

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
République Algérienne Démocratique et Populaire
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique

Université Mohamed Khider de Biskra
Faculté des sciences et de la technologie
Laboratoire de Génie Mécanique (LGM)



جامعة محمد خيضر بسكرة
كلية العلوم و التكنولوجيا
قسم الهندسة الميكانيكية
المرجع:.....

Réf:.....

THÈSE DE DOCTORAT

Doctorat en sciences : Génie mécanique

Spécialité (Option) : Construction mécanique

Réf. :

Présenté et soutenu par : **TEDJINI Mohsein**

Le : 08/05/2025

Contribution à l'analyse de phénomène du fluage des matériaux composites

Devant le Jury composé de :

Dr.	MASRI Tahar	MCA	Université de Biskra	Président
Pr.	SEDIRA Lakhdar	Professeur	Université de Biskra	Rapporteur
Dr.	AMEUR Toufik	MCA	Université de Ouargla	Examineur
Dr.	BELKAID Khmissi	MRA	CRSTRA	Examineur

Année universitaire : 2024 - 2025

Résumé

La présente thèse doctorale est une contribution à l'analyse du phénomène du fluage des matériaux composites à base polyamide 6 renforcés par des particules de verre recyclé. Le travail effectué comprend la préparation du matériau composite et étudier l'effet de la taille des particules de verre sur ses propriétés viscoélastiques. Du fait que la prédiction du comportement de fluage nécessite une longue période d'essai, une méthode accélérée à court terme basée sur le principe de superposition et la technique des iso-contraintes étagées a été adoptée. Durant le processus de traitement des données, Une comparaison a été faite entre trois fonctions d'ajustement et d'extrapolation (polynomiale, puissance et exponentielle) afin de déterminer leur impact sur la précision des résultats. Une technique d'optimisation performante a été utilisée pour exploiter une large gamme des données expérimentales et surmonter par conséquent les problèmes de convergences. Une routine numérique a été également développée afin de faciliter la construction des courbes maîtresses de fluage et une bonne corrélation entre les fonctions d'ajustement exponentielle et puissance a été obtenue.

Abstract

This doctoral thesis is a contribution to the analysis of the creep phenomenon in polyamide 6-based composite materials reinforced with recycled glass particles. The work carried out includes the preparation of the composite material and studying the size effect of the glass particles on its viscoelastic properties. Since predicting creep behavior requires a long trial period, a short-term accelerated method, based on the principle of superposition and the stepped isostress technique, has been adopted. During the data processing, a comparison was made between three adjustment and extrapolation functions (polynomial, power and exponential) in order to determine their impact on the precision of the results. An efficient optimization technique was used to exploit a wide range of experimental data and therefore overcome the convergence problems. A numerical routine was also developed to facilitate the construction of master creep curves and a good correlation between the exponential and power adjustment functions was achieved.

المخلص

تعد أطروحة الدكتوراه هذه مساهمة في تحليل ظاهرة الزحف للمواد المركبة المشكلة من البولياميد 6 المعززة بجزيئات الزجاج المعاد تدويره. يشمل العمل المنجز إعداد المادة المركبة ودراسة تأثير حجم جسيمات الزجاج على خصائصها اللزجة والمرنة. نظرًا لأن التنبؤ بسلوك الزحف يتطلب فترة تجريبية طويلة، فقد تم اعتماد تقنية مسرعة المدى القصير، تركز على مبدأ التراكب وتقنية الإجهاد المتساوي المتدرج. تم خلال عملية معالجة البيانات إجراء مقارنة بين ثلاث دوال تعديل وتوسيع النطاق (كثير الحدود، القوة والأسية) لتحديد تأثيرها على دقة النتائج. تم استخدام تقنية تحسين فعالة لاستغلال مجموعة واسعة من البيانات التجريبية وبالتالي التغلب على مشاكل التقارب. كما تم تطوير لوغاريتم رقمي لتسهيل بناء منحنيات الزحف الرئيسية حيث تم الحصول على ارتباط جيد بين دوال التعديل الأسية و القوة.

Dédicace

A l'âme et la Mémoire de mes parents

A Ma Chère femme.

L'Amour de Mon cœur :

Ilef & Wiam,

Remerciements

"Nous voilà à la dernière page de cette thèse, une page un peu particulière puisqu'elle est la première que les lecteurs découvrent... Pourtant, en sept ans, il s'en est passé des choses ! La thèse n'a pas été un parcours sans embûches, et quand tout semble s'effondrer, il est parfois utile de se souvenir que la patience est une vertu. Mais voilà, j'ai enfin atteint la lumière au bout du tunnel !"

Je souhaite exprimer ma gratitude à travers ce travail, réalisé entièrement au sein de l'Université Mohammed Khider de Biskra, plus précisément dans le Hall technologique du département de mécanique et au laboratoire de Génie Mécanique (LGM).

Je tiens à exprimer ma profonde reconnaissance à mon directeur de thèse, le professeur **SEDIRA Lakhdar**, pour son accompagnement tout au long de ces années. Merci pour sa disponibilité, ses précieux conseils, ainsi que pour tous les échanges scientifiques et humains que nous avons partagés.

Je tiens également à remercier le Docteur **MASRI Tahar**, Maître de Conférences A à l'Université de Biskra pour l'intérêt qu'il a accordé à ce travail, ainsi que pour l'honneur qu'il me fait en présidant le jury d'examen.

Je tiens à exprimer mes sincères remerciements aux membres du jury pour l'intérêt qu'ils ont porté à ce travail. Mes remerciements vont tout particulièrement à : Docteur **AMEUR Toufik**, Maître de Conférences A à l'Université d'Ouargla, Docteur **BELKAID Khmissi**, Maître de Recherche A au CRSTRA.

Je renouvelle mes remerciements à l'ensemble des membres de mon jury pour le temps précieux qu'ils ont consacré à la lecture de mon manuscrit. Leurs retours critiques et leur riche expérience m'ont permis d'atteindre un nouveau palier de maturité sur ce sujet.

Merci enfin à tous ceux que j'aurai pu malencontreusement oublier. Qu'ils ne me tiennent pas rigueur de mon étourderie.

Liste des matières

Résumé.....	III
Liste des matières.....	VII
Liste des tableaux.....	XV
Liste des abréviations.....	XVI
Liste des acronymes.....	XVI
INTRODUCTION GÉNÉRALE.....	1
Problématique.....	6
CHAPITRE I : SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE	
Introduction.....	8
I.1. Polymère.....	8
I.1.1. Polymères naturels.....	9
I.1.2. Polymères artificiels.....	10
I.1.3. Polymères synthétiques.....	10
I.2. Processus de polymérisation.....	10
I.2.1. Degré de polymérisation.....	12
I.2.2. Température de fusion.....	12
I.2.3. Température de transition vitreuse.....	12
I.2.4. Etat amorphe.....	13
I.2.5. Etat cristallin.....	13
I.2.6. Etat semi cristallin.....	14
I.2.7. Taux de cristallinité.....	14
I.2.8. Polymères semi-cristallins.....	14
I.3. Caractéristiques des polymères.....	15
I.3.1. Caractère viscoélastique des polymères.....	15
I.3.2. Polymère Thermoplastique.....	15
I.3.3. Propriétés physiques des polymères.....	16
I.3.4. Durabilité des polymères.....	16
I.3.5. Recyclage du polymère.....	16
I.4. Les polyamides.....	17
I.4.1. Nature chimique du polyamide.....	18

I.4.2. Nomenclature	18
I.4.3. Préparation du polyamide	19
I.4.4. Caractéristiques des polyamides	20
I.4.5. Impacts négatifs du polyamide	22
I.4.6. Recyclage de polyamide	23
I.4.7. Domaines d'application des polyamides	23
I.4.8. Le polyamide et le verre	25
I.5. Charges minérales et additifs	25
I.5.1. Utilisation des verres.....	26
I.5.3. Type de renfort de verre.....	27
I.5.4. Recyclage de verre.....	28
I.6. Composites à base de polyamide et renfort de verre	28
I.7. L'influence de la vitesse de déformation sur le comportement mécanique des matériaux	29
Conclusion.....	31

CHAPITRE II : MATÉRIAUX & MISE EN FORME

Introduction	33
II.1. Mise en forme des composites	33
II.2. Moulage par compression à chaud	34
II.3. Matériaux de base.....	35
II.3.1. Polyamide PA6.....	35
II.3.2. Verre à vitre.....	36
II.4. Préparation du mélange	39
II.5. Mise en forme par compression à chaud	40
II.5.1. Séchage et malaxage.....	40
II.5.2. Extrusion.....	40
II.5.3. Compoundage.....	43
II.5.4. Compression-moulage des plaques PA6/Verre	44
II.6. Préparation des éprouvettes	46
Conclusion.....	47

**CHAPITRE III : COMPORTEMENT MÉCANIQUE DES
THERMOPLASTIQUES**

Introduction	49
III.1. Généralité sur le comportement mécanique des matériaux.....	49

III.1.1. Comportement élastique (HOOKE)	49
III.1.2. Comportement plastique	51
III.1.3. Comportement viscoélastique	52
III.2. Modèles analogiques du comportements Visco-Elasto-Plastique.....	55
III.2.1. Éléments simples Maxwell et Kelvin (Kelvin-Voigt).....	55
III.2.2. Modèles généralisés Maxwell-Wiechert et Voigt-Wiechert	59
III.2.2.1. Modèle Maxwell-Wiechert	59
III.2.2.2. Modèle Voigt-Wiechert.....	60
III.3. Série de Prony	61
III.4. Méthode d'optimisation	63
III.5. Principe de Boltzmann	64
Conclusion.....	66

CHAPITRE IV : CARACTÉRISATION EXPÉRIMENTALE ET NUMÉRIQUE DU MATÉRIAU COMPOSITE

Introduction	68
IV.1. Essais de traction.....	68
IV.1.1. Traction du polymère	68
IV.1.2. Techniques de mesure	69
IV.2. Essai de flexion	70
IV.2.1. Principe du test de flexion.....	71
IV.2.2. Flexion de verre	71
IV.3. Essai de fluage	72
IV.3.1. Prédiction du comportement de fluage	72
IV.3.2. Principe de superposition temps-température (TTSP).....	73
IV.3.3. Méthode isotherme étagée SIM	74
IV.3.4. Méthode d'isocontrainte étagée (SSM)	75
IV.4. Fonctions de l'extrapolation.....	97
Conclusion.....	78

CHAPITRE V : SYNTHÈSES & DISCUSSION

Introduction	80
V.1. Procédure expérimentale	81
V.1.1. Récapitulatif des tests.....	81
V.1.2. Conditions expérimentales	81

V.1.3. Géométrie	81
V.2. PA6 Caractérisation de PA commercial (TECAMIDE).....	83
V.2.1. Traction monotone	83
V.2.2. Effet de la vitesse de déformation	84
V.2.3. Relaxation de polyamide	86
V.2.4. Effet de la déformation sur la relaxation	87
V.3. Etude de PA6 pure extrudé.....	88
V.3.1. Traction monotone	88
V.3.2. Essai de flexion du verre	89
V.3.3. Essai de traction de composites.....	90
V.3.3.1. Module d'Young	91
V.3.3.2. Contrainte ultime de rupture	92
V.3.4. Essai de fluage conventionnel	92
V.3.5. Méthode des contraintes étagées (SSM)	94
V.3.6. Volume d'activation.....	107
Conclusion.....	107
Conclusion générale et Perspectives	114
Publications	118
Conférences.....	118

Liste de Figures

INTRODUCTION GÉNÉRALE		
Figure 1.	Tétraèdre itératif de Thomas.	1
CHAPITRE I : SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE		
Figure I.1.	Production européenne de polymères en 2013. (PEMRG)/Consultic/ECEBD. ABS : acrylonitrile-butadiène-styrène ; PC : polycarbonate ; PE-BD : polyéthylène basse densité ; PE-LBD : polyéthylène basse densité linéaire ; PE-HD : polyéthylène haute densité ; PET : poly(éthylène téréphtalate) ; PP : polypropylène ; PS : polystyrène ; PTFE : polytétrafluoréthylène ; PUR : polyuréthane ; PVC : poly (chlorure de vinyle [25].	08
Figure I.2.	Structure chimique d'un polymère.	9
Figure I.3.	Description représentative d'une structure amorphe [30].	13
Figure I.4.	Structure semi cristallin d'un polymère.	14
Figure I.5.	Cartographie de l'évolution des études sur les polyamides [41].	18
Figure I.6.	Les polyamides PA6 et PA66 [43].	19
Figure I.7.	Courbes de traction à différentes vitesses de déformation [27].	30
Figure I.8.	Effets de la vitesse de déformation sur le traction de polyamide renforcé par des fibres courtes de verre [57].	31
CHAPITRE II: MATÉRIAUX & MISE EN FORME		
Figure II.1.	Polyamide DOMO DOMAMID 6MV de DOMO Engineering Plastics	35
Figure II.2.	Fiche technique du fournisseur de PA6.	36
Figure II.3.	Déchets de verre.	37
Figure II.4.	Machine et Fonctionnement de mono broyeur planétaire.	38
Figure II.5.	Eléments du broyeur et les paramètres de l'utilisation.	38
Figure II.6.	Appareil de tamisage. b) Différents tailles de particules du verre recyclé.	39
Figure II.7.	Etuve de laboratoire.	40
Figure II.8.	Schéma de Principe d'une extrudeuse monovis.	41
Figure II.9.	Extrudeuse mono vis de la marque HAAKE PolyLab QC.	42
Figure II.10.	Bain-marie.	43

Figure II.11.	Granuleuse et les compounds de PA6/Verre.	44
Figure II.12.	Machine de moulage par compression type Polystat 300 S.	44
Figure II.13.	Plaques des PA6/PVR après l'étape de la compression.	46
Figure II.14.	Machine de découpe laser CNC.	46
Figure II.15.	Géométrie d'un éprouvette haltère (Norme ISO 527-2).	47

CHAPITRE III : COMPORTEMENT MÉCANIQUE DES THERMOPLASTIQUES

Figure III.1.	Comportement élastique linéaire, représenté schématiquement par un ressort où E est le module de Young.	50
Figure III.2.	Comportement élastique non-linéaire.	50
Figure III.3.	Comportement plastique parfait – représenté par un patin (avec frottement).	51
Figure III.4.	Comportement élastique plastique parfait.	52
Figure III.5.	Comportement visqueux linéaire représenté schématiquement par un amortisseur.	53
Figure III.6.	Réponse à un échelon de contrainte.	53
Figure III.7.	Comportement viscoélastique.	54
Figure III.8.	Modèle de Maxwell [4].	56
Figure III.9.	Modèle de Kelvin (Kelvin-Voigt) [5].	57
Figure III.10.	Reponse au fluage-recouvrance des modelés : Maxwell et Kelvin ou Voigh .	58
Figure III.11.	Modèles A) Maxwell-Wiechert et B) Voigt-Wiechert.	59
Figure III.12.	Principe de Boltzmann [70].	65

CHAPITRE IV : CARACTÉRISATION EXPÉRIMENTALE ET NUMÉRIQUE DU MATÉRIAU COMPOSITE

Figure IV.1.	Courbes contrainte-déformation typiques de polymères en traction : 1- polymère fragile $T < T_g$, 2- polymère ductile $T < T_g$, 3- élastomère ou caoutchouc $T > T_g$ [71].	69
Figure IV.2.	Schéma descriptif de marquage des longueurs initiales pour le calcul de la déformation longitudinale ϵ_L et transversale ϵ_T à l'aide de vidéo-traction.	69
Figure IV.3.	Dispositif optique d'enregistrement des données de l'essai par vidéo-traction.	70
Figure IV.4.	Montage d'essai de flexion sur une machine INSTRON 5969.	70

Figure IV.5.	Schématisation du principe d'équivalence Temps/Température appliqué à la construction d'une courbe maitresse [5].	74
Figure IV.6.	Principe de la méthode SIM [8]	75
Figure IV.7.	Procédure de SSM.	77

CHAPITRE V: SYNTHÈSES & DISCUSSION

Figure V.1.	Géométrie d'un éprouvette haltère (Norme ISO 527-2).	82
Figure V.2.	Eprouvette de verre pour le test de flexion.	82
Figure V.3.	Courbes Contrainte/Déformation du matériau PA commerciale (TECAMID).	83
Figure V.4.	Effet de la variation des vitesses de sollicitation sur la traction de PA6.	84
Figure V.5.	Zoom de la zone élastique non-linéaire.	85
Figure V.6.	Courbe de l'essai de relaxation de polyamide.	86
Figure V.7.	Effet de changement de l'échelon de la déformation sur la relaxation.	87
Figure V.8.	Traction monotone de PA6 pure extrude.	88
Figure V.9.	Flexion d'échantillon de verre.	89
Figure V.10.	Courbes contrainte-déformation des matériaux non chargé et chargé par PVR.	90
Figure V.11.	Variations du module d'élasticité (E) des composites PA6/Vrecyclé, en fonction du diamètre des particules.	91
Figure V.12.	Variations de la contrainte ultime de rupture PA6/ PVR (En fonction du diamètre de la charge).	92
Figure V.13.	Courbes du fluage classique.	93
Figure V.14.	Evolution de la vitesse de déformation de fluage à différents niveaux. de contraintes associées.	94
Figure V.15.	Contraintes programmées pour le test de SSM et la déformation résultante.	94
Figure V.16.	Déformation résultante à partir du SSM test.	95
Figure V.17.	Élimination de la zone élastique et décalage vertical (Vertical adjustment).	96
Figure V.18.	Ajustement d'une courbe de fluage à court terme.	97
Figure V.19.	Extrapolation des courbes expérimentales pour calculer le temps de la remise à l'échelle.	99

Figure V.20.	Remise à l'échelle des courbes (Rescaling curves).	101
Figure V.21.	Organigramme numérique du décalage horizontal.	103
Figure V.22.a.	Facteurs de décalage (α_σ) par rapport aux contraintes échelonnées pour différentes fonctions d'extrapolation.	104
Figure V.22.b.	Facteurs de décalage $\log(\alpha_\sigma)$ par rapport aux contraintes échelonnées pour différentes fonctions d'extrapolation.	105
Figure V.23.a.	Effet des techniques d'extrapolation sur la prédiction du fluage à long terme. (échelle de temps logarithmique).	105
Figure V.23.b.	Effet des techniques d'extrapolation sur la prédiction du fluage à long terme (échelle de temps linéaire)	106
Figure V.24.	Effet des fonctions d'extrapolation sur le volume d'activation	107

Liste des tableaux

CHAPITRE I : SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE

Tableau I.1. Principaux polyamides usuels (Norme T 50-001, 1972).....	20
Tableau I.2. Composition chimique principale des verres-E.....	26
Tableau I.3. Caractéristiques de fibre de verre type E.....	26

CHAPITRE II: MATÉRIAUX & MISE EN FORME

Tableau II.1. Les caractéristiques de PA.	37
Tableau II.2. Diamètres et masse de PA6 et PA6 avec particules de verre.....	40
Tableau II.3. Caractéristiques technique de l'extrudeuse utilisée (HAAKE PolyLab QC)....	42
Tableau II.4. Fiche technique de Polystat 300S.	47

CHAPITRE V: SYNTHÈSES & DISCUSSION

Tableau V.1. Dimension de l'éprouvette de polyamide extrudé (mm).....	82
Tableau V.2. Les dimensions de l'éprouvette de verre en mm (Norme ASTM C158).	83
Tableau V.3. Caractéristiques mécaniques de PA commerciale et celui extrude.	89
Tableau V.4. Valeurs numériques modélisent la fonction polynomiale de 3 ^{ème} degré pour tous niveaux des contraintes.....	98
Tableau V.5. Valeurs numériques modélisent la fonction puissance pour tous niveaux des contraintes.	99
Tableau V.6. Valeurs numériques modélisent la fonction exponentielle pour tous niveaux des contraintes.	99
Tableau V.7. Temps de remise à l'échelle par heure (Rescaling time).	100

Liste des abréviations

Symbol	Nom	Unité
E	Module de Young	MPa
L	Longueur	mm
S	Section	mm ²
h	Longueur des têtes Conventionnelles	mm
T	Température	C°
T _f	Température de fusion	C°
T _g	Température de transition vitreuse	C°
σ	Contrainte	MPa
σ_r	Contrainte référence	MPa
ϵ	Déformation	%
ϵ_0	Déformation élastique	%
E	Vitesse de déformation	m/s
$\dot{\epsilon}_0$	Vitesse de référence	m/s
R_e	Limite apparente d'élasticité	MPa
$R_{m_{ax}}$	Résistance à la traction	MPa
R _{P0.2}	Limite conventionnelle d'élasticité	%
F	Force	N
A	Allongement	%
ρ	Densité	g/cm ³
V*	Volume d'activation	m ³
K	Constante de Boltzmann	MPa
α_σ	Facteur de décalage	
t	Temps	s
T _{f0}	La température de fusion d'un cristal de taille f ₀ infinie	
ΔH_s	L'enthalpie liée à la surface de base des cristallites	
ΔH_{f0}	L'enthalpie de fusion pour un cristal de polymère	
W _f	La fraction massique	
m _c	La masse de composite	g
m _f	La masse de la fibre	g
V _c	Volume du composite et de la fibre.	
V _f	Volume de la fibre	
σ_p	Le seuil de plasticité	
V _f	La fraction volumique en fibre	%
J(t)	La complaisance élastique	
η	Amortisseur de viscosité	

Liste des acronymes

PA6	Polyamide 6
TTSP	Le principe de superposition temps-température
TSSP	Le principe de superposition de temps-contraintes
TTSSP	La superposition de temps- température- contrainte
SIM	La méthode isotherme étagée
SSM	La méthode Stepped isostress Method
VCR	Vidéo camera recording
PVR	Particules de verre recyclé
GRI	Global Reporting Initiative

INTRODUCTION GÉNÉRALE

INTRODUCTION GÉNÉRALE

Les industriels recherchent constamment des matériaux offrant la plus grande durabilité possible en service, et ce, sous diverses conditions environnementales. De manière générale, avant d'utiliser un matériau dans une application donnée, il est essentiel de bien connaître ses propriétés mécaniques. Cette connaissance permet de prédire le comportement du matériau lorsqu'il est soumis à des contraintes et à des températures spécifiques au cours de son utilisation Diha et al [1]. Ainsi, une bonne utilisation des matériaux exige qu'ils satisfassent à un ensemble de propriétés. Ces propriétés peuvent être classées en thermiques, optiques, mécaniques, physiques, chimiques et nucléaires, et elles sont intimement liées à la structure des matériaux, qui est à son tour le résultat de la synthèse et du traitement. Un cadre schématique, qui explique les relations complexes dans le domaine de la mécanique et le comportement des matériaux, illustré sur la **Figure 1**, contient quatre éléments principaux : propriétés mécaniques, caractérisation, théorie et traitement. Ces éléments sont liés, et les changements dans l'un sont inséparablement liés aux changements dans les autres Meyers et al [2].

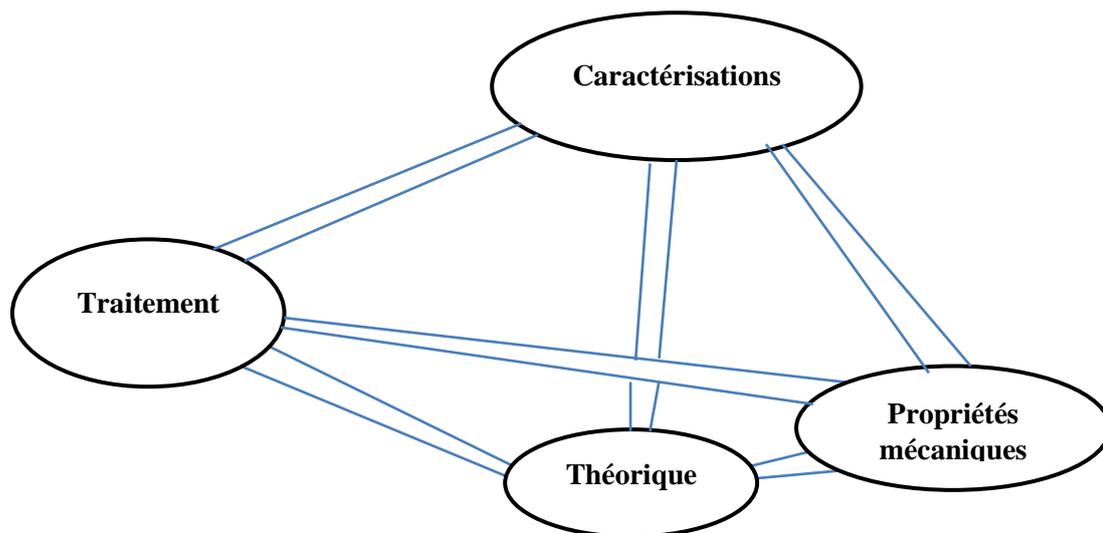


Figure 1. Tétraèdre itératif de Thomas.

Le développement et les changements rapides des produits, des pratiques technologiques et industrielles sont accompagnés par de nouvelles générations de matériaux. Parmi ces matériaux, les composites se distinguent par leur capacité à combiner au moins deux matériaux de natures différentes, créant ainsi des assemblages aux propriétés uniques. Leur développement ne cesse de progresser, répondant à des exigences toujours plus pointues : réduire les coûts, améliorer les performances, ou concilier ces deux objectifs. En outre, face aux enjeux environnementaux et aux préoccupations liées à la santé publique, les composites intègrent de plus en plus des caractéristiques écologiques, renforçant leur pertinence dans un contexte de développement durable. Un matériau composite est un assemblage hétérogène qui combine les avantages de ses deux phases, offrant des propriétés supérieures à celles de chaque composant pris isolément. Ce concept remonte à l'Antiquité, où les Égyptiens

renforçaient les briques d'argile avec de la paille. En général, un composite se compose d'une matrice, ductile et légère, qui lie des renforts rigides mais fragiles. Cette combinaison optimise les performances globales du matériau, le rendant adapté à des applications exigeantes Despringer et al [3].

Les ingénieurs doivent évaluer la durée de vie des produits dans chaque condition définie par les spécifications du constructeur. Cela requiert une loi de comportement fiable et robuste, capable de calculer avec précision les couples « contrainte-déformation » locaux sous différents chargements. La prédiction du comportement à long terme d'un matériau viscoélastique pose un défi en raison de l'absence d'approches théoriques simples et performantes. C'est pourquoi, à ce jour, les approches empiriques restent la méthode privilégiée. Cependant, ces dernières nécessitent des temps d'essai extrêmement longs, voire des périodes d'essai impraticables.

La prédiction du comportement au fluage à long terme des matériaux thermoplastiques et particulièrement des matériaux semi-cristallins est un enjeu majeur depuis plusieurs décennies. Ce problème concerne non seulement le monde académique mais aussi l'industrie produisant ces matériaux ainsi que ceux qui conçoivent les structures pour une durée de vie de plusieurs années selon le cahier des charges. Ce problème a fait l'objet de nombreuses recherches dans la littérature, certains chercheurs ont tenté de développer la méthodologie et la technique, où d'autres chercheurs ont tenté de modifier la matière étudiée elle-même.

Toutes les structures mécaniques sont soumises à des charges instantanées qui provoquent des comportements élastiques, plastiques ou combinés. Néanmoins, un effet visqueux sous charges monotones peut être observé selon différents scénarios, les plus courants étant la dépendance à la vitesse de déformation, la dépendance à la température, le fluage et la relaxation Dan et al [4]. Bien qu'il soit généralement négligé pour certains matériaux solides, les effets visqueux jouent un rôle majeur dans la définition de la réponse mécanique des polymères. Leurs caractéristiques chimiques sont responsables des mécanismes d'induction de dommages temporaires, tels que l'écoulement visqueux.

Pour surmonter ce dilemme, les chercheurs scientifiques et industriels de la chimie ont procédé depuis les années 1940 à la mise au point de polymère amélioré qui lie concurremment la rigidité des métaux et un caractère relativement visqueux des polymères. En conséquence, les polyamides, parmi les thermoplastiques les plus importants et les plus utiles, sont appréciés pour leur résistance exceptionnelle à l'usure, leur bon coefficient de frottement et leurs excellentes propriétés thermiques et d'impact. Le nylon (ou polyamide) se distingue également par sa remarquable résistance chimique et sa grande résistance à l'huile. Cet équilibre optimal de propriétés fait du polymère PA6 un matériau idéal pour remplacer le métal dans des applications telles que les pièces automobiles, les vannes industrielles, les isolateurs de traverses de chemin de fer, et d'autres usages industriels nécessitant une résistance, une ténacité et une réduction de poids élevées.

Afin d'étudier l'influence du temps sur les propriétés mécaniques des matériaux polyamides, des nombreuses expériences scientifiques ont été menées pour développer plusieurs techniques de prédiction du comportement mécanique des matériaux, en commençant par des

expériences mécaniques statiques simples telles que la traction Atidel et al [5], la compression Gnip et al [6], finissant par des essais de fluage et de relaxation Raghaven et al [7]. Cependant, le fluage était parmi les phénomènes naturels les plus importants qui peuvent décrire la réaction du matériau et son comportement dans le temps juste sous l'influence du son poids et à travers cela, nous pouvons trouver les propriétés mécaniques du matériau concerné. Ainsi, le test de fluage est réalisé afin de mesurer la tendance du matériau à se déformer sous chargement constant ; cependant, ce test nécessite un temps de séjour très long Hadid et al [8].

Auparavant, le facteur de chaleur était considéré comme le principal accélérateur du processus de fluage en utilisant le principe de superposition. Le principe de superposition temps-température (TTSP) a été développé et a donné des bons résultats Arnold et al [9, 10]. Néanmoins, l'effet de la chaleur sur le comportement réel a été gênant.

Pour éviter l'effet négatif de la température et reprendre à un chargement énergétique équivalent, l'application des niveaux de contraintes élevés est considérée comme un facteur accélérateur de fluage. Par conséquent, le principe de superposition des temps-contraintes (TSSP) a été dérivé du TTSP et adopté dans plusieurs recherches où des résultats améliorés ont été obtenus Hadid et al, Luo et al [11, 12]. Basée à la fois sur les effets de la température et de la contrainte, une nouvelle approche appelée concept de superposition de temps-contrainte-température (TTSS) est développée par la suite pour réduire l'abondance d'échantillons et obtenir des résultats plus précis Larbi et al, Luo et al [13, 14]. La dernière technique reste très complexe, même s'il surmonte l'impact thermique négatif et l'abondance des échantillons.

Par conséquent, en appliquant différents niveaux de température par échelon, la méthode isotherme étagée (SIM) Achereiner et al [15] est d'abord développée par Thornton et al [16] et utilisée ultérieurement avec succès dans plusieurs recherches. Cette méthode est apparue comme un dérivé de la méthode TTSP classique et considérée comme une révolution dans les techniques de prédiction à long terme. Quoique cette approche permette la minimisation du grand nombre d'échantillons, elle maximise l'impact de la chaleur. Il convient de noter que la technique SIM a montré une bonne performance sur la prédiction du fluage à long terme des fils électriques, d'où un chauffage très rapide de l'ensemble des éprouvettes a été noté. Concernant les éprouvettes épaisses, l'effet de chauffage rapide et de la repartition non uniforme de chaleur dans l'échantillon devrait mieux être étudiée Hadid et al [17].

Grace au progrès de l'automatisation et de la commande assistée par ordinateur ; le passage aux contraintes par morceaux est devenu de plus en plus évident et une nécessité. En tant qu'extension logique de la méthode SIM, la méthode Stepped isostress Method (SSM) est apparue comme une solution améliorée aux deux problèmes : la multiplicité des échantillons et l'effet de la chaleur. Des études récentes ont été réalisées par Giannopoulos et al [18, 19] sur la résistance mécanique et le comportement de fluage de kevlar et des fils d'aramides. Afin de d'étudier l'efficacité de la méthode présentée, les auteurs ont également inclus certaines techniques de prédiction dans leur étude.

Entre autres, Hadid et al [17] ont analysés l'effet de différents paramètres de la méthode SSM sur le fluage du polyamide 6 commercial. D'autres essais de fluage ont également été effectués selon la méthode classique TSSP. Une courbe maîtresse unique a été obtenue pour différents paramètres de test SSM. Les courbes maîtresses obtenues basées sur la loi de puissance dans le processus de remise à l'échelle sont bien corrélées avec celles obtenues avec la méthode TSSP classique. Les auteurs ont montré que la variation du temps de maintien ou la variation de l'incrément de contrainte n'affectent pas le fluage du matériau étudié.

Plus tard, Tanks et al [20] ont appliqué deux traitements numériques dans la méthode SSM afin d'étudier le comportement au fluage de la lame de carbone unidirectionnelle utilisée dans la réhabilitation des structures en béton précontraint. Les lois de puissance et de la série Prony sont utilisées dans la procédure de remise à l'échelle pour traiter l'historique des contraintes. Les auteurs ont souligné que la loi de puissance s'est avéré plus conservatrice en surestimant les déformations de fluage, mais cela est moins efficace pour la conception à long terme [20].

La méthode SSM est devenue de plus en plus importante dans le domaine des composites. Récemment, Miranda et al [21] a proposé une méthode analytique pour traiter les données brutes du SSM. La méthode est validée par des simulations numériques pour évaluer les essais de fluage basés sur deux modèles viscoélastiques différents. Un modèle représente le comportement viscoélastique d'un stratifié graphite/époxy et l'autre représente un adhésif à base de résine époxy.

Hsu et al [22] ont étudié également l'effet des structures multicouches sur les propriétés physico-mécaniques et le comportement de fluage à long terme du composite bambou-polypropylène (BPC) en utilisant l'approche de fluage accéléré SSM. Les résultats ont montré que les courbes maîtresses de fluage construites par la méthode SSM concordent bien avec le fluage expérimental à long terme. Les courbes maîtresses de fluage n'étaient pas non plus influencées par les différents incréments de contrainte et les variations du temps de maintien. De plus, ces résultats fournissent des informations supplémentaires sur l'effet de rapport d'épaisseur et de la fraction volumique des inclusions dans chaque sur la résistance au fluage.

En revanche, peu d'études expérimentales sont disponibles sur la méthode SSM qui traite de la complexité numérique du comportement à long terme du polyamide et remplissent les paramètres potentiels considérés dans la description du même comportement dans les logiciels existants. L'objectif principal de la présente étude est d'effectuer les tests de fluage sur les composites à base de polyamide 6 préparé en laboratoire sous forme de feuilles extrudées modérément minces au lieu des feuilles commercial épaisses utilisées dans les études précédentes Hadid et al [8, 17]. L'effet des fonctions d'ajustement et la technique d'extrapolation seront étudiés dans la mise à l'échelle de l'historique des contraintes, tandis qu'une routine numérique sera proposée dans l'estimation des facteurs de décalage, et donc une évaluation précise des courbes de fluage à long terme sera attendue.

L'organisation des différents chapitres est donnée comme suit :

Le premier chapitre est consacré à une revue bibliographique sur les concepts liés à notre sujet concernant les composites à base de polymère et plus particulièrement du polyamide Pa6. De plus, cette section se penche sur l'étude des composites à matrice semi-cristalline chargés en

particules minérales. Enfin, nous abordons les problématiques liées au recyclage et à l'aspect écologique.

Le chapitre suivant aborde un aspect crucial de la thèse, à savoir le processus de développement d'un composé spécifique à base de Polyamide Pa6 thermoplastique renforcé par des particules de verre recyclé (PVR) provenant de verre blanc transparent, tel qu'utilisé dans les fenêtres. Cette mise en œuvre reposait sur deux parties principales :

- a) La description des caractéristiques des matières premières et la préparation des matériaux initiaux ;
- b) Le processus de fabrication de notre composite avec toutes les exigences du processus, de l'équipement et de son fonctionnement aux obstacles rencontrés et à leur résolution, tels que l'extrusion et les vitesses de commande appropriées, le moulage et les conditions de chauffage, la compression et le découpage des plaques pour obtenir des éprouvettes de test conformes aux normes standard, etc.

Le chapitre trois met en évidence les définitions et les concepts fondamentaux des différents comportements mécaniques, telles que la viscoélasticité et la rhéologie. Il présente également les outils mathématiques nécessaires pour les analyses ultérieures. Enfin, le chapitre se termine par une présentation de l'effet de la vitesse de la déformation sur le comportement mécanique.

Le quatrième chapitre est dédié à l'introduction des essais mécaniques et de leurs équipements, qui sont fréquemment utilisés pour reproduire le comportement réel des matériaux étudiés. En ce qui concerne les essais en laboratoire, il est impératif de mentionner les conditions expérimentales et les facteurs qui influencent leurs résultats, lesquels doivent être pris en compte.

La dernière section porte sur la prédiction du comportement à long terme d'un composite dans le domaine viscoélastique linéaire. Des essais de traction à différentes vitesses, ainsi que des tests de fluage et de relaxation sur des éprouvettes TECAMID, ont permis de caractériser le comportement du polyamide. Ces essais ont ensuite été appliqués au nouveau composite développé, avec un suivi par enregistrement vidéo (VCR) pour analyser les déformations. L'étude se concentre enfin sur le modèle SSM et l'optimisation de l'extrapolation via la méthode de Levenberg-Marquardt.

La conclusion de ce manuscrit offre un bilan des travaux menés et suggère des perspectives pour les recherches futures dans le domaine de la prédiction et de la modélisation du comportement viscoélastique des polymères, renforcés ou non, pour des applications industrielles. Les volets théorique et expérimental étant étroitement liés, cela permettra de valider l'approche théorique à travers les résultats expérimentaux à obtenir. Enfin, la conclusion générale résumera l'ensemble des résultats obtenus et proposera des recommandations pour orienter les prolongements de ce travail.

Problématique

Cette recherche tente essentiellement à répondre à trois problématiques :

Dont la possibilité de fabriquer de matériau composite en utilisant les plus simples capacités de laboratoire, tel quel le matériau faut combinent entre la réduction du prix d'élaboration, le bénéfice spécifique de l'environnement, et bien sur la préservation de ses propriétés mécaniques dans un état satisfaisant. Nous avons choisi le polyamide PA comme matériau qui a de bonnes propriétés, il est utilisé dans de nombreuses industries, et les résidus (particules) de verre comme renfort, les résidus de verre sont très disponibles, polluent et dénaturent l'environnement, donc leur utilisation sera bénéfique en termes de coût et d'environnement. En résultera-t-il un composite acceptable ?

Ce projet porte sur un composite à matrice polyamide (nylon) renforcé par des particules de verre recyclé (PVR), visant à valoriser les déchets de verre. Une étude expérimentale a été menée au laboratoire de Génie Mécanique de l'université de Biskra pour caractériser ses propriétés mécaniques par des essais statiques. Les composites ont été fabriqués avec différentes granulométries et proportions de verre broyé.

Malgré les avancées en informatique et en analyse des données, l'exactitude des résultats reste incertaine, notamment dans la prédiction du comportement mécanique des thermoplastiques. Les effets de l'environnement et de l'historique thermique compliquent encore les modèles. Ce constat est confirmé dans nos travaux, où l'extrapolation numérique des courbes expérimentales accroît la complexité et l'incertitude des prévisions.

Donc la deuxième problématique de cette recherche peut être formulée comme suit :

Est-il possible de trouver une technique pour améliorer la compatibilité arithmétique de la solution réelle la plus proche (en mathématiques il n'est pas possible de calculer une valeur réelle exact), ou plutôt d'obtenir la plus petite erreur possible dans les calculs et la concordance avec les résultats expérimentaux !

D'autre part, et dans le domaine expérimentale, il y a des calculs et des exigences pour trouver plus de solutions, d'autant plus qu'il y a souvent un caractère répétitif de certaines opérations mathématiques similaires, et donc le troisième problème se pose dans notre recherche :

Est-t-il envisageable de recourir à une routine numérique afin de simplifier tous ces calculs et ainsi prévenir les erreurs humaines tout en gagnant du temps ?

Une contribution modeste a été apportée dans le cadre de ce travail pour résoudre ces problèmes, à travers l'utilisation d'un algorithme numérique visant à faciliter, même partiellement, les opérations arithmétiques longues et complexes afin de tracer les courbes maitresses pour prédire le comportement des matériaux étudiés.

CHAPITRE I : SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE

Introduction

La science des polymères est un domaine ancien, remontant à l'époque où les cellules vivantes sont apparues. Cependant, en tant que science bien définie, elle a été formulée il y a moins de 100 ans grâce aux travaux pionniers du chimiste allemand Hermann Staudinger entre 1920 et 1930. Les matériaux polymères ont toujours été utilisés par l'homme sans vraiment comprendre ce qui les différencie des autres matériaux. Même lorsque le premier matériau polymère synthétique, la Bakélite, a été préparé vers 1910 par Leo Baekeland, la situation n'a pas vraiment changé. Au départ, Baekeland a produit une gomme laque phénol-formaldéhyde soluble appelée "Novolak", mais il a ensuite réussi à créer un plastique dur Fakirov et al [23].

La recherche en science des polymères ne cesse de se développer, engendrant de nombreux nouveaux élastomères, plastiques, adhésifs, revêtements et fibres. Toutes ces nouvelles connaissances sont progressivement organisées et regroupées avec de nouvelles théories importantes sur les liens entre la structure du polymère, les propriétés physiques et le comportement utile. Ainsi, les concepts de thermodynamique, de cinétique et de structure de la chaîne polymère collaborent pour renforcer le domaine de la science des polymères Sperling et al [24].

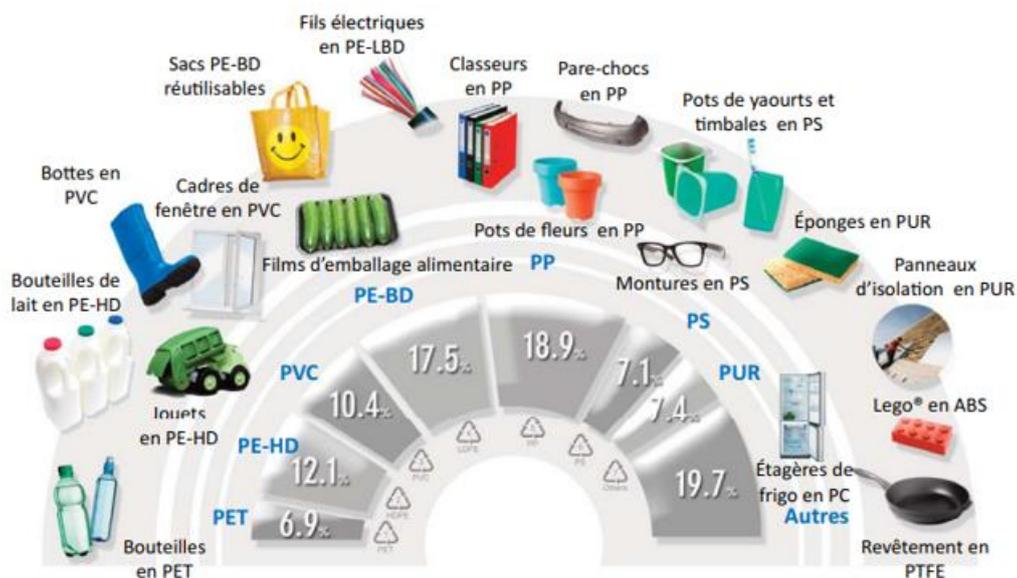


Figure I.1. Production européenne de polymères en 2013. (PEMRG)/Consultic/ECEBD. ABS : acrylonitrile-butadiène-styrène ; PC : polycarbonate ; PE-BD : polyéthylène basse densité ; PE-LBD : polyéthylène basse densité linéaire ; PE-HD : polyéthylène haute densité ; PET : poly(éthylène téréphtalate) ; PP : polypropylène ; PS : polystyrène ; PTFE : polytétrafluoréthylène ; PUR : polyuréthane ; PVC : poly(chlorure de vinyle Hamaid et al [25].

L'utilisation des matériaux polymères peut être divisée en deux grandes catégories : les polymères techniques et les polymères à usage structural. Les polymères techniques sont généralement produits en petites quantités, en raison de leurs propriétés spécifiques telles que les caractéristiques optiques, électroniques, physico-chimiques, pharmaceutiques, etc. En revanche, les polymères à usage structural sont conçus pour adapter leurs propriétés mécaniques à des applications précises, en mettant l'accent principalement sur la rigidité et

l'amortissement. Bien sûr, plusieurs propriétés peuvent être prises en compte simultanément, comme dans le cas des polymères transparents, qui doivent allier de bonnes propriétés optiques à une résistance mécanique accrue. Par ailleurs, les polymères sont d'excellents isolants électriques et thermiques de qualité moyenne, tant qu'ils ne forment pas de mousse.

I.1. Polymère

Le terme polymère est dérivé des mots grecs poly (Plusieurs) et meros (Partie). Par conséquent, il signifie "plusieurs parties" et fait référence à une molécule composée de la répétition d'une unité plus simple appelée mer. Les polymères sont constitués de milliers à des millions d'atomes dans une molécule de grande taille, également connue sous le nom de macromolécule. Ils sont préparés en joignant un grand nombre de petites molécules appelées monomères. Un polymère est une macromolécule formée par l'assemblage de nombreux motifs identiques, un composé chimique avec des unités structurales répétitives Fakirov et al [23].

Une molécule ou une substance de formule simple peut se combiner avec d'autres molécules analogues, de même formule ou de formule différente, pour former un polymère. Les monomères sont généralement des molécules organiques simples à partir desquelles le polymère est constitué. La structure de l'unité répétitive d'un polymère est essentiellement similaire ou étroitement liée à celle des molécules monomères. Les monomères ou motifs monomères sont reliés par des liaisons covalentes et, contrairement au polymère, un monomère a une faible masse moléculaire Halary et al [26].

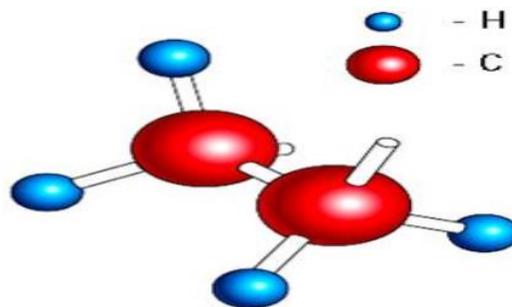


Figure I.2. Structure chimique d'un polymère.

En d'autres termes, les polymères sont des molécules de grande taille (Souvent organiques) formées par la liaison covalente d'une ou plusieurs unités individuelles appelées monomères. Le terme macromolécule est fréquemment employé pour désigner les polymères, qui forment des chaînes longues reliées entre elles par des forces de Van der Waals, des liaisons hydrogène ou des interactions hydrophobes.

La notion de macromolécule a été introduite tardivement dans l'évolution de la chimie. Malgré les précurseurs tels que Wilhelm Eduard Weber et Henri Braconnot au début du 19^{ème} siècle, de nombreux scientifiques les ont perçues comme des agrégats ou des micelles. C'est en 1866 que Marcellin Berthelot a utilisé pour la première fois le terme "Polymère".

Contrairement aux « petites » molécules organiques, qui sont composées de quelques dizaines d'atomes et ont une faible masse molaire, un polymère est constitué de macromolécules formées de milliers d'atomes, avec une masse molaire pouvant dépasser 106 g/mol.

I.1.1. Polymères naturels

Egalement appelés biopolymères, ont été utilisés depuis longtemps par l'homme pour fabriquer divers matériaux tels que les fibres de bois et de végétaux, le cuir, les tendons d'animaux, la laine, la soie et la cellulose. Leur importance historique est indéniable, bien qu'il ait fallu du temps pour comprendre leur composition et apprendre à les synthétiser artificiellement. Parmi les polymères naturels, on trouve le caoutchouc vulcanisé et la pectine, qui sont des polymères en réseau. La nature regorge de nombreux autres polymères, et les biomolécules qui composent les êtres vivants sont souvent des macromolécules polymériques. Les protéines, les acides nucléiques, les polysaccharides tels que la cellulose et la chitine, le caoutchouc naturel ou le latex, ainsi que la lignine en sont quelques exemples.

I.1.2. Polymères artificiels

Les polymères modifiés chimiquement sont issus de la transformation de polymères naturels, dans le but de modifier ou d'améliorer certaines de leurs propriétés spécifiques, telles que la résistance, la solubilité ou la stabilité thermique. Parmi ces polymères modifiés, les esters cellulosiques occupent une place importante. Ces composés, comme la nitrocellulose et l'acétate de cellulose, sont obtenus par estérification de la cellulose, un polymère naturel extrait des végétaux. Ces matériaux ont joué et continuent de jouer un rôle économique majeur, en raison de leurs diverses applications industrielles.

I.1.3. Polymères synthétiques

Les premiers polymères synthétiques ont été créés au milieu du 19^{ème} siècle pour améliorer les propriétés physiques des polymères naturels. En 1839, Charles Goodyear a vulcanisé le caoutchouc en le chauffant avec du soufre, le rendant résistant à différentes températures. En 1846, Christian Friedrich Schönbein a accidentellement synthétisé le nitrate de cellulose, et en 1868, John W. Hyatt a créé le celluloïd. Wallace Carothers, chimiste chez DuPont, a ensuite développé de nombreux polymères, comme les polyesters et les polyamides. En 1907, Leo Hendrik Baekeland a inventé la bakélite, le premier polymère entièrement synthétique, suivi par le polystyrène en 1911 et le PVC en 1912.

Le développement industriel de la science des macromolécules a été accéléré par la Seconde Guerre mondiale. En raison de l'interruption de l'approvisionnement en caoutchouc naturel d'Asie du Sud-Est, les États-Unis ont lancé un vaste programme de recherche pour développer du caoutchouc synthétique.

Les polymères semi-synthétiques sont obtenus par transformation de polymères naturels; par exemple, la nitrocellulose, le caoutchouc vulcanisé, etc. aussi les élastomères, les polyamides, les polyuréthanes, les thermoplastiques et les copolymères.

I.2. Processus de polymérisation

La polymérisation est le processus qui permet de transformer des monomères, généralement composés de carbone (pour les polymères organiques) ou de silicium (pour les polymères siliconés), en polymères ou macromolécules de masse moléculaire plus élevée. Ces polymères peuvent être d'origine naturelle (végétale ou animale) ou synthétique. De plus, les polymères naturels ou synthétiques peuvent être modifiés chimiquement pour répondre à des besoins

spécifiques. Un polymère artificiel résulte ainsi de la modification chimique d'un polymère naturel.

La polymérisation, ou réaction de formation de polymère, englobe les réactions qui convertissent des monomères similaires ou différents en polymères. Dans la littérature, le terme "polyréaction" est parfois utilisé pour désigner les polymérisations techniques.

Les monomères, composés de faible poids moléculaire, se lient pour former des polymères, qui peuvent être :

- Une chaîne linéaire (macromolécule tridimensionnelle) ;
- Un homopolymère, constitué de monomères identiques ;
- Un copolymère, formé de deux ou plusieurs types de monomères différents.

Il existe deux mécanismes fondamentaux de polymérisation. Traditionnellement, ils sont différenciés en polymérisation par addition et polymérisation par condensation. Dans le processus d'addition, aucun sous-produit n'est libéré, comme dans le cas de la polymérisation du chlorure de vinyle. En revanche, dans le processus de condensation, tout comme dans diverses réactions de condensation (par exemple, estérification, étherification, amidation, etc.) en chimie organique, un sous-produit de faible poids moléculaire (par exemple, H₂O, HCl, etc.) est produit. Les polymères formés par polymérisation par l'addition successive d'unités monomères insaturées dans une réaction en chaîne favorisée par le centre actif. Par conséquent, cette méthode est appelée polymérisation en chaîne [23, 26].

Les réactions techniques de polymérisation servent généralement à la synthèse de matières plastiques, elles peuvent être divisées en polymérisations en chaîne et en réactions de croissance par étapes :

- a) Les polymérisations en chaîne (Egalement appelées réactions de croissance en chaîne) sont effectuées via une extrémité de chaîne active. Ils peuvent être subdivisés en polymérisations radicalaires, cationiques, anioniques et en chaîne de coordination ;
- b) Les réactions de croissance par étapes, souvent appelées polymérisation par croissance dans la littérature, se réalisent par polycondensation (ou polymérisation par condensation) ou par polyaddition (également appelées polymérisation par addition).
- c) Les réactions de polymérisation biologique se déroulent selon des mécanismes complètement différents et sont beaucoup plus complexes. Dans la polymérisation biologique (Vivante), cas particulier de polymérisation en chaîne, le degré de polymérisation augmente continuellement jusqu'au maximum moyen de polymérisation, puisque aucune réaction de terminaison n'arrête la croissance.

De plus, la polymérisation par condensation est également connue sous le nom de polymérisation par étapes car les polymères dans ce cas sont formés par la condensation intermoléculaire étape par étape de groupes réactifs. Une autre différence significative entre la polymérisation par addition et la polymérisation par condensation est que la condensation est réversible, tout comme toute réaction de condensation en chimie organique. Cela signifie que le polymère de condensation peut être converti en monomères de départ en présence du sous-produit de bas poids moléculaire et des conditions respectives (Température, catalyseur, etc.).

Lorsque le sous-produit de faible poids moléculaire est de l'eau, ce processus est appelé hydrolyse et joue un rôle extrêmement important dans le traitement des polymères. Les polymères préparés par polymérisation par addition ne subissent pas de telles réactions Farikov et al [23].

I.2.1. Degré de polymérisation

Le degré de polymérisation se réfère au nombre d'unités répétitives qui composent une molécule polymère, nous abrègerons cela en DP, les formules structurales des polymères représentent ce DP. La relation entre le degré de polymérisation et la masse moléculaire M d'une même macromolécule est donnée par:

$$M = (DP) M_0 \quad (\text{I.1})$$

Où M_0 est le poids de formule de l'unité répétitive Farikov et al [23]

I.2.2. Température de fusion

La morphologie d'un polymère peut être déduite de sa température de fusion (T_f), notamment de l'épaisseur des lamelles cristallines. L'équation (I.2) de Gibbs-Thomson permet de calculer la variation de T_f en fonction de cette épaisseur [27]:

$$T_f = T_{f_0} \left[1 - \frac{2\Delta H_s}{l \Delta H_{f_0}} \right] \quad (\text{I.2})$$

T_{f_0} : Température de fusion d'un cristal de taille f_0 infinie;

ΔH_s : Enthalpie liée à la surface de base des cristallites;

ΔH_{f_0} : Enthalpie de fusion pour un cristal de polymère.

Il est également possible d'analyser les pics de fusion pour en déduire la distribution de taille des cristallites.

I.2.3. Température de transition vitreuse

La transition vitreuse est un phénomène observé dans les matériaux amorphes comme les polymères, les verres et certains liquides. Elle correspond au point où un matériau passe d'un état visqueux à un état solide à température ambiante. Lorsqu'un matériau amorphe est chauffé, sa viscosité diminue, et à une certaine température, il devient plus fluide. À la transition vitreuse, la viscosité augmente, et le matériau adopte un comportement de solide amorphe. La température à laquelle ce changement se produit est appelée température de transition vitreuse, notée T_g . Cette transition est due à la réduction des mouvements des chaînes moléculaires à mesure que la température diminue. Inversement, lorsqu'un polymère rigide chauffé au-dessus de T_g retrouve un comportement plus souple Combette et al [28].

Les polymères utilisés dans l'industrie sont caractérisés par deux paramètres importants : la température de transition vitreuse (T_g) et la température de fusion (T_f). Ces paramètres définissent les limites de température pour de nombreuses applications, surtout pour les polymères semi-cristallins. Il est crucial de distinguer la T_g de la T_f , car la transition vitreuse

ne correspond pas à une fusion du polymère. La fusion se produit dans les polymères cristallins, tandis que la T_g concerne les matériaux amorphes. Lorsqu'une rampe de température est appliquée à un polymère cristallin, la chaleur consommée augmente de manière linéaire jusqu'au point de fusion Kovacs et al [29].

I.2.4. Etat amorphe

Egalement connu sous le nom d'état vitreux, est caractérisé par l'absence de structure cristalline ordonnée dans un matériau. Au lieu de cela, les composants du matériau sont disposés de manière aléatoire, semblable à un liquide figé. Cela signifie que les atomes ou les molécules qui composent le matériau ne sont pas fixés à une position spécifique et peuvent se déplacer librement les uns par rapport aux autres. Les matériaux qui peuvent se trouver dans un état amorphe incluent les polymères, les métaux, les céramiques et les verres. Les verres, en particulier, sont souvent utilisés comme exemple d'état amorphe car ils présentent une structure vitreuse caractéristique qui se forme lorsqu'un liquide fondu est rapidement refroidi.

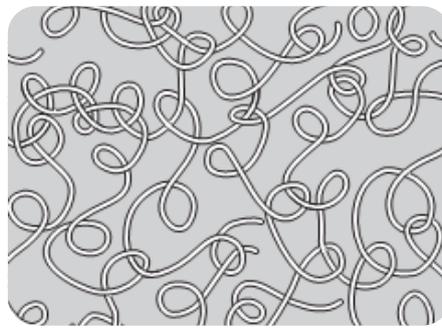


Figure I.3. Description représentative d'une structure amorphe Ward et al [30].

I.2.5. Etat cristallin

L'état cristallin se réfère à un état dans lequel les atomes, les ions ou les molécules constituant un matériau sont disposés de manière ordonnée et périodique dans l'espace, formant ainsi une structure cristalline régulière et répétitive. Cette structure est connue sous le nom de réseau cristallin et est une caractéristique distinctive des matériaux cristallins. Les matériaux cristallins peuvent inclure des métaux, des minéraux, des polymères et divers autres types de matériaux.

Les matériaux cristallins présentent fréquemment des caractéristiques physiques et chimiques particulières qui sont en relation avec leur structure cristalline. Par exemple, les cristaux de sel de table possèdent une structure cristalline cubique qui leur confère une dureté et une fragilité spécifiques. Les cristaux de diamant, quant à eux, ont une structure cristalline tétraédrique qui leur confère une dureté et une transparence exceptionnelles. De plus, les matériaux cristallins peuvent également présenter des propriétés optiques, électriques et magnétiques spécifiques.

Les cristaux peuvent être identifiés par des techniques telles que la diffraction des rayons X, qui permettent de déterminer leur structure cristalline en analysant la façon dont les rayons X sont diffractés par les atomes qui les composent. Cette technique est largement utilisée dans la recherche en sciences des matériaux et dans l'industrie pour caractériser les propriétés des matériaux cristallins.

I.2.6. Etat semi cristallin

L'état semi-cristallin désigne la condition dans laquelle se trouvent certains polymères lorsqu'ils sont à l'état solide. Les polymères semi-cristallins se caractérisent par une structure moléculaire qui comprend à la fois des régions amorphes, c'est-à-dire sans ordre cristallin, et des régions cristallines, qui présentent un ordre cristallin. Dans les régions cristallines, les molécules de polymère sont arrangées de manière régulière et ordonnée, formant une structure en forme de cristal. Ces régions cristallines sont généralement plus rigides et plus dures que les régions amorphes, qui sont quant à elles plus molles et flexibles Fontanille et al [31].

La structure semi-cristalline des polymères peut avoir des impacts importants sur leurs propriétés physiques et mécaniques. Par exemple, les polymères semi-cristallins ont souvent une résistance mécanique supérieure à celle des polymères amorphes. Cependant, ils peuvent également être plus cassants à basse température en raison de la rigidité accrue des régions cristallines.

Les polymères semi-cristallins sont couramment utilisés dans une variété d'applications industrielles et de consommation, notamment dans les fibres textiles, les films d'emballage, les pièces de machines et les équipements électriques. La compréhension de la structure semi-cristalline des polymères est importante pour la conception et la fabrication de matériaux polymères ayant des propriétés spécifiques et optimisées pour des applications particulières.

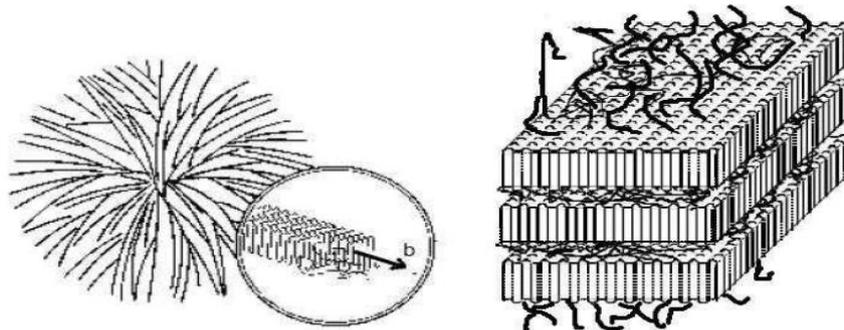


Figure I.4. Structure semi cristallin d'un polymère.

I.2.7. Taux de cristallinité

Dans un polymère, le taux de cristallinité représente la quantité de matière cristallisée par rapport à la matière totale. Ce taux varie selon le polymère et dépend principalement de la méthode de cristallisation utilisée ainsi que de la cinétique de cristallisation Regrain et al [27].

I.2.8. Polymères semi-cristallins

Les polymères semi-cristallins sont des matériaux complexes comportant des zones cristallines et amorphes. Contrairement aux polymères amorphes, les zones cristallines sont ordonnées, avec des chaînes polymères alignées régulièrement. Cette organisation hétérogène confère aux polymères semi-cristallins des propriétés uniques, comme une résistance mécanique, une rigidité, et une meilleure résistance thermique. Le taux de cristallinité, qui varie en fonction de la méthode de cristallisation, influence fortement ces propriétés. La déformation de ces polymères dépend de facteurs internes, comme les microstructures des

phases cristalline et amorphe, et de facteurs externes tels que la pression, la température, l'humidité, et les sollicitations appliquées Jegou et al [32].

I.3. Caractéristiques des polymères

I.3.1. Caractère viscoélastique des polymères

Il a été constaté que le comportement d'un polymère sous contrainte dépend de la vitesse d'application de cette contrainte à température constante, de plus, l'application d'une contrainte fixe n'est pas toujours proportionnelle à son intensité. Après un certain temps, un phénomène de fluage peut se produire, où le module de fluage devient équivalent à celui mesuré à court terme à une température plus élevée. Cette double influence de la durée et de la température caractérise la viscoélasticité des polymères, qui combine les propriétés visqueuses et élastiques. Ce comportement est essentiel pour comprendre la déformation à long terme des polymères sous sollicitations Carrega et al [33].

I.3.2. Polymère Thermoplastique

Les thermoplastiques sont des polymères qui sont reliés entre eux par des liaisons faibles. Ils se présentent sous forme solide, tels que des granulés ou des plaques. Un polymère thermoplastique est un matériau plastique qui peut être ramolli et fondu lorsqu'il est chauffé, et qui peut être moulé dans différentes formes. Contrairement aux polymères thermodurcissables, qui se solidifient de manière permanente lorsqu'ils sont chauffés, les polymères thermoplastiques peuvent être réchauffés et remoulés plusieurs fois. En 2000, ils représentaient 80% des matières plastiques consommées en Europe. Leur recyclabilité et leur capacité à être thermiquement réversibles, sont des avantages majeurs qui gagnent en importance de nos jours Latifa et al [34]. Les thermoplastiques sont composés de macromolécules de taille limitée, qu'elles soient linéaires ou ramifiées. On compte environ 40 familles de thermoplastiques classées selon leur structure chimique Gao et al [35]. L'avantage des thermoplastiques réside dans leur capacité à se ramollir sous l'effet de la chaleur et à durcir lorsqu'ils sont refroidis. Ils peuvent être façonnés par injection, extrusion ou moulage à l'état ramolli. Ce processus est réversible, ce qui signifie qu'il peut être répété un grand nombre de fois sans altérer la structure moléculaire ni les propriétés des polymères. Le choix d'un thermoplastique pour une utilisation spécifique dépend étroitement de deux facteurs : la température de transition vitreuse et le prix Mokhtari et al [36].

Les thermoplastiques sont largement utilisés dans l'industrie pour la fabrication de produits tels que les emballages alimentaires, les films, les bouteilles, les tuyaux, les pièces automobiles et les textiles. Ils sont appréciés pour leur flexibilité, leur légèreté et leur résistance à l'usure. Chaque type de polymère thermoplastique a des propriétés uniques, ce qui les rend adaptés à des applications spécifiques.

Les thermoplastiques présentent de nombreux avantages, tels que leur flexibilité, leur légèreté, leur résistance à l'usure et leur capacité à être recyclés. Néanmoins, leur durabilité environnementale est souvent remise en question en raison de leur longue durée de vie et de leur accumulation dans l'environnement. C'est pourquoi des initiatives telles que le recyclage et le développement de polymères biodégradables sont actuellement en cours afin de réduire les impacts négatifs des polymères thermoplastiques sur l'environnement.

I.3.3. Propriétés physiques des polymères

Les polymères se distinguent des matériaux inorganiques (métaux, verres, céramiques) par leurs propriétés thermomécaniques spécifiques et leur capacité à être mis en forme facilement. Ces propriétés incluent la flexibilité, la légèreté et la résistance à la corrosion. Les polymères peuvent être facilement transformés par des procédés tels que l'injection ou l'extrusion. En combinant des polymères avec des matériaux inorganiques, les composites permettent de tirer parti des atouts des deux types de matériaux. Ces derniers offrent ainsi des performances améliorées dans de nombreuses applications industrielles.

I.3.4. Durabilité des polymères

Plusieurs facteurs influencent la durabilité des matériaux polymères, tels que leur composition chimique, leur méthode de production et leur utilisation. Les matériaux plastiques les plus couramment utilisés sont les polyoléfines (Comme le polyéthylène et le polypropylène), les polyesters, les polyamides (Nylon), les polystyrènes et le polycarbonate. Ces polymères sont généralement considérés comme résistants à la dégradation chimique et à l'usure, ce qui contribue à leur durabilité.

Toutefois, leur durabilité environnementale est souvent remise en question en raison de leur longue durée de vie et de leur accumulation dans l'environnement. Les polymères ne sont pas biodégradables et peuvent persister dans l'environnement pendant des centaines d'années, ce qui peut avoir un impact négatif sur les écosystèmes et la faune.

Afin d'améliorer la durabilité des matériaux polymères, il est possible de les recycler pour les réutiliser. Le recyclage permet de réduire la quantité de déchets plastiques envoyés dans les décharges et de préserver les ressources naturelles en réutilisant des matériaux existants. Des progrès sont également réalisés dans le développement de polymères biodégradables qui se décomposent plus rapidement dans l'environnement.

I.3.5. Recyclage du polymère

Le recyclage des polymères, également appelé recyclage des plastiques, est un processus essentiel pour réduire la quantité de déchets plastiques présents dans les décharges et dans l'environnement. Les différentes étapes du recyclage des polymères sont les suivantes:

1. **Collecte** : Les produits en plastique sont rassemblés dans des poubelles de recyclage ou des conteneurs spéciaux ;
2. **Tri** : Les plastiques sont triés en fonction de leur type de polymère et de leur qualité, afin de faciliter leur traitement ultérieur ;
3. **Lavage et préparation** : Les plastiques sont lavés pour éliminer les impuretés et les étiquettes, puis ils sont broyés en petits morceaux appelés granulés ;
4. **Fusion** : Les granulés de plastique sont fondus à haute température pour obtenir un liquide homogène ;
5. **Moulage** : Le plastique fondu peut être moulé dans différentes formes afin de créer de nouveaux produits en plastique ;

6. **Utilisation** : Les nouveaux produits en plastique fabriqués à partir de plastique recyclé peuvent être utilisés pour créer une variété de produits tels que des bouteilles, des sacs, des jouets, des meubles, des pièces automobiles et bien d'autres encore.

Le recyclage des polymères est crucial pour limiter les impacts environnementaux et sanitaires des déchets plastiques. Le plastique recyclé permet de fabriquer de nouveaux produits, réduisant ainsi les déchets et préservant les ressources naturelles. Cependant, certains plastiques sont plus difficiles à recycler et nécessitent des technologies spécifiques. Le processus de recyclage peut aussi être complexe et demander des installations adaptées. Il est essentiel de sensibiliser le public à l'importance du recyclage et de l'encourager à recycler activement pour un avenir plus durable.

I.4. Les polyamides

- **Historique**

La vie quotidienne a été grandement impactée par les multiples applications du polyamide. L'introduction de ce matériau sur le marché mondial a débuté peu avant la Seconde Guerre mondiale, période durant laquelle la recherche scientifique en chimie s'est intensifiée afin de développer des matériaux à forte valeur ajoutée Ashida et al [37, 38].

Le développement des polyamides est principalement lié au polyamide 6,6 (PA6,6) et au polyamide 6 (PA6), notamment en raison de découvertes historiques. La synthèse du poly(ϵ -caproamide) remonte à 1889, mais l'intérêt pour la synthèse des polyamides a véritablement émergé dans les années 1930. Aux États-Unis, W.H. Carothers de Dupont a développé le PA6,6 en 1936 à partir d'acide adipique et d'hexaméthylène diamine. En Allemagne, P. Schlack chez IG-Farbenindustrie a synthétisé le PA6 en 1938 à partir de l' ϵ -caprolactame, marquant un jalon clé dans la recherche sur les polyamides. Le nylon-6 dérivé du caprolactame a été introduit en 1939 Chanda et al [39].

La polymérisation du CL se fait en deux étapes : la transformation du CL en acide aminocaproïque, suivie d'une polyaddition. Bien que couramment utilisée, cette méthode présente des inconvénients, tels que des temps de réaction longs (jusqu'à plusieurs heures), des pressions élevées (10 à 15 bars) et l'utilisation d'un vide poussé pour éliminer l'eau formée. Cependant, une méthode alternative de polymérisation anionique a été développée, permettant des réactions plus rapides (en quelques minutes) et produisant des polyamides avec des masses molaires et des taux de cristallinité supérieurs à ceux obtenus par polycondensation Barhoumi et al [40]. Le développement industriel des polyamides a été accéléré pendant la Seconde Guerre mondiale, en raison de la pénurie de soie utilisée à des fins militaires, comme pour les parachutes et les pneus d'avion. La production commerciale de plastiques filables et résistants a été lancée, et à partir d'octobre 1939, le nylon (PA 6,6) a été commercialisé aux États-Unis, suivi du PA6 en Allemagne en 1940 Regrain et al [27].

Le polyamide est une fibre synthétique dérivée de la pétrochimie, utilisée dans l'industrie textile depuis les années 40. Grâce à ses excellentes propriétés mécaniques, elle est présente dans divers tissus, seule ou mélangée à des fibres naturelles. Utilisée pour fabriquer des fils en polyamide, cette matière est fondue, filée, puis étirée en filaments fins et longs. Elle est

couramment utilisée dans la confection de vêtements tels que jeans, pulls, maillots de bain, ainsi que dans des articles de petite maroquinerie, grâce à sa légèreté et sa résistance.

Parmi les polymères, les polyamides occupent une place particulière en raison de leur popularité et de l'universalité de leurs fibres. En 2010, la production de polyamides aux États-Unis a atteint près de 450 000 tonnes. Les principaux matériaux et fibres à base de polyamides (PA) sont le nylon, le Perlon, le Rilsan et le Kevlar Fakirov et al [23].

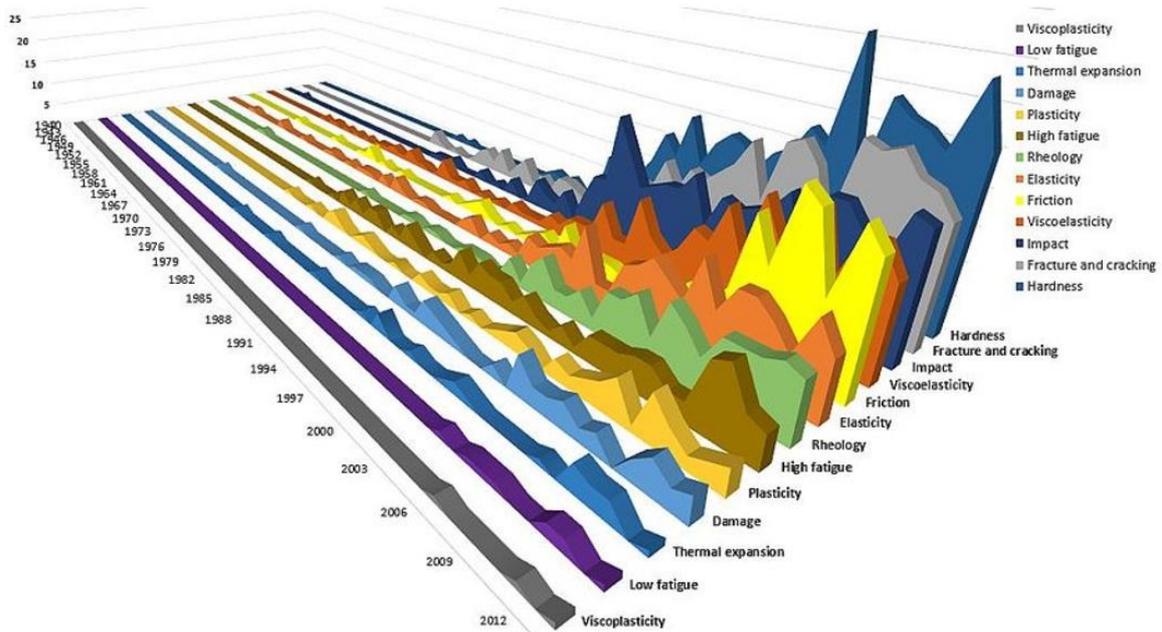


Figure I.5. Cartographie de l'évolution des études sur les polyamides Yakam et al [41].

I.4.1. Nature chimique du polyamide

Pour une définition plus concise, le polyamide est un matériau plastique fabriqué à partir de produits chimiques dérivés du pétrole. Il existe plusieurs variétés de polyamide. Les polyamides sont des polymères appartenant à une classe de matériaux thermoplastiques obtenus par polycondensation de diacides et de diamines, puis refroidis et étirés à l'aide d'un courant d'air froid. Différents types de polyamides existent, dont le plus célèbre est le nylon.

I.4.2. Nomenclature des Polyamides

Les polyamides (PA) sont des polymères semi-cristallins ou amorphes contenant la fonction amide (-CO-NH) dans leur chaîne carbonée. On distingue deux types de formules d'homopolyamides :

Homopolyamide simple : $[\text{CO-NH-R}_1]_n$, où un seul groupement R_1 se répète.

Homopolyamide à deux groupes : $[\text{CO-NH-R}_2\text{-NH-CO-R}_3]_n$, où les groupes R_2 et R_3 sont présents dans l'unité répétitive

La nomenclature des polyamides reflète cette structure chimique. Par exemple, lorsque R_1 représente une chaîne aliphatique de six carbones (CH_2_6), cela donne le polyamide 6 (PA6).

D'autres exemples incluent le PA11 et le PA12. Lorsqu'il y a deux groupes différents, comme dans le PA66 (avec $R_2=(CH_2)_6$ et $R_3=C_6H_4$, le polyamide est dit semi-aromatique. Si R_3 est un cycle phényle et que les groupes carbonyles sont en position para, on utilise la lettre T (téréphtalique), et en position méta, la lettre I (isophtalique).

Les polyamides peuvent également être des copolymères, comme le PA6/66, où la proportion des unités répétitives varie pour ajuster les propriétés mécaniques Carrega et al [33].

I.4.3. Préparation du polyamide

Le nylon est le nom commercial des polyamides dérivés de monomères aliphatiques non substitués et non ramifiés. Un polyamide fabriqué à partir d'un acide aminé ou d'un lactame est appelé nylon-x, où x représente le nombre d'atomes de carbone dans l'unité répétitive. Un nylon fabriqué à partir d'une diamine et d'un acide dibasique est désigné par deux nombres, le premier représentant le nombre de carbones dans la chaîne diamine et le second le nombre de carbones dans l'acide dibasique. Pour diverses raisons techniques, le développement des polyamides aromatiques a été beaucoup plus lent en comparaison. Les polyamides aromatiques, introduits commercialement en 1961, ont permis d'atteindre des températures maximales bien supérieures à 200°C. Les fibres de polyamide à haute ténacité et à haut module (Fibres d'aramide) ont offert de nouvelles propriétés parfaitement adaptées au renforcement des pneus. Plus récemment, il y a eu un intérêt considérable pour certains nouveaux polymères vitreux aromatiques, pour les élastomères polyamides thermoplastiques, et pour une variété d'autres nouveaux matériaux Chanda et al [42].

Les polyamides sont obtenus par polycondensation d'un acide aminé ou par ouverture d'un lactame avec 6, 11 ou 12 atomes de carbone.

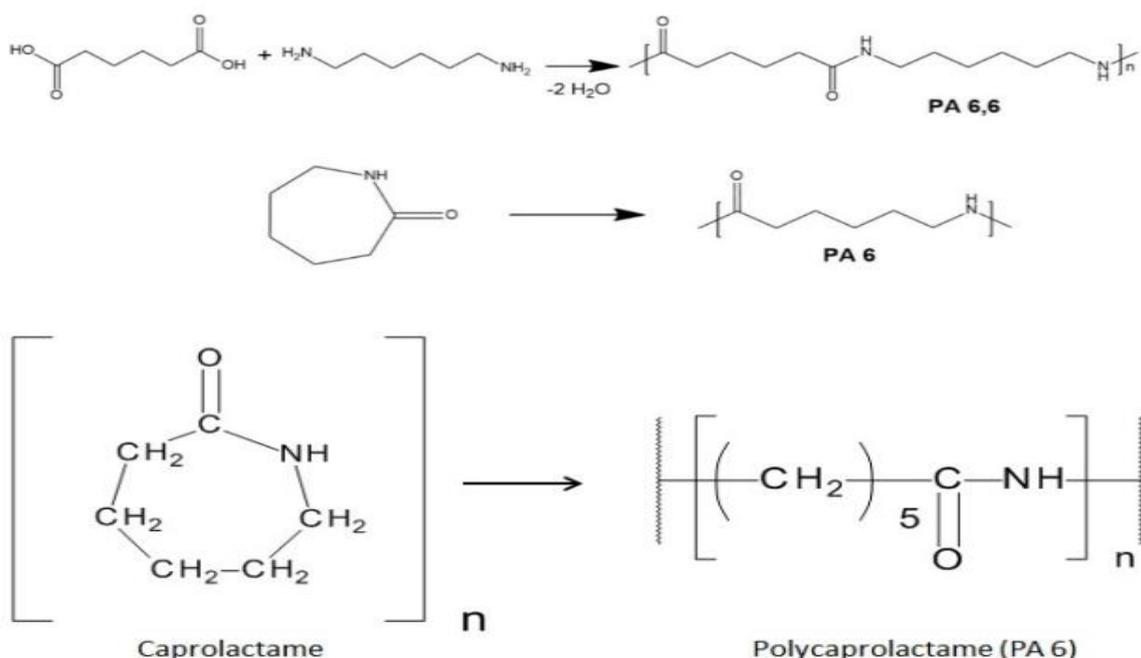


Figure I.6. Les polyamides PA6 et PA66 Bernier et al [43].

Les principaux matériaux et fibres à base de polyamides (PA) sont le nylon, le Perlon, le Rilsan et le Kevlar. Le nylon est un polyamide aliphatique formé par condensation à chaud d'une diamine, l'hexaméthylène diamine $H_2N-(CH_2)_6-NH_2$, et d'un acide, l'acide adipique $HOOC-(CH_2)_4-COOH$, chacun des réactifs ayant six atomes de carbone. Le terme nylon désigne aujourd'hui une famille de polyamides thermoplastiques, qui peuvent être des homopolymères formés par condensation d'unités identiques ou des copolymères composés d'unités différentes. Ces monomères peuvent être aliphatiques, semi-aromatiques ou aromatiques (comme les aramides). Les polyamides peuvent être amorphes, semi-cristallins, et présenter une cristallinité variable, ce qui leur confère une large gamme d'applications industrielles, notamment dans le secteur textile.

Tableau I.1. Principaux polyamides usuels (Norme T 50-001, 1972) Hafsaoui et al [44].

Préparation	Polyamides		
	Nom	Symbole	Formule
Polymérisation	Poly (Caprolactame)	PA6	$-NH-(CH_2)_5-CO$
Polycondensation d'un acide aminé	Poly (Undicanamide)	PA11	$-NH-(CH_2)_{10}-CO$
	Poly (Lauroamide)	PA12	$-NH-(CH_2)_{11}-CO$
Polycondensation d'un diacide avec une diamine	Poly (Hexaméthylèneadipamide)	PA6-6	$-NH-(CH_2)_6-NH-CO-(CH_2)_4-CO-$
	Poly (Hexaméthylènesébaçamide)	PA6-10	$-NH-(CH_2)_6-NH-CO-(CH_2)_8-CO-$
	Poly (Dodécadioatehexaméthylène diamine)	PA6-12	$-NH-(CH_2)_6-NH-CO-(CH_2)_{10}-CO-$

I.4.4. Caractéristiques des polyamides

Les caractéristiques finales du polymère synthétisé suscitent souvent des questions de la part des fabricants de pièces. Pour répondre aux exigences spécifiques des clients, les fabricants doivent ajuster les paramètres du processus de fabrication. Cela peut être accompli en utilisant les conditions de polymérisation appropriées. Parmi les paramètres clés influençant les propriétés finales du polymère PA6, on retrouve la masse molaire, le taux de cristallinité et le degré de conversion du monomère Barhoumi et al [40].

Ces polymères sont généralement semi-cristallins et offrent un équilibre optimal entre leurs propriétés mécaniques et chimiques. Les caractéristiques du matériau dépendent de la concentration en fonction amide et de la régularité de l'espacement entre les chaînes. La température de fusion (T_f) augmente avec la concentration en fonction amide, et elle est encore plus élevée lorsque le nombre de carbones dans les deux segments de la chaîne est pair dans le cas d'un dispositif $-(AA-BB)_n-$. Les polyamides sont des matériaux sensibles à l'humidité en raison de la présence de groupements polaires. Ils sont également légers, extensibles et imperméables. Cependant, leurs propriétés mécaniques et dimensionnelles

peuvent être modifiées en fonction des conditions de stockage et d'utilisation. De plus, les polyamides sont susceptibles à l'oxydation à haute température et présentent une résistance limitée au feu. Pour améliorer leur comportement face au feu, l'ajout d'ignifugeants, tels que des composés halogénés ou inorganiques, est une solution envisageable. Ces matériaux se distinguent par leur excellente résistance à l'usure, leur faible coefficient de friction et leurs performances mécaniques exceptionnelles. Selon le type de polyamide, l'absorption d'humidité peut varier, influençant ainsi leurs caractéristiques mécaniques.

À froid, la fibre de polyamide se défroisse facilement et présente un faible pouvoir d'absorption, ce qui permet un séchage rapide. Cependant, le polyamide est sensible à la température et se déforme sous l'action de la chaleur. En raison de ses propriétés électrostatiques, il a tendance à attirer les salissures. Son comportement viscoélastique est fortement influencé par l'écart entre sa température actuelle et celle de sa transition vitreuse. Cette transition est également affectée par le taux d'humidité relative auquel le polymère est exposé. Le polyamide atteint sa saturation en eau lorsque la concentration massique d'eau atteint 8,5 %. L'humidité influence divers aspects du polymère, notamment sa résistance à la fatigue, le déphasage et ses performances mécaniques Despringer et al [3].

a) Résistance chimique

En général, les polyamides (PA) présentent une bonne résistance chimique, bien que les acides et les alcools puissent provoquer une hydrolyse. L'impact des produits chimiques sur les polyamides augmente avec la température. Cela peut être dû à la réaction des produits chimiques avec les groupes fonctionnels du polymère ou à la diffusion du fluide dans le polymère, ou encore à une combinaison des deux. La cristallinité des PA joue un rôle crucial dans la diffusion et l'interaction des produits chimiques. En règle générale, une cristallinité plus élevée entraîne une réduction des interactions chimiques et une diminution du taux de diffusion des substances. Toutefois, la perméabilité des PA augmente avec l'humidité, car celle-ci augmente la mobilité des chaînes polymères, notamment dans la phase amorphe Barhoumi et al [40]. Il est crucial de trouver une solution qui préserve la structure chimique du polymère. Cependant, certains réactifs utilisés comme solvants peuvent agir comme des agents d'attaque chimique. Par exemple, les acides formiques et chloracétique, qui peuvent dissoudre les polyamides (PA), commencent par former des liaisons hydrogène avec les fonctions amides. À des températures élevées, ces solvants peuvent rompre ces liaisons, ce qui entraîne une dégradation chimique du polymère Carrega et al [33].

Les polyamides présentent une bonne résistance à de nombreux produits chimiques et sont insensibles aux huiles de lubrification, graisses, fluides hydrolytiques et de transmission, hydrocarbures, carburants, peintures, laques, produits cosmétiques ou alimentaires, ainsi qu'aux aldéhydes, cétones et esters. Cependant, ils se dissolvent dans l'acide formique, les phénols, les acides minéraux et les alcools fluorés. De plus, les PA sont particulièrement vulnérables aux attaques des sels métalliques Grigg et al, Hafsaoui et al [44, 45].

b) Propriétés thermiques

Les polyamides présentent une fusion nette et sont très fluides à l'état fondu. Bien qu'ils soient classés comme auto-extinguibles et largement utilisés dans l'industrie automobile, ils nécessitent des tests et contrôles rigoureux. Les points de fusion du PA6 (225°C) et du PA66

(255°C) dépendent des liaisons hydrogène entre les chaînes. Bien que ces deux polymères aient la même formule et densité, leurs températures de fusion diffèrent. Leur conductivité thermique est faible, environ $0,1 \text{ W.m}^{-1}\text{.K}^{-1}$, ce qui en fait de bons isolants, bien que l'ajout de charges puisse augmenter cette conductivité. Lors de la fusion, les polymères semi-cristallins montrent une variation de propriétés. Au-delà de la transition vitreuse, le matériau devient un liquide qui ne nécessite plus d'énergie pour cette transition. En moulage, les polymères amorphes se refroidissent plus rapidement que les semi-cristallins, ce qui influence les cycles de fabrication. Enfin, la transition cristal liquide/solide est moins énergétique que la transition liquide/solide, ce qui facilite le moulage des polymères en phase cristal liquide Carrega et al [33].

c) Propriétés diélectriques

Les polymères organiques sont généralement des isolants, mais ils peuvent devenir conducteurs en ajoutant des charges percolantes comme la poudre de graphite ou les fibres de nickel. Bien que leur conductivité de surface soit faible, elle suffit à permettre le passage des charges électriques, notamment grâce à des additifs antistatiques, souvent des substances organiques hydrophiles. La permittivité des polymères dépend de leur structure chimique : des groupements polaires ou polarisables augmentent cette permittivité. Lorsqu'un champ électrique alternatif est appliqué, des mouvements moléculaires génèrent de l'énergie qui se transforme en chaleur, ce qui entraîne une perte diélectrique. Cette perte, influencée par la fréquence, suit le principe de l'équivalence temps/température. Pour les applications électroniques, il est crucial que la permittivité soit faible (environ 2.5) et que les pertes diélectriques restent aussi faibles que possible (de l'ordre de 10^{-4}), tout en étant peu sensibles aux variations de fréquence Carrega et al [33]. Les PA sont utilisés comme isolants pour des tensions allant jusqu'à 600 volts et des fréquences inférieures à 400 Hz. La teneur en humidité affecte les pertes diélectriques.

I.4.5. Impacts négatifs du polyamide

Le polyamide, est un matériau synthétique largement utilisé dans l'industrie. Bien que le polyamide ait des avantages tels que sa résistance à l'usure, sa résistance à la déchirure et sa légèreté, les impacts négatifs du polyamide sont identiques à ceux des fibres synthétiques qui proviennent de la pétrochimie. Pour les hommes et pour la planète, ces fibres représentent un danger. Il présente également des impacts négatifs sur l'environnement et la santé:

- **Production énergivore :** La production de polyamide nécessite une grande quantité d'énergie, ce qui peut entraîner une émission de gaz à effet de serre et une consommation importante de ressources naturelles ;
- **Non biodégradable :** Le polyamide est un matériau synthétique qui ne se décompose pas facilement dans l'environnement, ce qui peut entraîner une accumulation de déchets plastiques dans les décharges et dans la nature ;
- **Pollution de l'eau :** La production de polyamide peut entraîner la libération de produits chimiques toxiques dans l'eau, ce qui peut avoir un impact négatif sur les écosystèmes aquatiques et la santé humaine ;

- **Impacts sur la santé :** Certains produits chimiques utilisés dans la production de polyamide peuvent être toxiques et causer des problèmes de santé chez les travailleurs de l'industrie textile et les consommateurs ;
- **Utilisation de ressources naturelles :** La production de polyamide nécessite des matières premières non renouvelables telles que le pétrole et le gaz naturel, ce qui peut avoir un impact négatif sur l'environnement.

Pour résumer, le polyamide présente des avantages en termes de performance, mais il a également des conséquences néfastes sur l'environnement et la santé. Des mesures sont actuellement prises, telles que le recyclage et le développement de polymères biodégradables, afin de réduire les impacts négatifs du polyamide et d'améliorer sa durabilité. Cependant, en raison de leur coût élevé, ces matériaux ne sont pas encore largement utilisés comme le polyéthylène et le polystyrène, qui sont disponibles à environ un tiers du prix des nylons.

I.4.6. Recyclage de polyamide

Le polyamide est une catégorie de polymères synthétiques largement utilisée dans la fabrication de fibres et de plastiques. Bien que le recyclage du polyamide soit un processus complexe, il est crucial pour réduire les déchets plastiques dans les décharges et préserver les ressources naturelles. Le véritable défi réside dans la capacité à anticiper et contrôler la durabilité de ce matériau en fonction des applications spécifiques. Bien que ces polymères soient souvent considérés comme plus écologiques, ils souffrent généralement de durabilités trop courtes, ce qui limite leur potentiel dans certains domaines d'application Halary et al [46]. Indépendamment de sa facilité technologique, le recyclage est évidemment d'autant plus rentable que le matériau concerné a un coût énergétique d'élaboration élevé et un prix spécifique important.

Le recyclage des polyamides entraîne une diminution du degré de polymérisation et un mélange difficile à contrôler de charges, colorants et additifs, ce qui limite leur utilisation à des applications courantes. Le principal obstacle à ce recyclage réside dans la difficulté de séparer les divers composants, car les techniques de récupération nécessaires varient. Dans le cas des composites ou des pièces multifonctions, un broyage fin est nécessaire pour un tri efficace, comme c'est le cas pour les composants électroniques. Les composites à matrice polymère peuvent être intégrés en tant que charges après broyage dans des matériaux composites de faible valeur ou utilisés comme combustibles Carrega et al [33].

Cependant, le recyclage du polyamide est un processus important pour réduire la quantité de déchets plastiques dans les décharges et préserver les ressources naturelles. En outre, le polyamide recyclé peut être utilisé pour créer de nouveaux produits de haute qualité, réduisant ainsi la demande de polyamide vierge et contribuant à la durabilité environnementale.

I.4.7. Domaines d'application des polyamides

1. **Fibres textiles :** Le PA6 est largement utilisé dans la production de fibres textiles pour la confection de vêtements, de tissus d'ameublement, de tapis, de sacs, de cordes et de toiles.

2. **Pièces moulées** : Le PA6 est un matériau courant pour la fabrication de pièces moulées telles que des engrenages, des roulements, des bagues d'étanchéité, des couvercles, des poignées, des boutons, des charnières, des vis, des écrous et des plaques.
3. **Films et feuilles** : Le PA6 est utilisé dans la production de films et de feuilles pour l'emballage alimentaire, les emballages industriels et les produits d'étanchéité.
4. **Industrie automobile** : est le secteur qui consomme le plus de polyamides, notamment le PA6, largement utilisé dans ce domaine. Au cours des vingt dernières années, la demande n'a cessé d'augmenter grâce au remplacement du métal, ce qui permet une réduction des coûts de production de 30 %. Ces polyamides sont utilisés pour fabriquer des pièces intérieures et extérieures telles que les revêtements de sièges, les garnitures de portes, les pare-chocs, les grilles, les pièces du moteur, ainsi que les boîtes à eau qui alimentent le faisceau de refroidissement du radiateur. Ces pièces en PA résistent à des températures allant jusqu'à 120 °C en présence d'un mélange antigel sous pression. On utilise également des enjoliveurs de roues en PA chargés de minéraux, des poignées de porte, des capotages de rétroviseurs extérieurs et des trappes à essence. La demande mondiale dans ce secteur devrait donc continuer à croître jusqu'à 4 % par an, même en cas de stabilité de l'industrie automobile [47].
5. **Équipements électriques** : Le PA6 est utilisé dans la production de composants électriques tels que les connecteurs, les boîtiers de fusibles, les interrupteurs, les prises et les câbles. Les grades non chargés sont utilisés comme attaches.
6. **Tubes et tuyaux** : Le PA6 est utilisé dans la production de tubes et de tuyaux pour les applications industrielles telles que les conduites d'eau et de gaz. Les polyamides renforcés de fibres de verre sont utilisés dans les jantes de roues des bicyclettes et des vélomoteurs.
7. **Autres applications** : Le PA6 est également utilisé dans des applications telles que les brosses à dents, les semelles de chaussures, les produits de sport, les jouets, les instruments médicaux et les équipements de jardinage.
8. **Fibres textiles** : Le PA6 est couramment utilisé dans l'industrie textile pour fabriquer des fibres utilisées dans la confection de vêtements, de tissus d'ameublement, de tapis, de sacs, de cordes et de toiles.

Les nylons ont trouvé de nombreuses applications dans le domaine de l'ingénierie mécanique. Parmi ces applications, on retrouve les engrenages, les cames, les bagues, les roulements et les sièges de soupapes. Les fermetures à glissière en nylon ont une durée de vie plus longue que les fermetures traditionnelles en tissu ou en métal. Les pièces mobiles en nylon ont l'avantage de pouvoir fonctionner sans lubrification et peuvent souvent être fabriquées en une seule pièce.

Diverses utilisations comprennent les moulages en nylon stérilisables dans le domaine médical et pharmaceutique, les peignes à cheveux en nylon, ainsi que le film de nylon utilisé pour l'emballage des produits alimentaires (Tels que les sachets de lait en films multicouches de LDPE/LLDP/PA6, avec une couche de PA6 comme barrière) et pharmaceutiques. Les lames de spatule et les cuillères en PA66 peuvent résister aux températures de cuisson les plus élevées. D'autres applications extrudées de nylons se présentent sous forme de mono

filaments, qui sont utilisés dans les sutures chirurgicales, le tuftage de brosses, les perruques, les équipements sportifs, le tressage, le rembourrage extérieur, la pêche à la ligne, ainsi que dans le domaine aérospatial et les raquettes de tennis.

I.4.8. Le polyamide et le verre

Le polyamide renforcé de verre est un composite constitué d'une matrice en polyamide (nylon) et de fibres de verre, qui peuvent être de différentes formes et tailles. Les fibres de verre augmentent la résistance et la rigidité du matériau, tandis que le polyamide offre une excellente résistance à l'usure, à la fatigue et aux produits chimiques.

Ce type de composite est couramment utilisé dans des applications variées, notamment dans l'industrie automobile pour fabriquer des pièces structurelles telles que les pare-chocs, les poutres de torsion, les collecteurs d'admission et les boîtes de vitesses. Il trouve également des applications dans les secteurs de l'électricité et de l'électronique pour la fabrication de connecteurs, de boîtiers et de composants moteurs.

Les principaux avantages des composites en polyamide renforcé de verre incluent leur légèreté, leur résistance aux chocs, à la corrosion et à la fatigue. Cependant, leur coût peut être plus élevé que celui des matériaux traditionnels tels que l'acier et le plastique. En fin de compte, le choix entre le polyamide renforcé de verre et d'autres matériaux dépendra des exigences spécifiques de l'application, des propriétés recherchées et des considérations économiques.

I.5. Charges minérales et additifs

Les charges utilisées dans les composites peuvent être d'origine naturelle, telles que les carbonates, le talc, le mica ou les bentonites, et possèdent diverses formes (sphériques, plaquettes de mica, montmorillonite, fibres d'amiante). D'autres charges sont synthétiques, comme les poudres de silice amorphe, le dioxyde de titane, les billes de verre ou les fibres courtes de verre et de carbone, obtenues par coupe de fibres continues industrielles. La taille et la régularité de ces charges sont garanties par des procédés industriels spécifiques.

Les charges subissent des traitements de surface pour deux raisons principales :

- Faciliter leur manipulation et dispersion, notamment par enduction des fibres.
- Modifier leur surface physico-chimique pour garantir une bonne cohésion entre la charge et la matrice polymère, ce qui permet une transmission efficace des efforts entre les deux.

Les charges jouent un rôle varié : elles permettent de réduire le coût en remplissant un volume à moindre prix si elles sont moins chères que le polymère, et elles peuvent également influencer les propriétés du matériau, comme le module, la dureté ou la résistance à l'usure. La plupart des charges, à l'exception du carbone et des fibres polymères organiques, ont une densité plus de deux fois supérieure à celle des polymères organiques, ce qui augmente la densité du matériau. Cette caractéristique peut être avantageuse ou désavantageuse, selon l'objectif recherché. Les charges ont généralement des modules mécaniques (traction, compression et flexion) supérieurs à ceux du polymère, ce qui conduit à un renforcement global du mélange Carrega et al [33].

Les charges, généralement sous forme de fragments, de poudres ou de liquides, sont ajoutées à la résine afin d'améliorer les propriétés mécaniques. Elles peuvent être minérales, organiques (Végétales ou synthétiques) ou métalliques, et sont utilisées de manière similaire aux plastiques "Traditionnels". Des charges non-renforçantes peuvent également être utilisées pour réduire les coûts des matrices. Des additifs, tels que des colorants ou des agents de démoulage, sont largement utilisés lors de la conception de structures composées de matériaux composites Latifa et al [34].

Il existe différents types d'additifs pour les polymères, qui permettent de les protéger contre les rayons du soleil en ajoutant des agents anti-UV, d'améliorer leurs propriétés de résistance au frottement en incorporant du MoS₂, du graphite et des huiles. De plus, ces additifs sont utilisés pour renforcer la résistance aux chocs et les propriétés électriques en renforçant les fibres de verre courtes (200 µm à 3 mm) et pour améliorer la stabilité dimensionnelle en ajoutant des charges minérales telles que le talc, la wollastonite (CaSiO₃) ou le kaolin calciné Hafsaoui et al [44].

I.5.1. Utilisation des verres

Le verre est produit en mélangeant du sable, du calcaire et de la soude caustique pour former du verre fondu, il prend ensuite plusieurs formes en fonction des besoins et de l'utilisation, ainsi les exigences d'utilisations contrôlent un ensemble d'ajouts pour améliorer certaines propriétés.

Tableau I.2. Composition chimique principale des verres-E Benarbia et al [37].

Oxyde	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O ₃	B ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂
Pourcentage	53-55	14-15	17-23	1	0.8	0-8	0.3	0.5

Tableau I.3. Caractéristiques de fibre de verre type E.

Caractère	Fibre de verre type E
Diamètre (µm)	10.00
Densité (g.cm ⁻¹)	2.54
Module de traction (GPa)	72.40
Résistance en traction (MPa)	1725.00
Module de poisson	0.22
Coefficient d'expansion thermique (°C ⁻¹)	5.10-6.00
Conductivité thermique (W/m.°c)	1.04
Résistivité (Ω.cm)	0.10

I.5.2. Historique de verre

Le verre a une histoire fascinante remontant à plus de 5 000 ans :

- Vers 3500 av. J.-C., les Égyptiens ont commencé à fabriquer du verre en utilisant des techniques de base de fusion du sable à haute température. Ils ont créé des bijoux en verre, des perles et des décorations pour leurs temples et leurs maisons ;

- Au 1er siècle av. J.-C., les Romains ont développé des techniques plus avancées pour la fabrication du verre, y compris la soufflerie de verre, qui est devenue la méthode de production dominante pendant de nombreux siècles. Les Romains ont également utilisé le verre pour les fenêtres, les mosaïques, les récipients de stockage et de nombreux autres produits ;
- Au Moyen Âge, la production de verre s'est répandue en Europe, et les artisans ont commencé à produire du verre de haute qualité pour les églises et les maisons aristocratiques. Les verriers italiens sont devenus célèbres pour leur production de verre soufflé de qualité supérieure ;
- Au 19ème siècle, les techniques de fabrication du verre ont continué à évoluer, avec l'introduction de fours plus efficaces et de machines de fabrication pour les bouteilles et autres récipients en verre. Le verre est devenu un matériau populaire pour les fenêtres, les miroirs, les lampes et de nombreux autres produits ;
- Au 20ème siècle, la production de verre a continué de croître avec l'augmentation de la demande pour les emballages en verre, les téléviseurs, décoration, automobiles, l'industrie pharmaceutique...etc.

I.5.3. Type de renfort de verre

a) Fibres de verres

Les fibres de verre sont produites en étirant du verre fondu à l'aide de roues tournantes. Pour assurer la solidité et la durabilité du matériau, ces fibres sont ensuite recouvertes de résine époxy ou de polyester. Les fibres de verre, en raison de leur résistance supérieure à celle de la matrice, apportent une grande rigidité et résistance mécanique au matériau. Parmi leurs principaux avantages figurent leur légèreté, leur résistance à la traction et à la corrosion, leur capacité d'isolation électrique et leur flexibilité dans les processus de mise en forme. Le marché des fibres de verre est principalement dominé par le type E, constitué d'un verre alumine-borosilicate contenant moins de 1 % d'oxydes alcalins. D'autres types importants de fibres de verre incluent les types R et D, qui sont respectivement utilisés dans les composites haute performance et dans la fabrication de circuits imprimés en raison de leurs propriétés diélectriques Despringer et al [3].

b) Particule de verre

Les particules de verre sont de petits morceaux solides de forme irrégulière qui sont fabriqués à partir de verre broyé et peuvent avoir des tailles allant de quelques microns à quelques millimètres. Elles sont utilisées dans diverses applications, notamment dans la fabrication de matériaux de construction, de produits réfractaires, de revêtements, de produits de polissage, de produits abrasifs, de produits de filtration et de produits composites.

Ces particules de verre sont souvent utilisées dans la production de béton et de mortier afin d'améliorer les propriétés mécaniques du matériau, telles que la résistance à la traction, la résistance à la compression et la résistance aux chocs. Elles sont également utilisées dans la fabrication de composites renforcés de verre, tels que les panneaux de carrosserie, les tuyaux et les réservoirs, qui sont utilisés dans les secteurs de la construction, de l'automobile et de

l'aérospatiale. Les particules de verre peuvent également être utilisées dans la production de produits de filtration pour l'industrie alimentaire et pharmaceutique, ainsi que pour la filtration de l'eau et de l'air. Elles sont également utilisées dans la production de produits de polissage, de revêtements anti-rayures et de produits abrasifs pour le polissage des surfaces métalliques et des verres.

c) Poudre de verre

Le verre en poudre est un matériau finement broyé, composé de particules de verre très petites, qui peut être utilisé dans diverses applications, telles que la fabrication de céramiques, de bétons, de peintures, de revêtements, de produits réfractaires et d'autres produits composites. On utilise également la poudre de verre pour fabriquer des produits abrasifs, des produits de polissage et des revêtements anti-rayures.

La poudre de verre présente de nombreux avantages, tels qu'une grande résistance à la corrosion, une faible conductivité thermique et électrique, une grande dureté, une faible expansion thermique, une grande stabilité chimique et une grande résistance à l'usure. Cependant, la poudre de verre est généralement moins résistante aux chocs que le verre brut en raison de sa structure fine et de sa fragilité accrue.

I.5.4. Recyclage de verre

Le recyclage du verre est un processus essentiel pour réduire la quantité de déchets dans les décharges et préserver les ressources naturelles. C'est une méthode efficace pour réduire les émissions de gaz à effet de serre liées à la fabrication de nouveaux produits en verre. De plus, le verre est 100% recyclable et peut être recyclé à l'infini sans perdre ses propriétés.

I.6. Composites à base de polyamide et renfort de verre

Un composite est un matériau fabriqué en combinant deux ou plusieurs matériaux différents, appelés phases, afin de créer un matériau plus résistant et plus léger que les matériaux individuels. Les composites sont généralement composés d'une matrice, qui est la phase continue, et d'un renfort, qui est la phase discontinue. La matrice maintient les renforts en place et assure les transferts de charge, tandis que les renforts apportent principalement leurs caractéristiques mécaniques élevées. L'objectif de cette association est d'obtenir un matériau dont les propriétés spécifiques sont supérieures à celles des composants pris séparément. Le concept de matériau composite permet donc de concevoir un matériau avec les caractéristiques recherchées en choisissant les constituants, leurs proportions, ainsi que la forme, les dimensions et la disposition des renforts Latifa et al, Shiekh et al [34, 48].

Les composites présentent de multiples avantages, tels qu'une résistance élevée, une légèreté remarquable, une résistance à la corrosion, une faible dilatation thermique, une grande résistance aux chocs et aux vibrations. Ils sont largement utilisés dans divers secteurs industriels, notamment l'aérospatiale, l'automobile, la construction, l'énergie éolienne, les sports et loisirs, ainsi que dans de nombreux autres domaines où la combinaison de légèreté et de résistance est primordiale.

Les polymères peuvent être modifiés dans leurs propriétés physiques, mécaniques et chimiques grâce à l'ajout de charges. Ces charges sont souvent utilisées pour renforcer la résistance à la traction, la rigidité, la dureté, la résistance à l'abrasion, la résistance chimique, la conductivité thermique et électrique des polymères, ainsi que pour modifier leur apparence visuelle.

Il existe différents types de charges, tels que les fibres, les poudres, les granules, les particules, les billes, les lamelles, etc. Les charges les plus couramment utilisées comprennent les fibres de verre, les charges minérales telles que le talc, la silice et le carbonate de calcium, les charges organiques telles que la cellulose, les charges métalliques telles que le zinc et le cuivre, ainsi que les charges conductrices telles que le graphite et le carbone.

Il est possible d'ajouter des charges aux polymères lors de leur fabrication ou après leur production. Par exemple, lors du moulage par injection d'une résine thermoplastique, des charges peuvent être ajoutées. La concentration des charges peut varier en fonction de l'application spécifique du polymère.

Les charges sont souvent utilisées pour améliorer les propriétés des polymères, mais il est important d'évaluer attentivement leur utilisation en fonction des exigences spécifiques de l'application et des impacts environnementaux potentiels.

Le verre peut servir de renfort dans les composites, connus également sous le nom de composites renforcés de verre (CRV) ou de composites en fibre de verre. Les composites renforcés de verre sont fabriqués en associant généralement, des fibres de verre à une matrice polymère, créant ainsi un matériau léger, résistant et durable.

Le verre utilisé dans les composites peut prendre différentes formes telles que le tissu, le mat, le ruban, la fibre continue ou courte, les particules ou la poudre. La matrice utilisée peut être une résine thermoplastique ou une résine thermodurcissable. Les composites renforcés de verre sont largement utilisés dans l'industrie de la construction pour la fabrication de coques de bateau, de ponts, de tours de transmission, de pales d'éoliennes, de piscines, de réservoirs de stockage, ainsi que dans l'industrie automobile pour la fabrication de pièces de carrosserie légères et résistantes. Ils sont également utilisés dans l'aérospatiale pour la fabrication de pièces de fuselage, d'ailes et d'autres composants. Les avantages des composites renforcés de verre incluent leur résistance à la corrosion, leur légèreté, leur résistance aux chocs et leur durabilité.

I.7. L'influence de la vitesse de déformation sur le comportement mécanique des matériaux

En général, les conditions d'essais initiales influencent fortement le comportement d'un matériau. En effet, les paramètres du comportement d'un matériau dépendent de la façon dont les essais sont effectués et interprétés. La dépendance est due à la non-homogénéité des champs de contraintes et de déformations. De plus, l'étude du comportement des composites est complexe en raison de sa forte dépendance aux conditions des essais de caractérisation. Les conditions initiales, les conditions aux limites, la taille des échantillons, la minéralogie du

matériau et la vitesse de sollicitation influencent la réponse des échantillons Ammeri et al [49].

Le comportement de la matrice polyamide intègre une composante visqueuse, ce qui la rend sensible à la vitesse de sollicitation. La température influence directement la viscosité du matériau, déterminant son état vitreux, caoutchouteux ou de transition entre les deux. De manière similaire, l'humidité impacte la température de transition vitreuse, modifiant ainsi les propriétés mécaniques du polyamide Jégou et al, Ksouri et al, Regrai et al [27, 32, 50]. Ces trois facteurs influencent de manière décisive les propriétés mécaniques du polyamide (PA). La littérature rapporte en détail l'effet de la vitesse de déformation et de la température sur le comportement mécanique de ce matériau composite. De nombreux chercheurs ont mené des essais thermomécaniques et tracé des courbes contrainte-déformation du PA6 pur pour différentes vitesses de déformation et températures. Ces études ont porté sur l'évolution de propriétés mécaniques telles que le module d'Young, la contrainte, et l'élongation à rupture. Elles ont également examiné l'impact de la vitesse en fonction de l'orientation des fibres dans les composites PA renforcés, ainsi que l'influence de la température autour de la transition vitreuse selon l'orientation des fibres Ammeri et al [49].

Une vitesse de déformation lente ou une température élevée réduit les propriétés mécaniques du matériau. Une déformation lente favorise la relaxation et augmente l'impact de la viscosité, tandis qu'une température élevée rapproche le matériau de son état caoutchouteux, entraînant une chute du module de traction. Ces effets similaires permettent d'utiliser une équivalence temps-température pour modéliser ces influences simultanément Despringre et al [3].

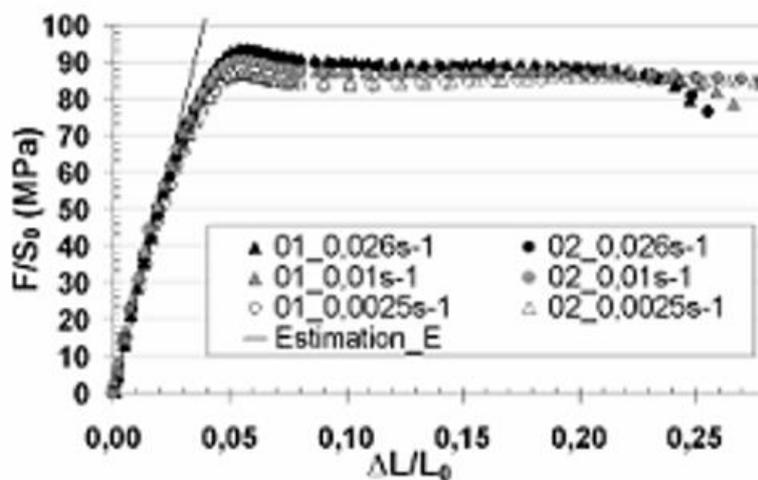


Figure I.7. Courbes de traction à différentes vitesses de déformation Regrain et al [27].

La **Figure I.7** illustre que la vitesse de sollicitation influe sur deux aspects principaux : le seuil du plateau viscoplastique diminue avec la vitesse (**Fig.I.8**), tout comme la limite à rupture. Une sollicitation lente, à température constante, favorise une réorganisation macromoléculaire plus aisée qu'à vitesse élevée. En conséquence, le module augmente avec la vitesse, tandis que l'allongement maximal diminue.

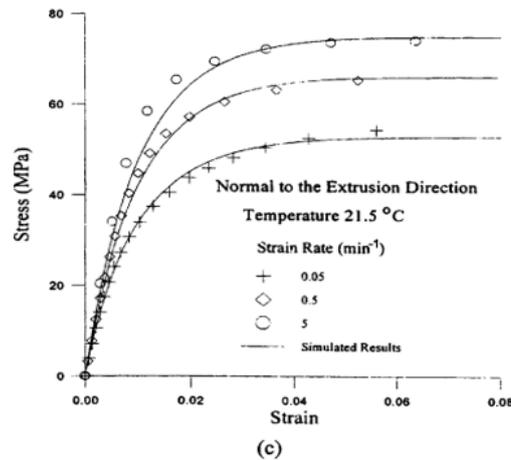


Figure I.8. Effets de la vitesse de déformation sur le traction de polyamide renforcé par des fibres courtes de verre Wang et al [51].

Conclusion

Durant ce premier chapitre, nous avons analysé la composition des polymères formés par des macromolécules de masse molaire élevée, avec une répétition d'unités monomères. La connaissance des structures chimiques et de l'organisation des polymères facilite la compréhension de leurs comportements mécaniques et de leurs propriétés en solution. Le PA6 est un nylon thermoplastique. Les polyamides sont des polymères synthétiques obtenus par polymérisation d'amides. Les polyamides sont très résistants mécaniquement et aux agressions extérieures. Ils sont utilisés dans divers domaines industriels. Il est possible de recycler divers matériaux tels que le verre, le plastique (polymères et polyamide). Cependant, le recyclage diminue les émissions de gaz et la pollution de l'air et de l'eau liées à la fabrication de nouveaux matériaux. De plus, le recyclage peut être entravé par des obstacles comme les coûts, la qualité des matériaux recyclables et la disponibilité des infrastructures dans certaines régions. Une synthèse sur l'influence de quelques paramètres tels que la température, l'humidité et la vitesse de déformation sur les propriétés des polymères a été également réalisée.

CHAPITRE II :
MATÉRIAUX & MISE EN
FORME

Introduction

Nous allons décrire en premier lieu les deux matériaux de base, à savoir la matrice Polyamide PA6 et le renfort en particules de verre recyclé (PVR). Ensuite, nous présenterons la technique de mise en forme ainsi que les moyens utilisés. Il est important de noter que les particules de verre recyclé seront utilisées sous forme de particules quasi sphériques avec une fraction massique de 20%, avec différents diamètres, tandis que le Polyamide PA6 sera sous forme de granulée. De plus, la technique de mise en forme du composite sera décrite, avec une attention particulière portée à l'optimisation des paramètres tels que le temps de maintien, la température et la pression. Les propriétés des composants serviront à définir les conditions initiales de fabrication. Un premier ensemble de plaques composites, constitué de PA6 et de particules ou de poudre de verre recyclé, sera élaboré. Les paramètres de mise en œuvre seront ensuite ajustés pour obtenir les meilleures performances mécaniques du matériau composite.

Ce chapitre vise à développer un matériau composite innovant utilisant le polyamide PA6, un polymère thermoplastique, comme matrice renforcée par des particules de verre recyclé. Le matériau est conçu au laboratoire de Génie Mécanique de l'Université de Biskra. L'intégration de particules de verre recyclé est envisagée pour améliorer les propriétés mécaniques du composite. Pour cela, différentes tailles de particules (0,08, 0,315, 0,5 et 1 mm), obtenues par broyage et tamisage, sont utilisées afin d'évaluer leur influence sur le comportement mécanique à long terme du matériau élaboré.

II.1. Mise en forme des composites

La réalisation de matériaux composites à matrice thermoplastique, qu'ils soient chargés ou non, implique généralement plusieurs étapes clés : l'extrusion, qui permet de mélanger les deux composants ou plus à l'état fondu, suivi de la découpe en granulés (compounds), puis de la compression pour obtenir des plaques, et enfin de l'extraction d'échantillons (éprouvettes) pour effectuer les différents tests. Les conditions de mise en forme sont choisies de manière à homogénéiser la dispersion et la répartition des particules dans la matrice polymère, sans altérer ni la matrice ni les particules.

Lors de la mise au point du procédé pour l'industrialisation d'une pièce, plusieurs paramètres peuvent être ajustés pour optimiser la fabrication. Les principaux incluent la course de dosage, la vitesse de rotation de la vis, la température de fusion du polymère, la température du moule, la pression de maintien, le temps de maintien et le temps de refroidissement. Certains paramètres sont directement liés à la conception de la pièce et du moule, et leur modification peut être coûteuse, voire impossible. Une maîtrise efficace du procédé permet de limiter l'apparition de défauts tels que le givrage, les retassures, les brûlures, la dégradation ou l'oxydation de la matrice. Ces défauts peuvent souvent être atténués par des ajustements des paramètres de conception et un bon étuvage des granulés. Cependant, des phénomènes comme la cristallisation de la matrice, l'anisotropie de la matrice ou la densité locale des renforts sont souvent négligés, bien qu'ils influencent les propriétés du matériau. D'autres phénomènes tels que le retrait volumique, l'orientation des fibres, les fronts de recollement et

les lignes de soudures dépendent du trajet de la matière dans le moule et sont étroitement liés à la conception de la pièce et à l'outillage Jégou et al [32].

II.2. Moulage par compression à chaud

Il existe plus de 20 techniques de transformation des matériaux, dont les plus courantes incluent l'injection (et l'injection soufflage), l'extrusion (et l'extrusion gonflage), le calandrage, l'enduction, l'expansion, la compression, le thermoformage, la pultrusion (pour la production continue de tubes), la stratification, et bien d'autres. Parmi celles-ci, le moulage par compression à chaud est une technique largement utilisée pour la fabrication de pièces en plastique ou en caoutchouc de haute performance. Elle est fréquemment employée dans des secteurs industriels tels que l'aérospatiale, l'automobile, l'électrique et l'électronique, ainsi que dans la production d'équipements sportifs et de loisirs.

Le procédé de moulage par compression à chaud implique la préparation d'un polymère ou d'un matériau en caoutchouc sous forme de granulés ou de plaques. Ensuite, le matériau est placé dans un moule chauffé à une température spécifique. Après avoir fermé le moule, une pression est appliquée, ce qui permet au matériau de se ramollir et de prendre la forme du moule. La chaleur et la pression sont maintenues pendant un certain temps afin de permettre au matériau de durcir et de prendre la forme du moule.

Le moulage par compression est une technique traditionnelle, particulièrement utile et rentable pour la fabrication de composants de grande taille et en faible quantité. Il est fréquemment utilisé pour produire des joints d'étanchéité de gros diamètre dans le domaine pétrolier ou pour créer des pièces prototypes massives destinées à l'usinage. Les avantages du moulage par compression par rapport au moulage par injection sont les suivants :

- Faible investissement en équipements et en outillage.
- Possibilité de mouler des composants massifs et de grande taille (contrairement au moulage par injection, qui est généralement limité à des épaisseurs de 15 à 20 mm).

Le moulage par compression présente plusieurs avantages par rapport à d'autres techniques. Il permet la production de pièces de grande taille et aux formes complexes, tout en offrant des propriétés mécaniques élevées. Cette méthode est compatible avec une large gamme de matériaux, y compris des composites renforcés de fibres, des mélanges de caoutchouc et de thermoplastiques, ainsi que des résines thermodurcissables. Cependant, son principal inconvénient réside dans sa faible productivité. En effet, le refroidissement est plus lent que dans le moulage par injection, ce qui peut entraîner une cristallinité plus élevée et affecter les propriétés mécaniques des matériaux. De plus, le moulage par compression à chaud peut être complexe et coûteux, nécessitant des moules et équipements de haute qualité. Il requiert également une maîtrise précise du contrôle de la température et de la pression, ainsi qu'un choix soigné des matériaux et de la conception des moules.

II.3. Matériaux de base

II.3.1. Polyamide PA6

Dans notre étude, nous avons utilisé le polyamide (PA6) de la marque commerciale DOMO DOMAMID 6MV de DOMO Engineering Plastics sous forme granulaire, comme matrice. Les informations essentielles concernant ce matériau sont résumées dans le tableau suivant (**Tableau II.1**), qui est inclus dans le dossier technique fourni par le fournisseur (**Figure. II.2**).

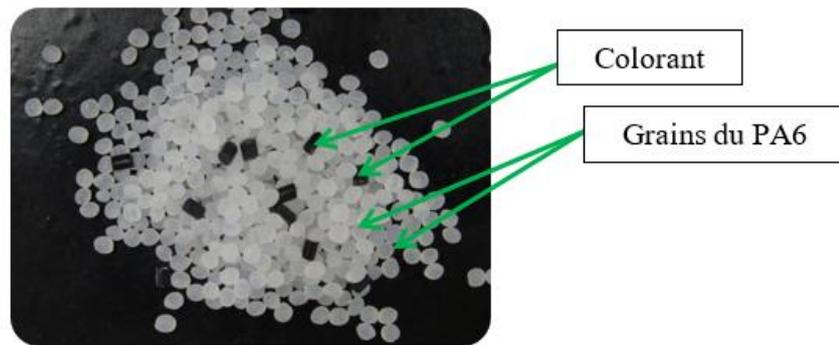


Figure II.1. Polyamide DOMO DOMAMID 6MV de DOMO Engineering Plastics

Le polyamide PA6 est un polymère thermoplastique de grande consommation, constitué d'une chaîne polymère composée d'atomes de carbone, d'azote et d'oxygène. Très utilisé, notamment dans l'industrie automobile, il est semi-cristallin et sensible à l'humidité en raison des groupes polaires présents dans sa structure. Une exposition à des conditions de stockage inadéquates peut altérer ses propriétés mécaniques et dimensionnelles. Par ailleurs, ce matériau peut subir une oxydation lorsqu'il est soumis à des températures élevées. Il est donc recommandé de sécher le polyamide avant son utilisation pour limiter ces effets.

Tableau II.1. Les caractéristiques de PA.

Propriétés	Valeurs
Densité	1.14 g/cm ³
Absorption d'humidité	3%
Résistance à la traction	80MPa
Module d'élasticité à la traction	3200MPa
Résistance au choc	≥3 kJ/m ²
Dureté à bille	170MPa
Température de fusion	220°C

DOMO® Engineering Plastics

Technical Data Sheet



The strength of chemicals.

DOMAMID® 6MV

(DOMAMID AQL34)

Polyamide 6, medium viscosity, for injection moulding

20.04.2016

TYPICAL PROPERTIES	CONDITION	STANDARD	UNIT	VALUE
PRODUCT IDENTIFICATION				
ISO 1043 abbreviation		ISO 1043		PA6
ISO 1874-1 designation		ISO 1874-1		PA6,M,18-030
PHYSICAL				
Density		ISO 1183	[g/cm ³]	1,1
RHEOLOGICAL				
Viscosity number	96% H2SO4	ISO 307	[ml/g]	200
MECHANICAL				
Tensile modulus	1 mm/min	ISO 527	[MPa]	2900
Tensile strain at break	50 mm/min	ISO 527	[%]	40
Tensile stress at yield	50 mm/min	ISO 527	[MPa]	80
Flexural modulus	2 mm/min	ISO 178	[MPa]	2700
Flexural strength	2 mm/min	ISO 178	[MPa]	95
Charpy notched	+23 °C	ISO 179/1eA	[kJ/m ²]	5,5
Izod impact notched	+23 °C	ISO 180/1A	[kJ/m ²]	5,5
Hardness Rockwell		ISO 2039/2	[ScaleR]	120
THERMAL				
Melting point	DSC	ISO 11357-1	[°C]	221
Heat Deflection Temperature (HDT-B)	0,45 MPa	ISO 75	[°C]	180
Heat Deflection Temperature (HDT-A)	1,80 MPa	ISO 75	[°C]	70
VICAT softening temperature	50°C/h - 50N	ISO 306	[°C]	205
ELECTRICAL				
Volume resistivity		IEC 60093	[Ω·cm]	10 ¹⁵
Surface resistivity		IEC 60093	[Ω]	10 ¹³
Comparative Tracking Index (CTI)	Solution A	IEC 60112	[V]	600
BURNING BEHAVIOUR				
Flammability	0,8 mm	UL 94	[Class]	HB
Glow Wire Flammability Index (GWFI)	1 - 3 mm	IEC 60695-2-12	[°C]	850-960
Burning rate (FMVSS)		FMVSS 302	[mm/min]	< 100

Figure II.2. Fiche technique du fournisseur de PA6.

II.3.2. Verre à vitre

Le premier chapitre a traité du processus industriel de recyclage du verre, qui englobe toutes les étapes suivies dans les grandes usines, de la collecte à la consommation. Cependant, dans ce chapitre, nous nous concentrerons uniquement sur les premières étapes du processus de recyclage du verre, car nous n'avons pas besoin de le faire fondre et de le remodeler. Au lieu de cela, nous devons l'utiliser sous forme de particules ou de poudre de différentes dimensions, afin de le mélanger avec du polyamide et de former notre propre composite.

a) Collecte du verre

Les plaques et le déchet de verres de vitrage sont collectés tout simplement de l'environnement ; l'abondance est l'un des avantages les plus importants qui nous a fait choisir cet élément. Ici les déchets de verre sont de couleur transparente **Figure II.3**, afin de faciliter l'observation (Visuelle ou d'utiliser le microscope) après le processus de mélange et la mise en œuvre de composite.



Figure II.3. Déchets de verre.

Dans les pays développés, où le tri des déchets est devenu un processus de routine, même ceux provenant des décharges domestiques. Cela donne une facilité de collecte du verre dans le système, de l'abondance, et une augmentation de la quantité de manière spontanée. Il n'y aura pas beaucoup de pertes, que ce soit dans l'environnement ou dans la mer.

Le verre collecté est disponible en grande quantité dans de nombreux endroits tels que les chantiers, les menuiseries, les décharges et les usines de verre (Sous forme de pièces déformées et négligées). Tout d'abord, il doit être nettoyé de la poussière et des impuretés en suspension. Dans les grandes usines de recyclage du verre, le tri et le nettoyage sont effectués de manière plus complexe et semi-automatique.

b) Broyage de verre

Le broyeur planétaire PULVERISETTE 6 classique (**Figure II.4**) offre une utilisation universelle pour le broyage rapide d'échantillons inorganiques et organiques, que ce soit en voie humide ou en voie sèche, à des fins d'analyse, de contrôle qualité, de test de matériaux ou de mécano synthèse. En outre, la PULVERISETTE 6 est également utilisée pour mélanger et homogénéiser des échantillons secs, des émulsions ou des substances pâteuses.

L'échantillon est broyé et concassé dans un bol grâce à des billes de broyage. Les forces centrifuges exercées sur le contenu du bol, composé de l'échantillon et des billes de broyage, sont créées par la rotation du bol autour de son axe et la rotation du disque support. Les sens de rotation du bol et du disque support sont opposés l'un à l'autre, ce qui entraîne des forces centrifuges alternativement de même sens et de sens contraire. Cela provoque un déplacement des billes de broyage le long de la paroi intérieure du bol, créant ainsi un effet de friction, ainsi qu'un rebond des billes de broyage sur la paroi opposée du bol, créant un effet d'impact. L'effet d'impact est renforcé par la collision des billes de broyage entre elles, comme illustré dans la **Figure II.5**. De plus, un joint hermétique entre le couvercle et le bol de broyage garantit un broyage sans perte.

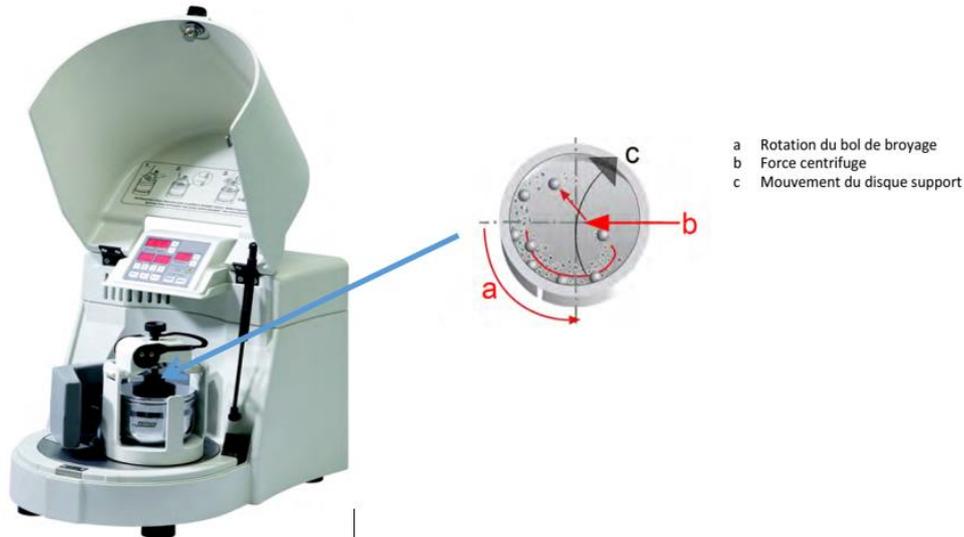


Figure II.4. Machine et Fonctionnement de mono broyeur planétaire.

Nous fournissons la matière première (le verre), puis nous le brisons à l'aide d'un marteau. Après avoir cassé et fragmenté le verre, nous broyons les éclats de verre en poudre en utilisant trois grosses billes (**Figure II.5**). L'opération de broyage se déroule en deux étapes, chaque étape dure cinq minutes avec une vitesse de 290 Tr/min. Ainsi, nous obtenons une poudre de verre avec différentes tailles.



Figure II.5. Eléments du broyeur et les paramètres de l'utilisation.

c) Tamisage

Une tamiseuse à vibrations a été utilisée dans cette étude, étant l'équipement le plus couramment employé en recherche pour la séparation et l'analyse granulométrique. Il s'agit d'un modèle classique où un entraînement électromagnétique déplace les tamis de manière verticale en générant un mouvement oscillant. Le produit à tamiser est périodiquement projeté en l'air par les toiles des tamis, avant de retomber sous l'effet de la gravité à travers les mailles. Le mouvement vertical, régulé, garantit que toutes les forces agissent dans la direction de séparation des tamis, indépendamment du coefficient d'accélération vertical. Un moteur équipé d'un balourd à mouvement opposé génère un régime vibratoire optimal du

tamis fixé sur un plateau porteur. Ce régime vibratoire induit également des déplacements des particules dans le plan horizontal, permettant ainsi des changements de direction constants, ce qui réduit le temps de tamisage tout en améliorant la précision du fractionnement.

Nous mettons les particules de verre dans le tamis, en choisissant les diamètres 0.08, 0.315, 0.5, et 1mm. Après avoir fixé les tamis, nous faisons fonctionner l'appareil pendant 10 min à une vitesse modérée (**Figure II.6.a**).



(a)



(b)

Figure II.6. a) Appareil de tamisage. b) Différents tailles de particules du verre recyclé.

II.4. Préparation du mélange

De point de vue quantitatif, nous utilisons dans la suite de notre étude, plutôt la fraction volumique en fibre V_f exprimée en % au lieu de la fraction massique W_f . Cette dernière est donnée par la relation suivante:

$$W_f = \frac{m_f}{m_c} = \frac{\rho_f \cdot v_f}{\rho_c \cdot v_c} = \frac{\rho_f}{\rho_c} \cdot v_f \quad (\text{II.1})$$

$$v_f = \frac{\rho_f}{\rho_c} \cdot W_f \quad (\text{II.2})$$

Avec:

ρ_c et ρ_f sont respectivement les masses volumiques du composite et de la fibre;

v_c et v_f sont respectivement les volumes du composite et de la fibre;

m_c et m_f sont respectivement les masses de composite et de la fibre.

Sachant que :

$$W_f = \frac{m_f}{m_c} \quad (\text{II.3})$$

$$W_f = \frac{m_f}{m_{m+mf}} \quad (\text{II.4})$$

Une fraction massique de 20% de particule de verre a été choisie pour toute la gamme des composites à base de polyamide. Notre choix basée sur quelque exemples de même valeur de

fraction comme le produit fourni par le fabricant WanHan Plastic PA6 GF20 et le travail de Atidal et al[52]. Les poids sont calculés et récapitulés sur le tableau II.2.

Tableau II.2. Diamètres et masse de PA6 et particules de verre.

Diamètre (mm)	0.08	0.315	0.5	1
m_m (g)	776	970	970	970
m_f(g)	200	250	250	250

La fabrication du plastique permet de façonner et de mouler les matières plastiques sous différentes formes. Partout où vous allez, vous pouvez voir des objets en plastique de différentes formes et tailles. C'est une industrie très utile car sans elle, nous ne pourrions pas profiter du luxe d'avoir des produits en plastique. Il existe différents types de méthodes de fabrication du plastique, car le plastique existe également en différents types et aucune méthode ne peut gérer tous les types avec succès. Il existe également des méthodes de fabrication aussi capables de renforcer les plastiques.

II.5. Mise en forme par compression à chaud

II.5.1. Séchage et malaxage

Le polyamide est une substance plastique qui peut absorber l'humidité en cas d'exposition à l'air ambiant. Une étuve de laboratoire **Figure II.7.** a été utilisée pour sécher complètement les granulés de polyamide afin d'éviter toute dégradation de la qualité du produit final. Le séchage est effectué à une température de 80°C pendant deux heures. Ensuite, les particules de verre sont malaxées avec les granulés de polyamide 6.



Figure II.7. Etuve de laboratoire.

II.5.2. Extrusion

II.5.2.1 Description du processus

L'extrusion est une étape clé dans la préparation du matériau composite sous forme de granulés, réalisée à l'aide d'une machine appelée extrudeuse. L'extrudeuse (**Figure II-8**) ressemble à une presse à injecter, mais sa principale différence est qu'elle fonctionne de manière continue. Elle pousse la matière fondue à travers une filière, une partie métallique

comportant un "trou" dont la forme définit celle des profilés à obtenir. Une fois extrudé, le produit est refroidi soit dans un bain d'eau, soit à l'air libre, puis découpé en granulés.

Les variables du processus de durcissement-extrusion peuvent être divisées en deux catégories : celles qui sont établies avant le début du processus et celles qui peuvent être ajustées pendant le processus. Dans la première catégorie, on retrouve :

- Le profil de vis,
- La géométrie de la chambre de compression (l'espace entre l'extrémité de la vis sans fin et la filière),
- La forme et les dimensions de la filière.

Dans la seconde catégorie, les variables mécaniques ajustables durant le processus sont :

- La vitesse de rotation des vis,
- La température du fourreau.

Toutes ces variables, ainsi que le profil de température, la pression dans l'extrudeuse et le temps passé dans le fourreau, doivent être soigneusement contrôlées pour définir précisément le type de traitement que subira le matériau Latifa et al [34].

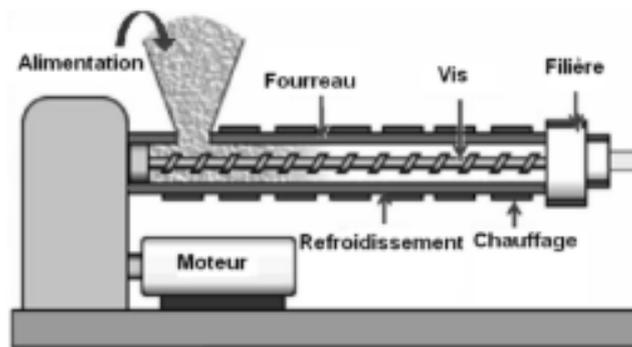


Figure II.8. Schéma de Principe d'une extrudeuse monovis Martins et al [53].

Les conditions de l'extrusion sont choisies de façon à homogénéiser la dispersion et la répartition des fibres dans la matrice Polymère sans dégrader ni la matrice ni les fibres.

II.5.2.1 Description de l'appareil

La machine monovis est constituée d'un cylindre, appelé fourreau, chauffé de l'extérieur par des colliers électriques. À l'intérieur de ce cylindre, une vis coaxiale tourne avec un faible jeu, généralement à pas constant, et est entraînée par un moteur situé à l'arrière du cylindre. À l'avant, le diamètre du cylindre se rétrécit pour créer un orifice de diamètre inférieur. Un orifice d'alimentation, situé à l'arrière du cylindre et surmonté d'une trémie, permet d'introduire la matière à fondre. Cette trémie peut être mise sous atmosphère contrôlée pour éviter l'absorption d'humidité.

La vis transporte d'abord la matière provenant de la trémie, la compacte et chasse l'air vers l'arrière. La matière commence à fondre en entrant en contact avec la paroi chauffée du

cylindre. Lorsque l'épaisseur de la couche fondue devient plus importante que l'écart vis/cylindre, le liquide s'accumule à l'arrière du filet et entraîne la matière solide, qui frotte contre l'avant du filet. Ce frottement génère de la chaleur, ce qui provoque la fusion de la matière.

La matière subit un double mouvement : elle est poussée dans l'axe du cylindre par la rotation de la vis et tourne dans le creux du filet. Dans la zone de plastification, la profondeur du filet de la vis diminue, puis dans la zone de pompage, la matière liquide est mise sous pression. L'énergie pour la fusion provient principalement du travail mécanique, tandis que les colliers de chauffage régulent la température, sauf dans la première partie du cylindre, en fonction des propriétés de la matière. La matière est ensuite expulsée sous pression à la sortie du fourreau, traverse une filière adaptée pour la mise en forme et peut être refroidie dans l'air ou l'eau. Un dispositif de coupe derrière une filière à plusieurs trous permet de découper la matière en granulés (cubes ou lentilles) Carrega et al [33].

Le Thermo Scientific HAAKE PolyLab QC (**Figure II.9**), est un système de mélangeur et d'extrudeuse de mesure innovant qui répond aux exigences actuelles et futures en matière de contrôle qualité (CQ). Le rhéomètre de couple modulaire peut être connecté à un mélangeur interchangeable, une extrudeuse mono vis ou une extrudeuse conique à double vis. En combinant une technologie matérielle et logicielle avec une interface conviviale, il offre des capacités de dispersion douces mais intensives, idéales pour mélanger les additifs et les pigments. De plus, les matrices et les accessoires en aval sont compatibles avec l'extrudeuse monovis QC-D 19/25. L'appareil est doté par une commande par ordinateur de qualité supérieure. Il est équipé d'une unité de commande avec un système intégré et une variable de réglage de la température, ainsi que d'une cellule de mesure remplaçable. Différentes matrices peuvent être adaptées à l'extrudeuse pour façonner un polymère, telles que des filières à tige et à bain d'eau pour l'extrusion de brins, des filières en feuilles et en rubans de différentes dimensions pour produire des bandes ou des films coulés, ainsi que des filières pour film soufflé.



Figure II.9. Extrudeuse mono vis de la marque HAAKE PolyLab QC.

Tableau II.3. Caractéristiques technique de l'extrudeuse utilisée (HAAKE PolyLab QC).

Screw diameter	19.05 mm
L/D	25

Material	Stainless steel, Nitrided DIN 1.8550
Max.Pressure	700 bar
Max.Speed	250 min ⁻¹
Max.Torque	160 Nm
Max.Temperature	450 °C
Heating Zones	3
Cooling	Air
Application	Profile and sheet extrusion, rheological tests for standard thermoplast materials

II.5.2.3 Mise en forme

Le fourreau de l'extrudeuse est chauffé en choisissant la même température de fusion pour toutes les zones : $T_1=230^\circ\text{C}$, $T_2=230^\circ\text{C}$, $T_3=230^\circ\text{C}$. L'extrudeuse est alimentée par une vitesse de de vis de 30Tr/min. Le produit extrudé est un filament de diamètre 5 mm. Suite à la faible viscosité au voisinage de la température de fusion de polyamide, d'une part, et de la grande densité du verre, les particules de verre pose un problème de discontinuité de filament. Cela a été parfois résolu en diminuant la vitesse d'extrusion (30 Tr/min). Le filament extrudé passe par la suite en bain-marie **Figure II.10** pour refroidissement rapide.



Figure II.10. Bain-marie.

II.5.3. Compoundage

La machine de découpe est une granuleuse électrique de la marque Thermo Scientific. Elle permet de couper le filament de composite extrudé à longueur réglable. L'opération est effectuée à une vitesse de rotation et une distance des arrêts tranchants qui assure une taille des compounds homogènes inférieurs à 4 mm. La **Figure II.11** montre les compounds de composite PA6/verre.



Figure II.11. Granuleuse et les compounds de PA6/Verre.

II.5.4. Compression-moulage des plaques PA6/Verre

La presse de Polystat 300 S est conçue comme une presse avec un système hydraulique haute pression pour permettre des forces de presse élevées (500 N/cm^2), **Figure II.12**. La pression hydraulique peut être ajustée entre 40 et 400 bars et atteint en combinaison avec une précision de $\pm 5\%$. Une plaque chauffante-refroidissante en aluminium assure une répartition uniforme de la chaleur. La puissance électrique de 8 KW dans chaque plaque assure un gradient de température de $10^\circ/\text{min}$ et une température maximale de 300°C .

Pour le refroidissement sous pression, l'eau circule à travers d'un système de forage à contre-courant. Selon la plage de la température, des gradients entre $10^\circ\text{C}/\text{min}$ et $20^\circ\text{C}/\text{min}$ peuvent être atteints.



Figure II.12. Machine de moulage par compression type Polystat 300 S.

Tableau II.4. Fiche technique de Polystat 300S.

Polystat 300S	unit	value
Working area	mm x mm	300
Plate dimension	mm x mm	350
Daylightopening	mm	195
Press force	up to kN	450
Hydraulic pressure	up to bar	400
Hydraulic power	kW	1,5
Workingtemperature	up to °C	300
Heating power per plate	kW	8,0
Machine length	mm	1200
Machine depth	mm	650
Machine height	mm	1550
Machine weight	kg	800

La presse hydraulique doit être capable d'exercer suffisamment de pression pour obtenir des moulages sans bulles ni retassures ; durant la phase de compactage, une pression de 350 bar est généralement requise dans la cavité du moule. La presse hydraulique doit également être équipée de deux plateaux chauffants, capables de chauffer le moule jusqu'à 220°C ou plus pour les polymères polyamide.

Les moules doivent être fabriqués avec des métaux résistants à la corrosion et aux hautes températures et disposant d'une dureté Rockwell supérieure à 50HRc qui devra rester stable après plusieurs cycles de chauffage / refroidissement allant jusqu'à 400°C.

Pour faciliter l'éjection, l'utilisation d'un agent de démoulage est recommandée. Celui-ci doit être stable à des températures supérieures à celles atteintes durant le cycle de transformation.

Le procédé de moulage par compression consiste à chauffer le matériau composite, sous forme de compound PA6/PVR **Figure II.11**, dans un moule placé sous une presse. Une fois que la substance atteint l'état "plastique" sous l'action de la chaleur, elle est soumise à une pression qui lui permet de prendre la forme du moule. Après avoir pris cette forme, il est nécessaire de procéder à un refroidissement avant d'ouvrir la presse pour libérer la pièce moulée. Ce procédé est également utilisé pour la fabrication de plaques, comme montré dans la **Figure II.13**.

L'opération de moulage qui est effectuée dans le laboratoire des essais mécaniques au niveau d'usine des câbles électrique Enicab-Biskra (Filiale General Câble).



Figure II.13. Plaques des PA6/PVR après l'étape de la compression.

II.6. Préparation des éprouvettes

Après avoir préparé les plaques rectangulaires moulées par compression à chaud de chaque matériau (PA6 vierge et PA6/particule de verre recyclé), nous avons taillé les éprouvettes par machine de découpe laser CNC **Figure II.15**, de dimensions suivantes (150 × 20 × 4) mm.



Figure II.14. Machine de découpe laser CNC.

Les éprouvettes utilisées dans cette étude sont conformes à la norme ISO-527, qui définit les principes généraux pour la détermination des propriétés mécaniques d'un thermoplastique via un essai de traction. Les dimensions précises de ces éprouvettes sont spécifiées dans la **Figure II.15**, garantissant ainsi la conformité aux critères standardisés pour l'évaluation des matériaux.

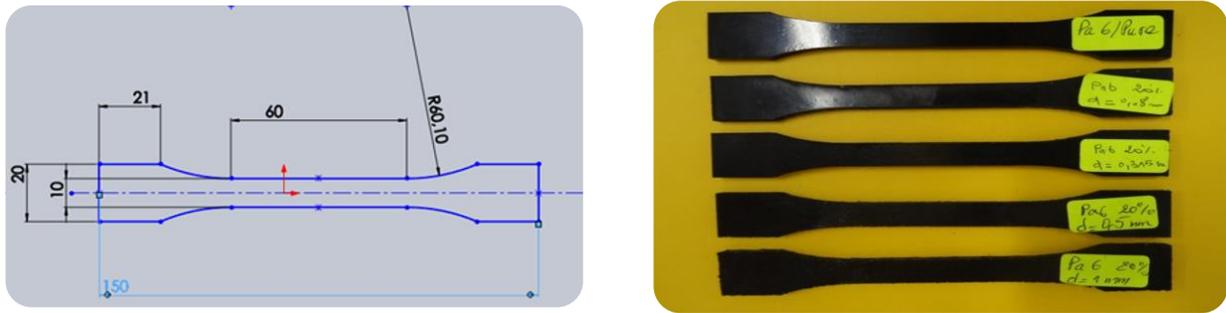


Figure II.15. Géométrie d'une éprouvette haltère (Norme ISO 527-2).

Conclusion

Des matériaux composites à base de polyamide renforcé par des particules de verre ont été préparés à travers un processus de moulage par compression à chaud. Une gamme de taille des particules de verre de 0.8, 0.315, 0.5 et 1 mm est obtenue par broyage de verre à vitre. Le travail expérimental présente souvent des difficultés réelles qui ne sont pas prises en compte dans l'étude théorique et le plan de travail du projet. Ces difficultés incluent des facteurs environnementaux (Température, pression atmosphérique, humidité), la qualité des machines et les outils utilisés en laboratoire par rapport aux équipements industriels, ainsi que les connaissances, l'expérience et les qualifications humaines nécessaires pour le traitement requis dans la fabrication des matières plastiques. Dans un laboratoire universitaire, ces facteurs sont souvent amplifiés dans certains cas.

Pour atteindre notre objectif de créer un nouveau composite polyamide/particules de verre recyclées (PA6/PVR), nous avons rencontré plusieurs problèmes principalement techniques. Il s'agissait notamment de la vitesse de rotation de la vis, de l'effet de la température ambiante, du couple moteur, ainsi que de gérer les bulles de gaz résultant des réactions et la méthode de refroidissement des filaments du composite obtenu. Cela nous a obligés à effectuer de nombreux tests afin de contrôler la qualité des matériaux produits en termes de mélange homogène et de viscosité parfaite.

La détermination de ses propriétés mécaniques et de son comportement reste l'objet de nos recherches dans les chapitres suivants.

**CHAPITRE III :
COMPORTEMENT
MÉCANIQUE DES
THERMOPLASTIQUES**

Introduction

Les matériaux réagissent de manière distincte en réponse à une contrainte mécanique. Diverses réactions mécaniques sont susceptibles de se produire. Ce chapitre se concentre sur l'identification des divers types de déformations auxquels un matériau peut être soumis. Il est question de la déformation élastique et de la déformation visqueuse ; lorsque ces phénomènes varient dans le temps, on parle alors de déformation viscoélastique. Nous commençons par examiner la théorie de la viscoélasticité et les modèles rhéologiques associés. En second lieu, l'attention se porte sur les lois qui régissent son fonctionnement. Plusieurs modèles viscoélastiques sont exposés. L'impact de la vitesse de déformation, de la température, de l'humidité et de l'absorption d'eau sur le comportement et les paramètres de la loi qui le régissent sont examinés dans cette étude.

L'étude du comportement mécanique des matériaux vise à comprendre leur réponse sous l'effet de sollicitations externes. Les principales variables impliquées dans ce domaine sont :

- Le tenseur des contraintes σ ,
- Le tenseur des déformations ε .

L'objectif de cette partie est de fournir un aperçu général du comportement mécanique des matériaux plastiques, ainsi que des approches pour leur modélisation. Cette modélisation permet de prédire les réponses mécaniques sous diverses conditions de charge, ce qui est essentiel pour concevoir des matériaux performants et adaptés à des applications spécifiques.

III.1. Généralité sur le comportement mécanique des matériaux

III.1.1. Comportement élastique (HOOKE)

Le comportement élastique des matériaux solides leur permet de retrouver leur forme initiale après une déformation, tant que la force appliquée reste en dessous de la limite élastique. La structure atomique des matériaux solides leur permet de se déformer élastiquement sans dommages permanents. Les atomes d'un matériau sont liés par des liaisons interatomiques, leur permettant de vibrer autour d'une position d'équilibre. Lorsqu'une force est appliquée, les atomes se déplacent légèrement de leur position d'équilibre, créant une déformation élastique. Si la force est faible, les atomes reviennent à leur position d'équilibre une fois relâchée, permettant au matériau de retrouver sa forme initiale Fortunier et al [54].

Le module de Young caractérise le comportement élastique des matériaux face à une contrainte. Ce paramètre dépend du matériau et de sa structure atomique. Les matériaux élastiques sont utilisés dans divers domaines comme les ressorts, les fixations, les structures de support, les instruments de mesure de la déformation, etc.

Un matériau présente un comportement élastique lorsque les contraintes et les déformations entretiennent une relation bijective. Ce comportement est mécaniquement et thermodynamiquement réversible. Concrètement, l'énergie mécanique nécessaire pour déformer le matériau est intégralement stockée sous forme d'énergie potentielle et peut être entièrement restituée après déchargement. Cependant, ce comportement reste limité à de faibles déformations. Dans ce cadre, la relation entre les contraintes (σ) et les déformations (ε) peut être exprimée de manière linéaire par la loi de Hooke, qui s'écrit Tazi et al [55]:

$$\sigma = E \epsilon \quad \text{(III.1)}$$

Un comportement réversible sans dissipation d'énergie implique que toute l'énergie utilisée pour déformer le matériau est entièrement restituée lors du déchargement. Pour de petites déformations, une relation linéaire entre la contrainte et la déformation peut être envisagée. Cependant, dans le cas des caoutchoucs et des élastomères, le comportement élastique devient souvent non linéaire pour des déformations importantes (Figure III.2.), généralement au-delà de 20%.

La déformation élastique est une déformation qui ne laisse aucun effet permanent sur la forme, la structure ou les propriétés d'un matériau. Elle disparaît complètement lorsque la charge appliquée est retirée, sans provoquer de modifications permanentes perceptibles. Sous l'effet de la charge, seuls des déplacements relatifs parfaitement réversibles des atomes ou des rotations des blocs cristallins se produisent Abdelatif et al [56].

Dans le cas de solide élastique:

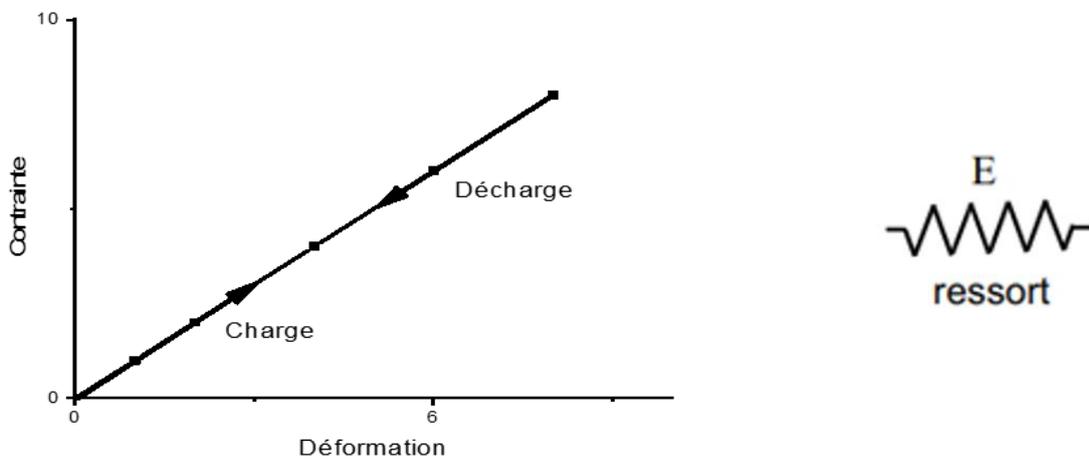


Figure III.1. Comportement élastique linéaire, représenté schématiquement par un ressort où E est le module de Young [57].

Le ressort : la déformation est dans un état fini sous l'action d'une force donnée et disparaît lorsque la force est supprimée (Figure III.1). Ce comportement est modélisé par la loi de Hooke

Dans d'autres cas exceptionnels, on peut trouver aussi:

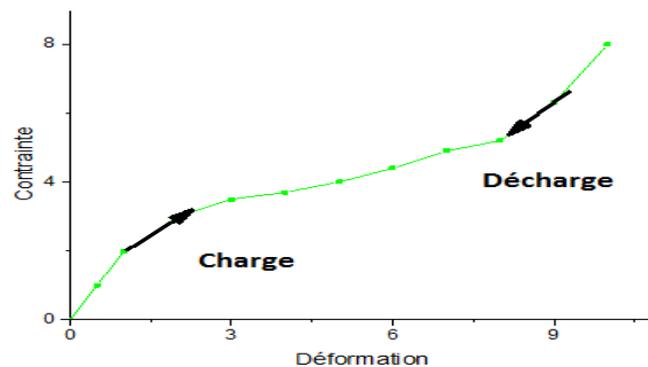


Figure III.2. Comportement élastique non-linéaire [58].

III.1.2. Comportement plastique

Le comportement plastique des matériaux solides se manifeste par une déformation permanente lorsque la contrainte appliquée dépasse la limite élastique du matériau. Contrairement au comportement élastique, où la déformation disparaît après le retrait de la contrainte, le comportement plastique laisse une déformation résiduelle, résultat du glissement des plans atomiques les uns sur les autres.

Ce type de comportement est observé dans une variété de matériaux, tels que les métaux, les polymères et les composites. Il dépend de plusieurs propriétés clés :

La limite d'élasticité : le seuil à partir duquel débute la déformation permanente.

La résistance à la traction : la capacité du matériau à résister à une force de traction.

La dureté : la résistance à la pénétration ou à l'usure.

La ductilité : la capacité du matériau à subir une déformation significative sans rupture.

Le comportement plastique est modélisé par des théories comme la plasticité classique ou la plasticité cristalline, permettant de prédire les réponses des matériaux sous diverses sollicitations. Ces modèles trouvent des applications dans la conception de structures et de pièces mécaniques, notamment dans les tuyaux, poutres et composants moulés.

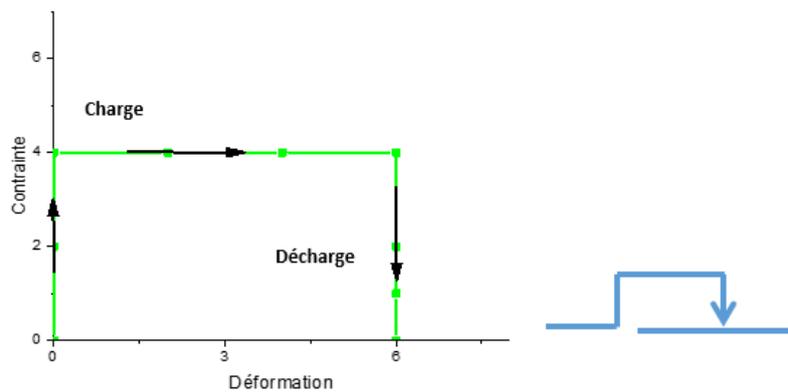


Figure III.3. Comportement plastique parfait – représenté par un patin (avec frottement).

Le patin : illustre un comportement plastique, où la déformation demeure permanente après la suppression de la force appliquée (voir **Figure III.3**). Un corps plastique se caractérise par sa capacité à se déformer de manière irréversible une fois que la contrainte appliquée dépasse un seuil spécifique, appelé seuil de plasticité. En revanche, tant que la contrainte reste inférieure à ce seuil, le patin ne subit aucun glissement σ_p .

Caractérisé par son irréversibilité, ce comportement est indépendant de la vitesse ou de la durée de sollicitation et s'accompagne d'une dissipation d'énergie mécanique. Une fois la contrainte supprimée, seule la composante élastique de la déformation disparaît, tandis que la partie plastique persiste. Dans les cristaux, la déformation plastique se produit par des mécanismes comme le glissement ou le maclage. Le glissement intervient lorsque les

contraintes tangentielles dépassent une valeur critique dans un plan et une direction spécifique, entraînant un déplacement relatif des parties du cristal.

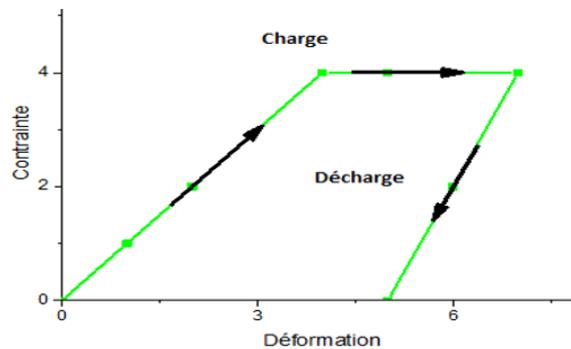


Figure III.4. Comportement élastique plastique parfait.

Une fois le seuil d'élasticité dépassé, l'éprouvette entre dans un régime de déformation plastique. Si l'effort est relâché, le module d'élasticité, souvent représenté par le module de Young E, peut être considéré comme inchangé malgré l'écoulement plastique. La déformation lors de la décharge reste proportionnelle à la contrainte, conformément à la relation élastique. Cependant, l'éprouvette ne retrouve pas sa longueur initiale et conserve une déformation permanente.

Pour décrire ce comportement, on distingue deux composantes dans la déformation totale :

- Une déformation élastique, réversible, qui disparaît après le retrait de la contrainte.
- Une déformation plastique, irréversible, qui subsiste même après la décharge.

Cette partition des déformations permet une analyse précise du comportement du matériau soumis à des contraintes dépassant sa limite élastique Eq.III.2, Mazet et al [59].

$$\varepsilon = \varepsilon_e + \varepsilon_p \quad (\text{III.2})$$

III.1.3. Comportement viscoélastique

a) Comportement visqueux

Le comportement de type fluide se caractérise par une dissipation d'énergie mécanique. Lorsqu'une contrainte est appliquée, elle génère une vitesse de déformation proportionnelle, et inversement. En d'autres termes, si la déformation imposée devient constante au fil du temps, la contrainte tend à diminuer jusqu'à s'annuler. Ce phénomène s'accompagne d'une déformation irréversible, caractéristique d'un écoulement visqueux où la matière ne retrouve pas son état initial après la suppression de la contrainte.

Dans le cas de liquide visqueux:

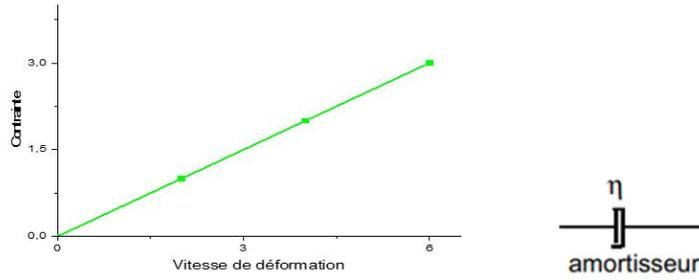


Figure III.5. Comportement visqueux linéaire représenté schématiquement par un amortisseur.

$$\sigma = \eta \left(\frac{\partial \epsilon}{\partial t} \right) = \eta \dot{\epsilon} \tag{III.3}$$

L’amortisseur : illustre un comportement où la déformation augmente à une vitesse constante proportionnelle à la contrainte appliquée (**Figure III.5**). Ce type de comportement est décrit par la loi du fluide newtonien (Eq.3).

Ici, c’est la loi de Newton. η représente la viscosité dynamique; et la réponse à un échelon de contrainte:

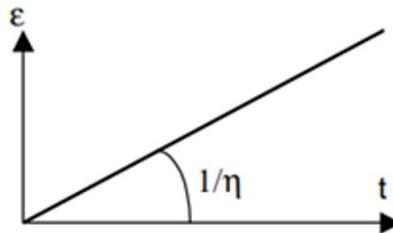


Figure III.6. Réponse à un échelon de contrainte.

b) Comportement Viscoélasticité

Un tel comportement réversible, accompagné de dissipation d’énergie mécanique, dépend de la vitesse ou de la durée de la sollicitation appliquée. Malgré la dissipation d’énergie sous forme de chaleur, le matériau ne conserve aucune déformation résiduelle après suppression de la sollicitation mécanique. Ce comportement est caractéristique des matériaux viscoélastiques, qui manifestent une réponse combinant élasticité (réversibilité des déformations) et viscosité (dissipation d’énergie).

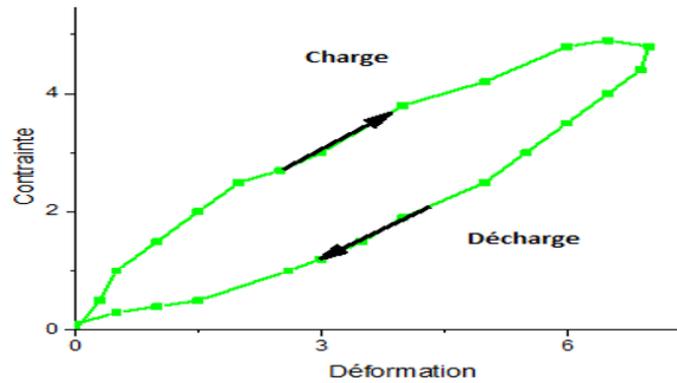


Figure III.7. Comportement viscoélastique.

Le cadre théorique et expérimental de la viscoélasticité a été établi au XIXe siècle par d'éminents physiciens de l'époque, dont Maxwell, Boltzmann et Kelvin. Leur intérêt a été éveillé en partie par le fluage et récupération des matériaux utilisés comme suspensions dans les instruments de mesure électriques, tels que le verre, les métaux, la soie et le caoutchouc naturel. Dans cette dernière partie du XXe siècle, la viscoélasticité est devenue un sujet d'importance pour les ingénieurs à cause de l'utilisation croissante de matériaux synthétiques polymères comme matériaux en ingénierie. La raison est claire : viscoélastique, les effets doivent être pris en compte dans la conception quantitative.

Les polymères sont viscoélastiques à toutes les températures, ils ne sont jamais simples solides élastiques, de sorte qu'en considérant les déformations induites en service, il est toujours nécessaire de prendre en compte non seulement la charge, mais le temps pour lequel elle est appliqué. Les propriétés viscoélastiques sont également très dépendantes de la température de sorte que la température maximale doit être clairement spécifiée et pris en considération.

Le comportement viscoélastique est un comportement qui se situe entre le comportement purement élastique et le comportement purement visqueux des matériaux. Les matériaux viscoélastiques ont des propriétés qui dépendent à la fois du temps et de la température.

Les caractéristiques de réponse viscoélastique d'un matériau sont souvent déterminées à l'aide des essais de fluage, essais de relaxation des contraintes, ou une réponse dynamique aux charges variant sinusoïdale avec le temps. Le test de fluage consiste à déterminer la réponse à la déformation sous contrainte constante, et cela se fait sous contrainte de traction uniaxiale en raison de sa simplicité.

Les matériaux viscoélastiques peuvent être modélisés à l'aide de différentes techniques, telles que le modèle de Maxwell, le modèle de Kelvin-Voigt, le modèle de Jeffreys ou le modèle de Zener. Ces modèles peuvent être utilisés pour prédire le comportement des matériaux viscoélastiques en réponse à différentes conditions de chargement et de température.

Les polymères, en particulier en présence de conditions hygrothermiques, présentent les caractéristiques d'un comportement élastique et visqueux des matériaux, connu sous le nom de comportement viscoélastique.

Dans ce travail, nous présentons les modèles de comportement viscoélastique linéaire. Les caractéristiques d'un matériau viscoélastique sont que ils ont un comportement dépendant du temps, et ont une déformation permanente, c'est-à-dire ne pas revenir à la géométrie d'origine après la suppression des forces à l'origine de la déformation.

L'application d'une contrainte constante σ_0 produit une déformation qui, en général, contient trois composantes : une instantanée, une plastique et une composante réversible retardée

Lorsqu'un matériau viscoélastique subit une contrainte, il peut réagir de deux manières différentes : il peut se déformer élastiquement, ce qui signifie qu'il se déforme instantanément en réponse à la contrainte appliquée, puis il retrouve sa forme d'origine lorsque la contrainte est supprimée. Le matériau peut également se déformer visqueusement, ce qui signifie qu'il se déforme progressivement au fil du temps en réponse à la contrainte appliquée, sans jamais retrouver complètement sa forme d'origine lorsque la contrainte est supprimée.

Les matériaux viscoélastiques sont couramment utilisés dans de nombreuses applications, telles que la conception de pneus, les matériaux de remplissage des coussins, les matériaux d'amortissement des vibrations, les matériaux pour la fabrication de prothèses, etc.

c) Théorie de la viscoélasticité

C'est une branche de la mécanique des milieux continus qui étudie le comportement des matériaux viscoélastiques, qui sont des matériaux ont à la fois des propriétés élastiques et des propriétés visqueuses. Ils peuvent donc se déformer sous l'effet d'une contrainte, mais cette déformation peut prendre du temps et peut persister même après la disparition de la contrainte. La théorie de la viscoélasticité s'intéresse en particulier aux phénomènes de relaxation et de fluage. La relaxation correspond au fait qu'un matériau viscoélastique peut se déformer sous l'effet d'une contrainte et revenir à sa forme initiale progressivement, à mesure que le temps s'écoule. Le fluage correspond quant à lui au fait qu'un matériau viscoélastique peut se déformer progressivement sous l'effet d'une contrainte constante.

La viscoélasticité utilise des modèles mathématiques pour décrire le comportement des matériaux. Les modèles de Kelvin-Voigt et de Maxwell combinent des éléments élastiques et visqueux en série ou en parallèle. Des modèles plus complexes peuvent inclure des effets non linéaires, de la relaxation et du fluage. La viscoélasticité a de nombreuses applications en mécanique des solides, ingénierie des matériaux, biologie, géologie, géophysique, acoustique et mécanique des fluides. Elle modélise le comportement de divers matériaux comme les polymères, les métaux, les roches, les tissus biologiques et les fluides visqueux.

III.2. Modèles analogiques des comportements Visco-Elasto-Plastique

III.2.1. Éléments simples Maxwell et Kelvin (Kelvin-Voigt)

Lorsque les polymères sont contraints, ils se déforment par des changements conformationnels et un écoulement viscoélastique. Pour étudier la réponse viscoélastique lors de tests de fluage et de relaxation, les élastomères et plastiques sont souvent représentés par des combinaisons de ressorts et d'amortisseurs. Le ressort agit comme un ressort métallique, s'étirant rapidement sous contrainte pour maintenir la charge, tandis que le piston dans

l'amortisseur rempli de liquide Newtonien se déplace proportionnellement à la contrainte. En supprimant la contrainte, on ne peut pas la récupérer. Le ressort idéal suit la loi de Hooke (Eq.III.1) et le liquide dans l'amortisseur suit la loi de viscosité de Newton (Eq.III.3).

Le comportement viscoélastique est souvent modélisé à l'aide des modèles mécaniques de Maxwell et de Kelvin-Voigt Fortunier et al [54]. Ces modèles simplifiés utilisent des combinaisons de ressorts et d'amortisseurs pour reproduire les propriétés élastiques et visqueuses des matériaux :

Les ressorts : Représentent la composante élastique, avec une raideur G qui définit la relation linéaire entre la contrainte et la déformation.

Les amortisseurs : Représentent la composante visqueuse, où la force de freinage est proportionnelle à la vitesse de déformation, avec un coefficient de viscosité η Carrega et al [33], Dans le modèle de Maxwell, un ressort et un amortisseur sont disposés en série (voir **Figure III.8**). Ce modèle capture la réponse viscoélastique avec un temps de relaxation τ , défini comme le rapport entre la viscosité et la raideur :

$$\tau = \frac{\eta}{G} \tag{III.4}$$

Ce temps caractérise la vitesse à laquelle les contraintes se dissipent dans le matériau lorsque la déformation est maintenue constante. Le modèle de Maxwell est particulièrement adapté pour décrire des phénomènes comme le fluage et la relaxation des contraintes.

Le modèle de Maxwell représente bien les liquides viscoélastiques. Le ressort retarde l'écoulement sous cisaillement constant et l'arrête immédiatement lorsque la contrainte cesse. Cette dissymétrie contraste avec les liquides newtoniens, qui commencent et cessent de s'écouler directement avec la contrainte. Dans le modèle, la déformation rapide du ressort se relaxe exponentiellement avec l'amortisseur (η), illustrant la dissipation d'énergie.

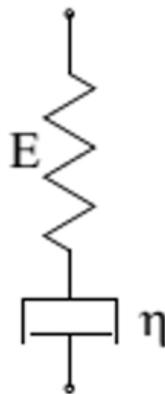


Figure III.8. Modèle de Maxwell [60].

$$\frac{d\varepsilon}{dt} = \frac{1}{E} \frac{d\sigma}{dt} + \frac{\sigma}{\eta} \tag{III.5}$$

Le modèle de Kelvin-Voigt combine un ressort et un amortisseur en parallèle (voir Figure III.9) et est utilisé pour représenter les solides viscoélastiques. Lorsqu'une contrainte est

appliquée, l'ensemble se déforme avec un retard dû à l'amortisseur. Lorsque la contrainte cesse, le retour à l'équilibre se fait également avec un retard, car le ressort change de longueur sous l'effet du freinage exercé par l'amortisseur. Ce modèle peut être généralisé en connectant plusieurs éléments en série, chaque élément ayant un temps caractéristique t [33].

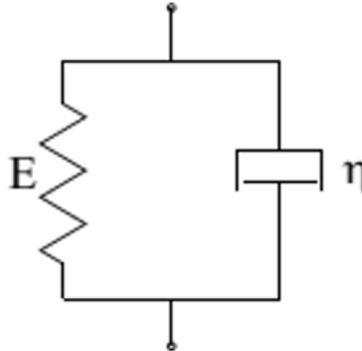


Figure III.9. Modèle de Kelvin (Kelvin-Voigt) Chaboche et al [61].

$$\sigma = \varepsilon E + \eta \frac{d\varepsilon}{dt} \quad (\text{III.6})$$

Les deux arrangements les plus simples d'amortisseurs et de ressorts sont les configurations Kelvin et Maxwell, illustrées dans la figure ci-dessus. Le premier est aussi parfois appelé modèle Voigt ou Kelvin-Voigt. Dans la configuration Maxwell, le ressort et l'amortisseur sont connectés en série. Dans cette configuration, les deux éléments sont soumis à la même contrainte, mais sont autorisés à une déformation indépendante. Ce modèle est également connu sous le nom de modèle iso-stress.

$$\sigma_D = \sigma_s \quad (\text{III.7})$$

$$\varepsilon_{tot} = \varepsilon_D + \varepsilon_s \quad (\text{III.8})$$

Où l'indice D indique l'amortisseur et l'indice S indique le ressort. L'équation de base du taux de déformation dans le modèle de Maxwell est:

$$\frac{d\varepsilon}{dt} = \frac{1}{E} \frac{d\sigma}{dt} + \frac{\sigma}{\eta} \quad (\text{III.9})$$

Dans la configuration de Voigt, les deux éléments sont connectés en parallèle et les deux éléments sont soumis à la même contrainte mais à une déformation différente:

$$\sigma_{tot} = \sigma_D + \sigma_s \quad (\text{III.10})$$

$$\varepsilon_D = \varepsilon_s \quad (\text{III.11})$$

En raison d'une déformation égale dans les deux éléments, le modèle est également appelé modèle iso-déformation. L'équation de base de la contrainte dans le modèle Kelvin-Voigt est:

$$\sigma = E\varepsilon + \eta \frac{d\varepsilon}{dt} \quad (\text{III.12})$$

Les deux configurations d'amortisseurs et de ressorts se comportent très différemment dans une expérience effrayante. Dans cette expérience, une contrainte est appliquée aux extrémités des éléments et la déformation (Fluage) est observée en fonction du temps. La réponse viscoélastique des deux modèles est présentée ci-dessous.

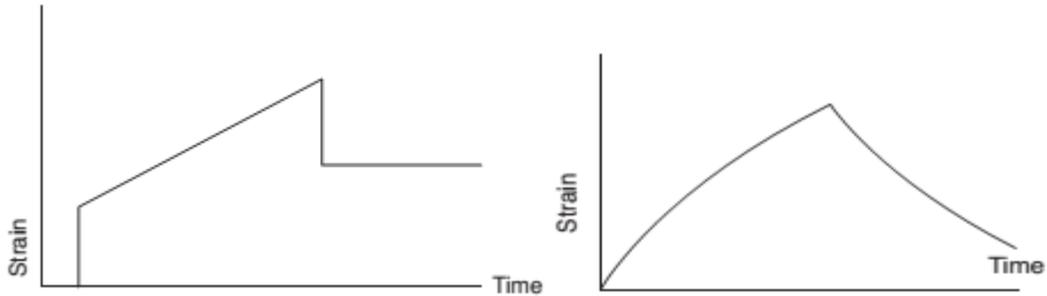


Figure III.10. Repense au fluage-recouvrance des modelés : Maxwell et Kelvin ou Voigh Ward et al [30].

Le ressort de l'arrangement Maxwell répond immédiatement, comme illustré par la ligne verticale dans le graphique ci-dessus à gauche. La hauteur du saut est:

$$\epsilon_0 = \frac{\sigma_0}{E} \tag{III.13}$$

Alors que le ressort reste à une extension ou à une tension constante, le piston de l'amortisseur se retire à une vitesse constante. Le taux de déformation est donné par:

$$\frac{d\epsilon}{dt} = \frac{\sigma_0}{\eta} \tag{III.14}$$

Par conséquent, l'effet d'une contrainte soudaine est:

$$\epsilon(t) = t \frac{\sigma_0}{\eta} + \frac{\sigma_0}{E} \tag{III.15}$$

Ici, $t \cdot \sigma_0 / \eta$ est la réponse de déformation irréversible et σ_0 / E la réponse de déformation réversible. La réponse initiale est identique à la réponse du ressort, car le mouvement du ressort dans l'élément Maxwell n'est pas limité par l'amortisseur en série, tandis que ce dernier simule le comportement de type liquide à des temps d'observation importants.

Le modèle de Voigt montre un comportement très différent. Puisque l'amortisseur et le ressort sont parallèles, la contrainte dans chaque composant est identique. Dans cette configuration, l'amortisseur réagit très lentement en supportant initialement toute la contrainte et en la transférant progressivement au ressort. L'équation différentielle de la déformation par fluage est:

$$\frac{\sigma_0}{\eta} = \frac{\epsilon}{\lambda} + \frac{d\epsilon}{dt} \tag{III.16}$$

Avec $\lambda = \eta / E$.

Cette équation différentielle linéaire a pour solution :

$$\varepsilon(t) = \frac{\sigma_0}{E} \left[1 - \exp\left(-\frac{t}{\lambda}\right) \right] \quad (\text{III.17})$$

Certains problèmes simples de viscoélasticité peuvent être résolus, en première approximation, avec les arrangements de Maxwell et Kelvin-Voigt seuls. Cependant, le plus souvent, ils sont combinés à des arrangements plus complexes pour décrire plus précisément le comportement de fluage et de relaxation des matériaux polymères.

III.2.2. Modèles généralisés Maxwell-Wiechert et Voigt-Wiechert

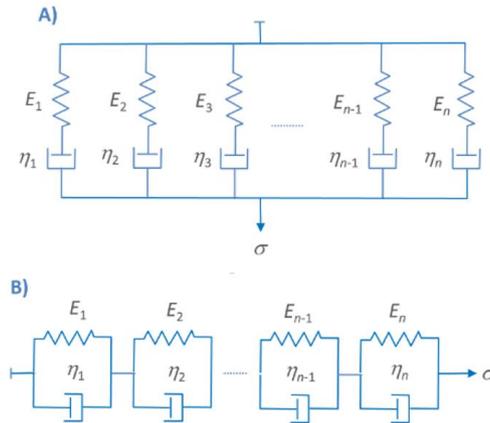


Figure III.11. Modèles A) Maxwell-Wiechert et B) Voigt-Wiechert.

Les systèmes ressort-amortisseur peuvent être soit des éléments Maxwell en parallèle (A), soit des éléments Kelvin (Voigt) en série (B). Ces deux modèles sont respectivement connus sous le nom de modèle Maxwell-Wiechert et Voigt-Wiechert. Souvent, un seul ressort en parallèle ou en série avec les autres éléments

III.2.2.1. Modèle Maxwell-Wiechert

Le modèle de Maxwell généralisé (Maxwell-Wiechert) est souvent choisi lorsque la réponse viscoélastique à la déformation sur une longue période est étudiée.

Dans ce modèle, la déformation dans les n éléments de Maxwell est la même, et la contrainte totale est la somme de la contrainte dans chaque élément bifurquer:

Ce qui décrit la réponse élastique idéale du matériau.

$$\varepsilon_{tot} = \varepsilon_1 = \varepsilon_2 = \dots = \varepsilon_{n-1} = \varepsilon_n \quad (\text{III.18})$$

$$\sigma_{tot} = \sigma_1 + \sigma_2 + \dots + \sigma_{n-1} + \sigma_n \quad (\text{III.19})$$

Dans une expérience de relaxation de contrainte, la contrainte de chaque élément Maxwell individuel se détend de manière exponentielle au fil du temps:

$$\sigma_i(t) = \sigma_{0,i} e^{-\frac{t}{\tau_i}} \quad (\text{III.20})$$

En supposant une déformation constante ($\varepsilon_0 = \text{const.}$), cette équation peut être réécrite comme suit:

$$\sigma_i(t) = \varepsilon_0 E_i e_i^{-\frac{t}{\tau}} \quad (\text{III.21})$$

Où $\tau_i = \eta_i / E_i$ est le temps de réponse ou de relaxation d'un élément Maxwell unidimensionnel individuel et E_i et η_i sont respectivement le module d'un ressort individuel et la viscosité du fluide dans un amortisseur individuel.

La contrainte totale transmise par le modèle de Wiechert est égale à la somme des contraintes dans chacune des branches ressort-amortisseur de Maxwell:

$$\sigma_{tot}(t) = \sigma_s + \varepsilon_0 \sum_i E_i e_i^{-\frac{t}{\tau}} \quad (\text{III.22})$$

Où :

$$E(t) = E_s + \sum_i E_i e_i^{-\frac{t}{\tau}} \quad (\text{III.23})$$

Où σ_s et E_s sont la contrainte et le module du ressort isolé qui décrit la réponse de contrainte idéale du matériau. Si le nombre d'éléments de Maxwell est très grand ($n \rightarrow \infty$), la sommation dans l'équation peut être remplacée par une intégrale sur une distribution continue des temps de relaxation τ :

$$E(t) = E_s + \int E(\tau) e^{-\frac{t}{\tau}} d\tau \quad (\text{III.24})$$

Si le ressort était supprimé, la contrainte dans le modèle Maxwell-Wiechert tomberait à zéro plutôt qu'à une valeur finie qui décrit le comportement viscoélastique d'un thermoplastique.

III.2.2.2. Modèle Voigt-Wiechert

Si une contrainte, plutôt qu'une déformation, est appliquée, un arrangement en série d'éléments de Voigt est préféré pour décrire la réponse viscoélastique d'un plastique sur une longue période de temps. Souvent, un ressort en série est ajouté, qui décrit la réponse élastique instantanée du matériau. Dans ce modèle, la contrainte dans les n éléments de Voigt est la même et la déformation totale est la somme de la déformation dans chaque élément.

En supposant une contrainte constante ($\sigma_0 = \text{const}$), la réponse de déformation dans chaque élément individuel est donnée par:

$$\varepsilon_i(t) = J_i \sigma_0 (1 - e_i^{-\frac{t}{\tau}}) \quad (\text{III.25})$$

Où $J_i = 1/E_i$ est la complaisance. La réponse de déformation totale du modèle de Voigt-Wiechert est égale à la somme des déformations dans chacun des éléments de Voigt:

$$\varepsilon_{tot}(t) = \varepsilon_s + \sigma_0 \sum_i J_i (1 - e_i^{-\frac{t}{\tau}}) \quad (\text{III.26})$$

Où :

$$J_{\text{tot}}(t) = J_s + \sum_i J_i (1 - e^{-\frac{t}{\tau_i}}) \quad (\text{III.27})$$

Où ε_s et J_s sont la déformation et la souplesse du ressort isolé qui décrit la réponse de déformation idéale du matériau. Si le nombre d'éléments de Voigt est très grand ($n \rightarrow \infty$), la sommation dans l'équation ci-dessus peut être remplacée par une intégrale sur une distribution continue des temps de relaxation τ :

$$J(t) = J_s + \int J(\tau) \left(1 - e^{-\frac{t}{\tau}}\right) d(\tau) \quad (\text{III.28})$$

Où $J(\tau)$ est une distribution continue de complaisance. Le modèle de Voigt-Wiechert ci-dessus décrit un matériau élastique sans déformation permanente. Dans le cas d'un liquide thermoplastique ou viscoélastique, un amortisseur en série doit être inclus. Cet élément décrit la déformation irréversible du matériau viscoélastique.

III.3. Série de Prony

Pour évaluer l'indépendance temporelle de la fonction contrainte/déformation dans un matériau viscoélastique linéaire sous une charge arbitraire, il faut considérer l'historique de la déformation. Les équations temporelles d'un matériau viscoélastique solide incluent ces effets d'histoire. Pour déterminer les constantes dans les équations constitutives, il faut tenir compte de l'historique de la charge, du déplacement, du taux de charge, du taux de déplacement et du temps d'application sur l'éprouvette. Une méthode fréquemment utilisée pour ces équations est la série de Prony:

$$\varepsilon = \sum_{i=1}^N \alpha_i \cdot e^{-\frac{t}{\tau_i}} \quad (\text{III.29})$$

Dans les essais de relaxation et du fluage idéaux, les déplacements ou les charges sont appliqués instantanément à l'éprouvette. Dans l'essai réel, en particulier pour un grand composant structurel, les limitations de l'équipement d'essai se traduisent par une vitesse de déformation relativement faible et une longue période de charge. La réponse pendant la période de charge est généralement ignorée, et seules les données obtenues pendant la période de déplacement constant ou de charge constante sont utilisées pour déterminer les propriétés du matériau.

Si l'on ne tient pas compte de cette longue période de charge et des effets de la vitesse de déformation dans la réduction des données, on introduit des erreurs supplémentaires dans la détermination des propriétés du matériau : il existe de nombreuses méthodes pour déterminer la série Prony à partir de données de relaxation et/ou de fluage. L'une des premières méthodes a consisté à construire des diagrammes log-log de données de relaxation dans lesquels les approximations en ligne droite des données sur le graphique log-log produisent les constantes de temps (τ_i) à partir des pentes, et les coefficients exponentiels (α_i) sont obtenus à partir des points d'intersection. D'autres méthodes ont également été employées.

Par exemple, Johnson et al [62] ont déterminé une constante de temps de relaxation pour un modèle non linéaire qui est similaire à un modèle de série de Prony à un terme. Ils ont minimisé une mesure de l'erreur des moindres carrés, de la différence entre le modèle non linéaire et les données mesurées, en intégrant itérativement (Numériquement) une équation de variable interne. En tentant de déterminer des constantes de temps de relaxation pour des modèles non linéaires de plus grande fidélité, Johnson et al [63] ont utilisé des procédures d'essai et d'erreur, similaires aux premières méthodes linéaires Tzikang et al [64], en raison de la complexité du problème des moindres carrés non linéaires qui en résulte. Plus récemment, quelques auteurs Hill et al, Hibit et al [65] [66] ont utilisé des méthodes d'optimisation non linéaire pour obtenir une représentation en série de Prony de haute qualité des données de relaxation avec un nombre minimum de termes dans la série.

Le modèle viscoélastique peut également être formulé sous forme différentielle. Cela est devenu populaire récemment Johnson et al, Johnson & Tessler et al [67],[68] depuis que les modèles différentiels peuvent être efficacement incorporés dans les algorithmes d'éléments finis. Lors de l'utilisation de ces méthodes de variables internes, chaque terme de la série Prony est associé à une variable d'état interne matérielle. Dans le modèle à éléments finis discrets, chaque terme de la série de Prony ajoute un nombre substantiel de variables globales. Ainsi, une série Prony courte, qui peut représenter avec précision le matériau, est souhaitable. Les méthodes de régression non linéaire peuvent aider à déterminer une série de Prony courte et précise.

Le but est d'inclure les données de chargement, déchargement (Fluage ou relaxation) dans une analyse de régression non linéaire pour obtenir la série de Prony. Le matériau viscoélastique simulé reproduit les segments de charge et de relaxation. C'est une amélioration lorsque la modélisation des effets hystériques est cruciale. La solution analytique pour le chargement/déchargement est déterminée ici et utilisée dans une analyse de régression non linéaire pour trouver la série de Prony. Les fonctions de pondération des données améliorent l'ajustement au début de la période de fluage. Encore, cette méthode intègre toutes les données mesurées pour améliorer le modèle constitutif.

L'essai de fluage consiste en une contrainte constante, σ_0 , appliquée à un échantillon pendant une période de temps pendant laquelle sa déformation est enregistrée. Dans un essai de relaxation, la déformation de l'échantillon, ϵ_0 , est maintenue constante pendant un certain temps pendant que la contrainte est enregistrée. E_0 et σ_0 sont respectivement la déformation et la contrainte initiales. Pour l'essai de relaxation, une relation constitutive pour la période de déformation constante peut être écrite comme suit:

$$\sigma(t) = Y(t) \cdot \epsilon_0 \quad \text{(III.30)}$$

Où $Y(t)$ est une fonction de relaxation. Lorsque l'on suppose que le matériau est un solide de Maxwell général, la fonction de relaxation est généralement modélisée avec une série de Prony comme suit:

$$Y(t) = E_0 \left(1 - \sum_{i=1}^n \rho_i \cdot \left(1 - e^{-\frac{t}{\tau_i}} \right) \right) \quad \text{(III.31)}$$

Où:

ρ_i : EST la $i^{\text{ème}}$ constante de Prony ($i = 1, 2 \dots$);

τ_i : EST la $i^{\text{ème}}$ constante de temps de retard de Prony ($i = 1, 2 \dots$);

E_0 : EST le module instantané du matériau ;

Pour le temps $t = 0$, $Y(0) = E_0$ et pour $t = \infty$, $Y(\infty) = E_0 (1 - \sum \rho_i)$.

III.4. Méthode d'optimisation

Dans cette recherche, les constantes de la fonction de déformation de fluage sont calculées à l'aide de la méthode de Levenberg-Marquardt. En ajustant $M(x,t)$, une fonction d'une variable indépendante t et d'un vecteur de n paramètres x , à un ensemble de m points de données (t_i, ε_i) , la fonction la somme des carrés pondérés des différences entre les données expérimentales $\varepsilon(t_i)$ et la valeur de la fonction présumposée $M(x,t_i)$ doit être minimisée Paygozar et al [69], (Éq. 32). Il consiste à trouver la valeur minimale de la fonction objective F , définie comme suit :

$$F(x) = \frac{1}{2} \sum_{i=1}^m (f_i(x))^2 = \frac{1}{2} f(x)^T f(x) \quad (\text{III.32})$$

où f_i sont les valeurs résiduelles des points de données (t_i, ε_i) , définies comme :

$$f_i = \varepsilon_i - M(X, t_i) \quad (\text{III.33})$$

En ce qui concerne $F: R^n \mapsto R$, il résulte de la première formulation de l'équation 9, que

$$\frac{\partial F}{\partial X_j}(X) = \sum_{i=1}^m f_i(X)^T \frac{\partial f_i}{\partial X_j}(X) \quad (\text{III.34})$$

Ainsi, son gradient est :

$$F'(X) = J(X)^T f(X); \quad (J \in R^{mn} \text{ est la jacobienne de } f) \quad (\text{III.35})$$

Le problème des moindres carrés non linéaires peut être résolu par des méthodes d'optimisation générales. La méthode de Gauss-Newton est la base des méthodes très efficaces, basée sur une approximation linéaire des composantes de f (un modèle linéaire de f) au voisinage de x : Pour petit $\|h\|$, on peut écrire :

$$f(X + h) \approx l(h) \approx f(X) + J(X)h \quad (\text{III.36})$$

et

$$F(X + h) \approx L(h) \equiv \frac{1}{2} l(h)^T l(h) \quad (\text{III.37})$$

L'expression complète de $L(h)$ peut être obtenue par substitution (Eq.36) dans (Eq.37). Le gradient et la Hesse de L sont

$$\mathcal{L}(\mathbf{h}) = J(\mathbf{X})^T f(\mathbf{X}) + J(\mathbf{X})^T \mathbf{h} ; \mathcal{L}(\mathbf{h}) = J(\mathbf{X})^T J(\mathbf{X}) \quad (\text{III.38})$$

Ainsi, à un minimum de la somme des carrés F , l'étape de Gauss-Newton \mathbf{h} minimise $L(\mathbf{h})$ (c'est-à-dire. $L'(\mathbf{h})=0$), la valeur unique peut être trouvée en résolvant

$$(J(\mathbf{X})^T J(\mathbf{X}))\mathbf{h} = -\mathbf{g}(\mathbf{X}) ; \text{ Avec } \mathbf{g}(\mathbf{X}) = -J(\mathbf{X})f(\mathbf{X}) \quad (\text{III.39})$$

Un paramètre d'amortissement λ est introduit par la suite par Levenberg-Marquardt Marquardt et al [70]. L'étape \mathbf{h}_{lm} est définie par la modification suivante de (Eq.39). Cependant, pour assurer une bonne convergence, c'est-à-dire la direction de descente la plus raide et une longueur de pas réduite, la méthode est contrôlée par des critères d'arrêt supplémentaires (voir Algorithme1) où le paramètre d'amortissement est ajusté à chaque itération Madsen et al [71].

$$(J(\mathbf{X})^T J(\mathbf{X}) + \lambda I)\mathbf{h}_{lm} = -\mathbf{g}(\mathbf{X}) \quad (\text{III.40})$$

Algorithm 1. Méthode de **Levenberg–Marquardt**, Madsen et al [71]

```

begin  k:=0 ; v:=2 ; x:=x0
      A:=J(x)TJ(x); g:=J(x)Tf(x)
      test:=(||g|| ≤ E1); λ:=τ × maxi{aii} ; (E1 , E2 and τ are chosen by the user)
      while (not test) and (k < kmax)
        k:=k+1; Solve (A+λI)hlm = -g
        if ||hlm|| ≤ E2(||hlm|| + E2) then
          test :=true
        else
          xnew :=x+hlm
          ρ:=(F(x)-F(xnew))/((1/2)hlmT(λhlm-g))
          if ρ>0 then
            x:=xnew
            A:=J(x)TJ(x); g:=J(x)Tf(x)
            test:=(||g|| ≤ E1)
            λ:=λ × max{1/3, 1-(2ρ-1)3} ; v:=2
          else
            λ:=λ × v ; v:=2 × v
        end
      end
  
```

III.5. Principe de Boltzmann

Pour modéliser la relation entre contrainte et déformation dans des matériaux viscoélastiques soumis à des contraintes et déformations plus complexes, il faut utiliser le principe de superposition de Boltzmann, qui repose sur la superposition linéaire des effets. Introduit en

1876 par Boltzmann dans le contexte du fluage, ce principe stipule que l'ampleur du fluage dépend de toutes les contraintes précédemment appliquées à l'éprouvette, et que l'effet de chaque contrainte est additif.

Le formalisme du principe est simple : on considère un matériau viscoélastique soumis à une contrainte $\sigma_{x,0}$, à l'instant zéro. Au temps t , la déformation induite par cette contrainte est donnée par l'expression suivante Mercier et al [72]:

$$\epsilon_x(t) = \sigma_{x,0} J_c(t) \tag{III.41}$$

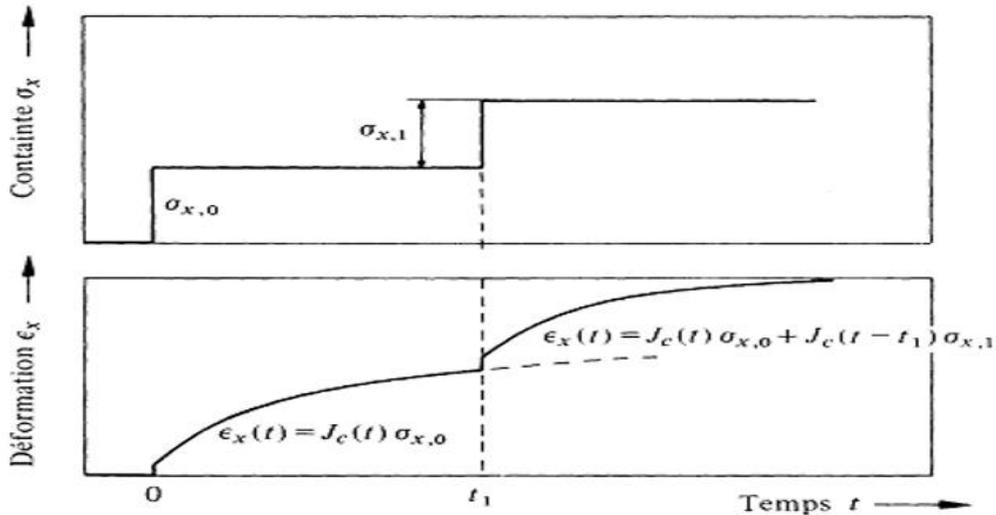


Figure III.12. Principe de Boltzmann Mercier et al [72].

Les déformations $\epsilon_{x,i}(t) = J_c(t - t_i) \sigma_{x,i}$ s'additionnent comme les contraintes $\sigma_{x,i}$. Si la contrainte σ_x est appliquée au temps t_1 à une autre éprouvette, l'équation de déformation s'exprime par:

$$\epsilon_x(t) = \sigma_{x,1} J_c(t - t_1) \tag{III.42}$$

On considère l'application successive des deux contraintes $\sigma_{x,0}$ et $\sigma_{x,1}$ à la même éprouvette aux temps $t=0$ et $t=t_1$. Le principe de superposition de Boltzmann postule que les deux sollicitations agissent indépendamment et que la déformation globale est la somme des deux déformations séparées:

$$\epsilon_x(t) = \sigma_{x,0} J_c(t) + \sigma_{x,1} J_c(t - t_1) \tag{III.43}$$

Avec J_c est la complaisance de fluage ; Cette superposition des déformations est représentée à la **Figure III.12**. L'équation (43) peut être généralisée au cas d'une sollicitation quelconque en décomposant celle-ci en une somme de sollicitations élémentaires. Donc, si entre les temps τ et $\tau + d\tau$, la contrainte varie d'un incrément $d\sigma_x$, cette contrainte élémentaire $d\sigma_x$ induira au temps $t > \tau$ une déformation $d\epsilon_x$ qui vaudra :

$$d\epsilon_x = J_c(t - \tau) d\sigma_x \tag{III.44}$$

La déformation globale au temps t s'obtient par intégration de l'expression (46):

$$\varepsilon_x = \int_0^{\sigma} J_c(t - \tau) d\sigma_x = \int_{-\infty}^t J_c(t - \tau) \frac{d\sigma_x}{d\tau} dt \quad (\text{III.45})$$

On prend comme borne inférieure d'intégration une valeur du temps égale à moins l'infini ($-\infty$) pour indiquer que toutes les sollicitations appliquées au préalable à l'éprouvette sont en principe à prendre en considération. Connaissant l'histoire de la déformation $\varepsilon_x(t)$, on calcule de manière entièrement analogue la contrainte au temps t :

Pour intégrer l'effet de toutes les sollicitations appliquées au préalable à l'éprouvette, on prend comme borne inférieure d'intégration une valeur du temps égale à $-\infty$. Cela signifie que l'on considère l'historique complet des sollicitations appliquées avant le temps t . En connaissant l'histoire de la déformation (t), la contrainte au temps t peut être calculée de manière analogue, en utilisant les mêmes principes de superposition et de réponse du matériau viscoélastique.

$$\sigma_x(t) = \int_{-\infty}^t E_r(t - \tau) \frac{d\varepsilon_x}{dt} dt \quad (\text{III.46})$$

Il faut noter que les fonctions σ_x et ε_x sont des fonctions continues et dérivables du temps et $E_r(t)$ est le module de relaxation. En appliquant le principe de Boltzmann, on a calculé la relation entre les fonctions caractéristiques $E_r(t)$ et $J_c(t)$. On a obtenu l'expression approchée suivante:

$$E_r(t) = \frac{\sin m \pi}{m \pi} \frac{1}{J_c(t)} \quad (\text{III.47})$$

Dans cette expression, m représente la pente de la fonction $\log J_c(t) - \log t$. Lorsque cette pente m tend vers zéro, cela signifie qu' $E_r(t)$ est l'inverse de $J_c(t)$. Ce cas correspond au comportement élastique idéal, qui est un cas particulier du comportement viscoélastique. Dans ce régime, la déformation est totalement réversible, sans dissipation d'énergie, caractéristique d'un matériau parfaitement élastique.

Conclusion

Ce chapitre est consacré à la modélisation du comportement viscoélastique des matériaux soumis à des charges mécaniques. Le concept de viscoélasticité et les modèles rhéologiques associés ont été explorés en détail. En outre, certains outils mathématiques essentiels pour les traitements numériques de l'analyse des lois régissant le fluage à long terme ont été abordés, notamment la méthode d'optimisation de Levenberg-Marquardt, le principe de superposition de Boltzmann et le modèle exponentiel, présenté sous la forme de la série de Prony.

**CHAPITRE IV :
CARACTÉRISATION
EXPÉRIMENTALE ET
NUMÉRIQUE DU
MATÉRIAU COMPOSITE**

Introduction

Les essais statiques sont une méthode fréquemment utilisée pour caractériser les propriétés mécaniques des matériaux, telles que leur résistance à la traction, à la compression ou à la flexion. Ces essais consistent à appliquer une charge constante sur l'échantillon à une vitesse constante jusqu'à ce que celui-ci se fracture ou atteigne sa limite de déformation. Ils peuvent être réalisés à différentes températures afin d'évaluer les propriétés des matériaux dans diverses conditions. De plus, ces essais peuvent être effectués dans différentes conditions de chargement. Ils sont largement utilisés pour évaluer les propriétés des matériaux avant leur utilisation dans des applications industrielles. Les données obtenues lors de ces essais sont utilisées pour concevoir des composants et des structures répondant à des exigences de performances spécifiques, ainsi que pour vérifier la conformité des matériaux aux normes et réglementations en vigueur.

Cependant, il est important de noter que les essais statiques ne fournissent qu'une évaluation des propriétés mécaniques à un moment donné et dans des conditions spécifiques. Les propriétés des matériaux peuvent varier en fonction de plusieurs facteurs, tels que la composition, la microstructure et les conditions de traitement thermique. Par conséquent, il est important de prendre en compte ces facteurs lors de la conception et de l'utilisation des matériaux.

IV.1. Essais de traction

L'essai de traction est couramment utilisé pour caractériser mécaniquement les matériaux, car il permet d'obtenir directement une loi de comportement, évitant ainsi les méthodes de calcul inverse. Cet essai permet de déterminer des grandeurs normalisées cruciales, telles que la contrainte à rupture, la contrainte maximale et les limites d'élasticité, qui sont indispensables dans les calculs de structure. Il constitue la méthode la plus répandue pour étudier le comportement mécanique des matériaux soumis à une sollicitation progressive, à faible ou modérée vitesse de chargement. L'essai de traction est particulièrement adapté pour évaluer la résistance des matériaux soumis à des contraintes de traction uniformément réparties sur toute la section de l'éprouvette. Il est réalisé sur des éprouvettes standardisées à l'aide d'une machine d'essai de traction Abdelatif et al [56].

IV.1.1. Traction du polymère

La courbe de traction typique du polyamide est caractérisée par une première zone linéaire élastique où la déformation est proportionnelle à la contrainte appliquée. Ensuite, une zone de déformation plastique se produit, où la déformation continue à augmenter mais la contrainte diminue. Cette zone est suivie par la rupture, où l'échantillon se rompt sous l'effet de la contrainte appliquée. Par conséquent, il est important de considérer les propriétés spécifiques de chaque type de polyamide pour comprendre sa courbe de traction particulière.

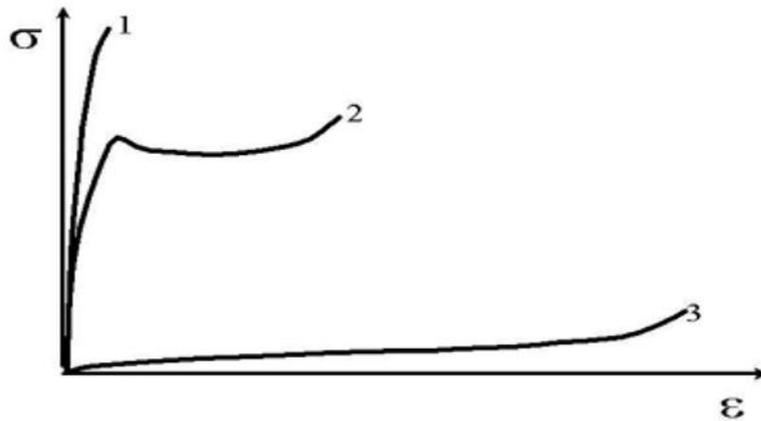


Figure IV.1. Courbes contrainte-déformation typiques de polymères en traction : 1- polymère fragile $T < T_g$, 2- polymère ductile $T < T_g$, 3- élastomère ou caoutchouc $T > T_g$ Ferry et al [73].

IV.1.2. Techniques de mesure

Les mesures réalisées dans cette étude reposent sur la méthode des déformations vidéo contrôlées. Nous avons opté pour un système de marquage composé de 4 tâches, comme montré dans la **Figure IV.2**. Lorsque l'échantillon est soumis à une force de traction, les tâches alignées dans le sens de la longueur s'éloignent, tandis que celles disposées en largeur se rapprochent. Le dispositif de mesure vidéo-métrique se compose d'une caméra (Figure IV.3) reliée à un ordinateur, permettant de suivre en temps réel l'évolution des tâches placées à la surface de l'éprouvette. L'acquisition des données permet de traiter les images reçues et de calculer les déformations correspondantes à l'aide du logiciel « Bluehill ».



Figure IV.2. Schéma descriptif de marquage des longueurs initiales pour le calcul de la déformation longitudinale ϵ_L et transversale ϵ_T à l'aide de vidéo-traction.



Figure IV.3. Dispositif optique d'enregistrement des données de l'essai par vidéo-traction.

Le but de la méthode est de déterminer la déformation longitudinale ε_L et la déformation transversale ε_T dans un élément de volume représentatif du matériau, où les contraintes et déformations sont supposées quasi uniformes. Ces déformations peuvent être calculées à partir du déplacement de chaque tâche. La différence des positions des tâches entre les différentes configurations permet de déterminer le mouvement et la déformation de l'échantillon. Les résultats peuvent être obtenus en temps réel pendant l'essai ou après l'acquisition et le traitement des images.

IV.2. Essai de flexion

Une méthode courante utilisée pour mesurer la résistance d'un matériau à la flexion. Le test est également connu sous le nom de test de flexion par trois points, car il implique la flexion d'un échantillon de matériau en utilisant trois points de support. Le test consiste à placer l'échantillon de matériau sur deux supports espacés à une distance fixe (La portée) et à appliquer une force au milieu de l'échantillon à travers un troisième support. La force appliquée provoque une flexion de l'échantillon, créant une courbure. La résistance à la flexion du matériau est déterminée en mesurant la charge nécessaire pour produire une certaine courbure ou déformation.



Figure IV.4. Montage d'essai de flexion sur une machine INSTRON 5969.

En ce qui concerne la forme de l'échantillon de verre, la norme ISO 1288-3 :2016 précise que l'échantillon doit être une barre de section rectangulaire et de longueur et largeur spécifiées. Les dimensions peuvent varier en fonction des spécifications de l'application ou des normes

spécifiques utilisées. Dans notre cas, la longueur de l'éprouvette est choisie en respectant la règle de cette norme « la longueur minimale est supérieur ou égale 20 fois l'épaisseur ».

Il est important de noter que différentes normes et spécifications peuvent s'appliquer selon le type de verre et l'application spécifique. Par conséquent, il est recommandé de se référer aux normes pertinentes pour des conseils spécifiques sur les conditions de cintrage du verre et les géométries des échantillons.

IV.2.1. Principe du test de flexion

La flexion trois points est un test mécanique classique. C'est le cas d'une poutre sur deux appuis simples (Appuis droits correspondant à une liaison particulière dans un problème plan), et comme il y a une charge concentrée au centre de la poutre, les appuis simples sont aussi en contact. Pour obtenir une poutre qui ne se déplace pas horizontalement, l'un des supports est souvent modélisé comme un point d'appui.

Les tests de flexion mesurent la résistance à la flexion, à la déformation et à la tension pour déterminer si un matériau convient à l'utilisation finale prévue.

Une caractérisation simple des principales propriétés mécaniques peut être effectuée. Ce test est principalement utilisé pour tester les matériaux fragiles car il évite les problèmes de comportement lors de la rupture des éprouvettes lors des tests de traction. Aussi appelé test de la barre transversale. Il s'agit de placer l'échantillon entre deux points ou appuis et de déposer la charge sur un troisième ou deux points supplémentaires. C'est ce qu'on appelle un test de flexion à 3 points ou un test de flexion à 4 points.

Différentes propriétés pourront être déterminées en fonction du matériau testé. Les résultats de l'essai de flexion montrent le comportement particulier du matériau à proximité de la surface testée. Les fléchissements mesurés sont quatre fois supérieures environ aux déformations enregistrées dans l'essai de traction.

Les résultats d'essai typiques sont :

- Calcul des contraintes et déformations de flexion ;
- Le module de flexion ;
- Rigidité à la flexion ;
- Résistance à la flexion ;
- La contrainte à un allongement de 3,5% ;
- Les contraintes et allongements à la limite d'élasticité et à la rupture éprouvette etc.

IV.2.2. Flexion de verre

Il faut noter que réaliser un tel essai sur le verre présente une réelle difficulté expérimentale. Dans la pratique, l'essai de flexion 3 points ou 4 points ou bien l'essai de compression est plus majoritairement utilisé avec les verres, car ils sont plus faciles à mettre en œuvre. Toutefois, ces derniers essais sont moins robustes et fiables que l'essai de traction.

Le verre est un matériau fragile et sa résistance à la flexion est relativement faible comparée à d'autres matériaux tels que les métaux et les plastiques renforcés. Cependant, le verre peut être

plié à froid (C'est-à-dire sans chauffage préalable) à des courbures légèrement inférieures à sa limite élastique, qui est la limite à partir de laquelle il ne peut plus retrouver sa forme d'origine après avoir été déformé.

Pour plier le verre à froid, il faut appliquer une force progressive sur une zone étroite de l'échantillon, généralement avec un outil de pliage, créant une courbure régulière. Cependant, la courbure maximale qu'il est possible d'obtenir dépend de nombreux facteurs tels que la composition chimique, la qualité de surface et l'épaisseur du verre.

IV.3. Essai de fluage

Le test de fluage (Creep test) est une méthode d'essai mécanique qui mesure la déformation sur l'axe du temps sous une charge constante. Ce test est souvent utilisé pour évaluer la résistance et la durabilité des matériaux soumis à des contraintes constantes pendant une période prolongée. Le test de fluage implique l'application d'une charge constante à un matériau, généralement à une température élevée, pendant une période prolongée. La déformation du matériau est mesurée à des intervalles de temps réguliers, ce qui permet de déterminer la courbe de fluage du matériau, qui est généralement représentée graphiquement en fonction du temps ou de la charge, en fonction de laquelle on peut calculer la vitesse de fluage et la résistance du matériau.

Pour être plus précis, le fluage fait référence à la déformation permanente et variable dans le temps des matériaux soumis à une charge ou une contrainte constante, ce qui est généralement indésirable et constitue souvent le principal facteur limitant la durée de vie. Il est important de souligner que le test de fluage ne mesure que la résistance à la déformation plastique et ne prend pas en compte la résistance à la rupture ou à la fatigue. Par conséquent, il doit être utilisé en combinaison avec d'autres tests pour évaluer la résistance totale d'un matériau.

IV.3.1. Prédiction du comportement de fluage

Le test de fluage conventionnel est considéré comme une méthode éprouvée pour recueillir des données de fluage. Cependant, le test n'est pas pratique car il est en temps réel. De nombreuses méthodes accélérées pour tester les propriétés viscoélastiques à long terme des composites polymères renforcés ou non, telles que le fluage et la relaxation ont été développées afin de réduire le temps nécessaire pour caractériser le comportement du matériau.

La plupart d'entre eux sont basés sur le principe de superposition temps-température-contrainte (TTSSP), ou sur une variante de celui-ci, qui implique la manipulation de la température : le principe de superposition dérivée temps-température (TTSP), de la contrainte appliquée : le principe de superposition temps-contrainte (TSSP), ou des deux afin de réduire la durée des tests. La méthode isotherme étagée (SIM) et la méthode isocontrainte étagée (SSM) sont des techniques de fluage accéléré couramment utilisés pour prédire les comportements de fluage à long terme des polymères et composites. Les tests TTSP et TSSP nécessitent plusieurs éprouvettes testées à différentes températures/contraintes, tandis que les tests SIM et SSM utilisent une seule éprouvette où la température/contrainte est augmentée périodiquement jusqu'à la rupture. La courbe de déformation par fluage étagée peut ensuite

être décalée dans le temps et par déformation pour produire une courbe de fluage maîtresse. Bien que ces méthodes soient des outils utiles pour prédire le fluage à long terme, l'inconvénient est le manque de lois mathématiques pour déterminer l'heure de début virtuelle et les facteurs de décalage temporel, en particulier pour différents matériaux.

Jusqu'à 20 ans, les données de fluage ont été déplacées horizontalement le long de l'axe du temps logarithmique jusqu'à ce qu'elles se superposent pour former une courbe principale continue à une température de référence. Cette courbe principale peut être utilisée pour prédire les performances du fluage sur une période prolongée. Le facteur de décalage correspondant, a_T a été décrit par Williams, Landel et Ferry, [74](Eq. IV.1), ainsi :

$$\varepsilon_0(t, T_{ref}) = \varepsilon\left(\frac{t}{a_T}, T\right) \quad (IV.1)$$

ε_0 représente la déformation à la température de référence T_{ref} , t est le temps, et ε la déformation à la température élevée, la complaisance est un outil fréquemment employé pour établir la courbe maîtresse et ainsi calculer le facteur de décalage a_T . La complaisance peut être exprimée par la relation suivante :

$$D(t, T_{ref}) = \frac{\varepsilon_0(t, T_{ref})}{\sigma} = \left(\frac{\varepsilon\left(\frac{t}{a_T}, T\right)}{\sigma}, T \right) = D\left(\frac{t}{a_T}, T\right) \quad (IV.2)$$

Les auteurs ont également défini l'équation WLF, qui fournit une description empirique du facteur de décalage a_T pour les polymères amorphes au-dessus de la température de transition vitreuse [T_g , $T_g + 100$ °C].

$$\log(a_T) = -\frac{C_1(T - T_{ref})}{C_2 + (T + T_{ref})} \quad (IV.3)$$

Dans cette situation, C_1 et C_2 représentent des constantes matérielles arbitraires dont les valeurs sont déterminées par le matériau et le choix de la température de référence T_{ref} , exprimée en Kelvin. Cependant, l'équation WLF n'est pas valable pour les polymères semi-cristallins à des températures inférieures à leur point de fusion. Seitz et al [75] Ont montré que dans ce cas, la description du facteur de décalage a_T suit une équation d'Arrhenius:

$$\log a_T = \frac{\Delta H}{2.303R} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_{ref}} \right) \quad (IV.4)$$

Où R est la constante universelle des gaz et ΔH est l'énergie d'activation. L'énergie d'activation peut être obtenue à partir de la pente de la courbe de $\log a_T$ en fonction de $1/T$.

IV.3.2. Principe de superposition temps-température (TTSP)

Il est souvent difficile de caractériser complètement des matériaux en conditions isothermes, car cela nécessiterait des mesures sur des périodes de temps excessivement longues. Pour surmonter cette difficulté, on utilise fréquemment le principe d'équivalence temps température. En effet, les processus viscoélastiques sont thermiquement activés ; augmenter la

température permet de les observer à des temps plus courts lors d'essais statiques, ou à des fréquences plus élevées lors d'essais dynamiques.

Pour prédire le fluage à long terme à partir d'essais à court terme, de nombreuses expériences ont été menées. Les méthodes les plus couramment acceptées utilisent le principe TTSP (Time-Temperature Superposition Principle), selon lequel le comportement viscoélastique à une température peut être lié à celui à une autre température en ajustant uniquement l'échelle de temps. En pratique, des tests de fluage à haute température sur de courtes périodes peuvent simuler le fluage observé à basse température sur une échelle de temps longue. Cette méthode consiste à décaler les segments de courbes obtenues à différentes températures le long de l'axe des temps. Le tracé des facteurs de décalage, proportionnels aux temps, en fonction de l'inverse de la température, fournit ainsi un outil très efficace pour la caractérisation des matériaux Letzelter et al [60].

Le concept d'équivalence Temps/Température peut être appliqué à certains polymères afin d'obtenir les courbes principales des modules. Les recherches menées par Williams Landel et Ferry [74] ont démontré, pour les polymères amorphes, qu'il existait une égalité entre les effets du temps et les effets de la température sur les propriétés mécaniques. Mathématiquement, il existe un paramètre noté a_T , appelé facteur de translation, qui dépend de la température de référence choisie.

$$P(t, T_{ref}) = P(t, a_T, T) \quad (IV.5)$$

Avec P les propriétés mécaniques, telles que le module de relaxation, viscosité, etc. La réalisation d'essais à différentes isothermes permet de construire les courbes maitresses grâce à ce principe d'équivalence.

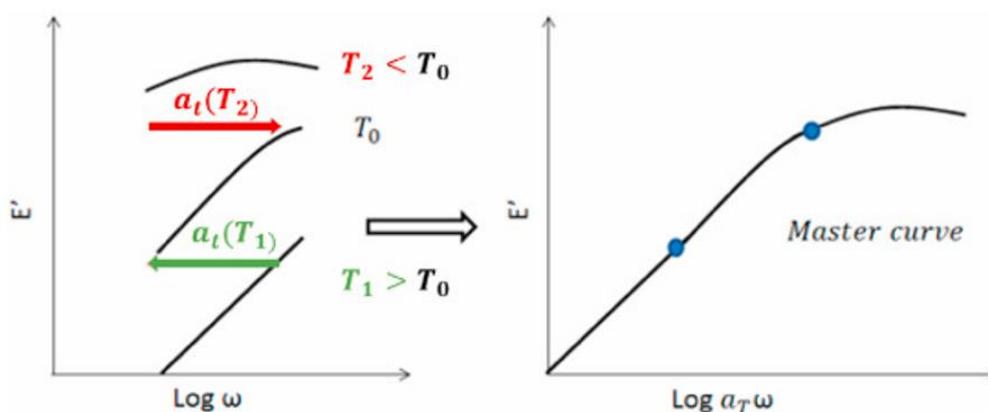


Figure IV.5. Schématisation du principe d'équivalence Temps/Température appliqué à la construction d'une courbe maitresse Johnson et al [62].

IV.3.3. Méthode isotherme étagée SIM

Il y a deux lacunes dans la méthode TTS décrite précédemment pour l'évaluation de fluage. Le problème opérationnel est que plusieurs chambres environnementales sont nécessaires pour prévoir des évaluations de température simultanées. La principale est si différente (Quoique représentatifs), des éprouvettes sont nécessaires pour chaque température évaluée.

CHAPITRE IV CARACTÉRISATION EXPÉRIMENTALE ET NUMÉRIQUE DU MATÉRIAU COMPOSITE

Les deux inconvénients ci-dessus ont été éliminés en utilisant la méthode isotherme, ou « SIM ». La méthode a été développée par TRI Environmental Laboratories à Austin, Texas par Scott Thornton et ses collègues [16]. Il a ensuite été étayé par Greenwood et al [76] et finalement adopté comme une norme de test d'abord par GRI (Global Reporting Initiative) et éventuellement par ASTM en tant que norme D6992.

Le concept de test utilise en effet des étapes de température élevées comme dans TTS mais maintenant dans une chambre climatique unique utilisant une seule éprouvette.

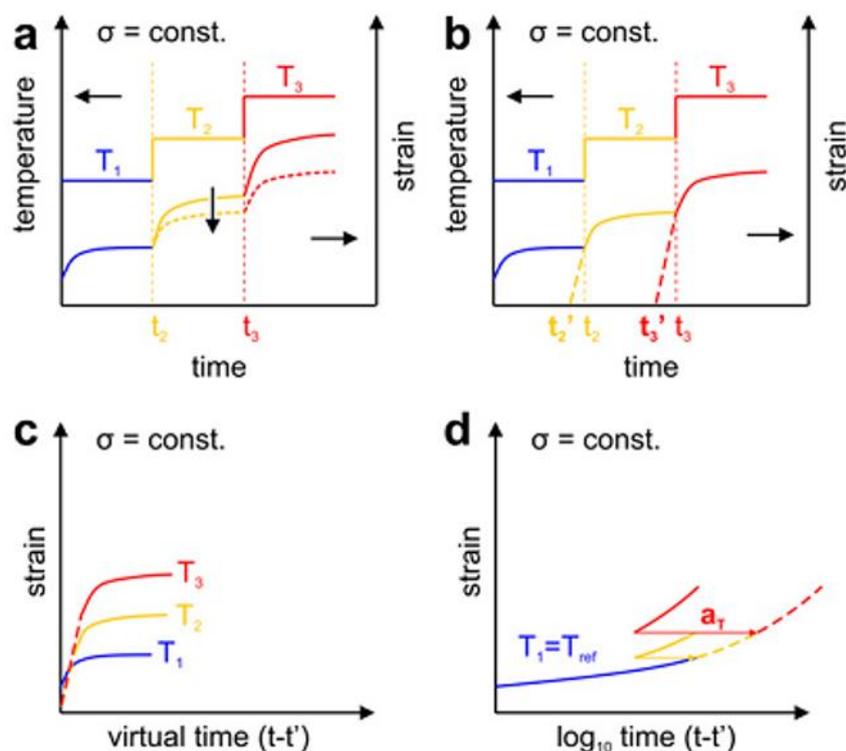


Figure IV.6. Principe de la méthode SIM Achernier et al [15].

IV.3.4. Méthode d'isocontrainte étagée (SSM)

Cette technique résulte du développement de plusieurs recherches antérieures et constitue une évolution de la méthode classique TSSP (Time-Temperature Superposition Principle). La méthode Stepped Iso-Stress Method (SSM) a été conçue pour corriger les limites des méthodes précédentes. Contrairement à l'approche classique, la méthode SSM nécessite au moins un spécimen pour chaque niveau de contrainte afin de produire un ensemble de courbes de fluage. Cependant, elle repose sur l'utilisation d'un seul échantillon, ce qui permet de réduire considérablement le nombre d'éprouvettes nécessaires Giannopoulos, Hadid, Miranda et al [17, 18, 21]. Le but de cette méthode est de créer une courbe maîtresse finale qui décrit le comportement de l'échantillon et peut être utilisée pour la prédiction à long terme. La technique SSM implique l'application de charges progressivement croissantes, à partir d'une charge initiale, appelée charge de référence σ , jusqu'à la contrainte de rupture finale ou l'arrêt de l'essai à un point prédéterminé.

Le test SSM peut être réalisé en 24 heures, ce qui constitue un gain de temps précieux. Il est essentiel de choisir judicieusement l'incrément de chargement et la durée de chaque étape, car ces paramètres influencent directement la précision et l'efficacité du test.

Les résultats des tests expérimentaux sont traités par phases pour créer une courbe finale maîtresse qui décrit le comportement de l'échantillon. Une courbe de fluage SSM typique est illustrée dans la **Figure IV.7.a**, où une séquence de chargement est appliquée à l'échantillon, avec une contrainte de saut d'étape $\Delta\sigma$ et un temps de maintien Δt , qui sont les paramètres clés pour la procédure de l'essai.

La méthode repose sur un ensemble de processus clairement définis qui permettent d'atteindre le résultat final, c'est-à-dire la courbe maîtresse. Ce processus peut être résumé comme suit :

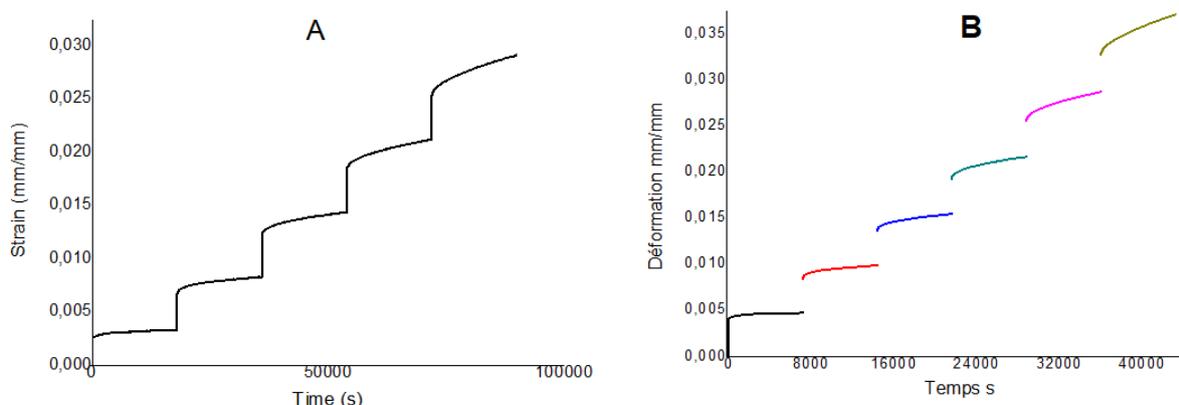
a) Réglage vertical initial

Au début de l'expérience, lorsque la contrainte est appliquée à l'échantillon, un glissement peut se produire au niveau du contact entre l'échantillon et la mâchoire de la machine. Une étape initiale d'ajustement vertical est donc nécessaire pour assurer un appariement précis du véritable point de départ de chaque courbe, comme illustré dans la **Figure IV.7.b**. Cela garantit que les mesures de déformation et de contrainte sont correctement alignées dès le début de l'essai, permettant ainsi d'obtenir des résultats fiables pour la courbe maîtresse.

b) Déplacement vertical

La base de la méthode SSM consiste à appliquer des sauts instantanés de la charge, en augmentant progressivement la contrainte pendant des périodes de temps déterminées. Lors de chaque passage à un niveau de charge supérieur, le changement est instantané, de sorte qu'aucune déformation réelle n'est immédiatement observée, comme montré dans la **Figure IV.7.b**. Cependant, un décalage de déformation apparaît, principalement dû à la nature élastique du matériau.

Cette étape repose sur l'effacement d'un élément d'élasticité, ce qui permet de relier le début de la courbe actuelle au point final de la courbe précédente, assurant ainsi la continuité du comportement viscoélastique dans la courbe maîtresse.



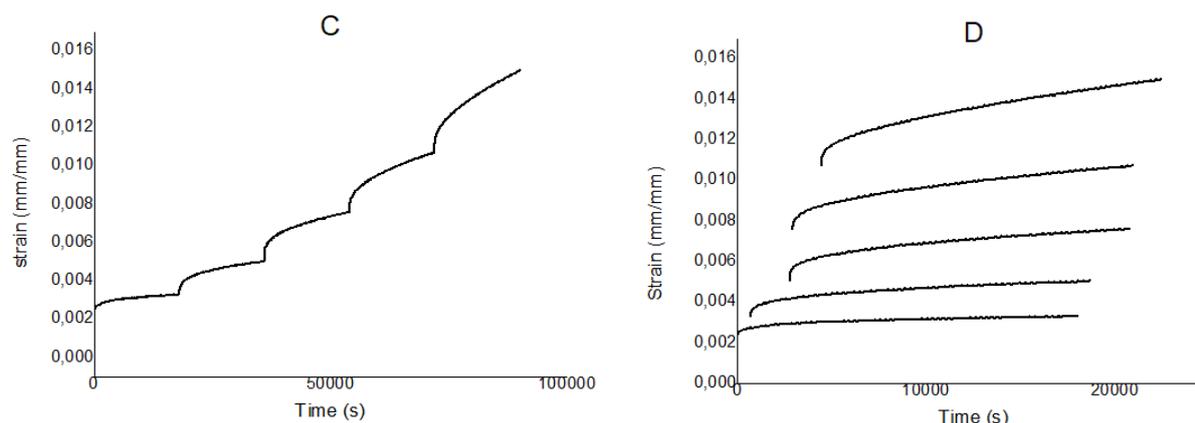


Figure IV.7. Procédure de SSM.

c) Remise à l'échelle

Cette étape est basée principalement sur la base de Boltzmann où chaque déformation est le résultat de la déformation actuellement appliquée plus les déformations appliquées dans les phases précédentes (Principe de Boltzmann). A la suite de ce processus de sujet tourne une série de courbes successives et interconnectées successivement à des courbes indépendantes reflètent chaque morceau d'entre eux au niveau de la contrainte appliquée au cours de l'expérience Fig.IV-7d. A condition que tous les niveaux de chargement sauf la contrainte de référence, cela correspond généralement au premier niveau.

L'objectif de cette étape est de rechercher un temps de remise à l'échelle qui reflète physiquement le point de début de chargement, en supposant que l'essai ait été réalisé sous la même contrainte, mais sur une éprouvette qui n'a pas été soumise à une contrainte antérieure. Selon le principe de superposition temps-température (TTSP), ce prétraitement est crucial pour satisfaire les conditions du principe de Boltzmann, permettant ainsi d'unifier les résultats expérimentaux.

Pour calculer les temps de remise à l'échelle, des modèles mathématiques ont été développés afin d'ajuster les courbes de fluage à court terme. Cela se fait en minimisant la somme des écarts entre les données expérimentales et les modèles ajustés, permettant ainsi de relier de manière cohérente les comportements de fluage à différents temps et températures.

d) Déplacement horizontal

Le décalage horizontal correspond à un déplacement des courbes en fonction du temps logarithmique. Il peut être calculé en déterminant le facteur de décalage α_σ , qui est le rapport entre le temps nécessaire à un processus viscoélastique pour se produire à une contrainte donnée et le temps nécessaire pour le même processus à une contrainte de référence. L'estimation du facteur de décalage α_σ et le déplacement des valeurs de déformation sur l'axe du temps à chaque niveau de contrainte seront détaillés dans le dernier chapitre.

Remarque : La remise à l'échelle et le décalage logarithmique peuvent être effectués graphiquement, cependant il est préférable de suivre une procédure numérique à chaque niveau de contrainte Giannopoulos et al [18].

Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté une brève description des tests statiques telles que la traction, la flexion et le fluage que ce soit conventionnel ou le fluage à contrainte étagé (SSM). De plus, quelques techniques innovantes destinées à l'accélération du test de fluage, telles que TTSSP, TTSP, SIM ont été détaillées. Les étapes à suivre durant l'application de la méthode SSM sont présentées, d'où une attention particulière est donnée au choix des fonctions mathématiques d'ajustement à utiliser. Cela a un effet crucial sur la précision de l'ensemble de la technique, en particulier sur la durée de prédiction du comportement du matériau étudié.

A cet effet, une fonction exponentielle a été proposée et sera examinée dans la suite de notre travail afin d'apporter un plus par rapport aux travaux déjà effectués.

**CHAPITRE V :
SYNTHÈSES &
DISCUSSION**

Introduction

Ce chapitre a pour objectif d'approfondir la compréhension du comportement mécanique du composite à base de matrice PA6 vierge et de particules de verre recyclées (PVR). Il s'agit d'analyser les principaux mécanismes expérimentaux et d'identifier les différences de propriétés mécaniques présentes dans ce matériau. Avant de procéder à la fabrication du nouveau composite, décrite dans le chapitre II, il est essentiel d'exécuter des tests sur un matériau similaire déjà disponible sur le marché, dans son état final. Cela permet de vérifier les conditions initiales sur lesquelles ce matériau a été analysé par des méthodes expérimentales précédentes et de le considérer comme un échantillon de référence. Ce chapitre se résume en deux idées :

1. Reproduire le comportement viscoélastique du polyamide PA6 commercial (Plaque TECAMID6), par des expériences mécaniques statiques pour déterminer les propriétés générales, ainsi que certains paramètres pour des expériences ultérieures, comme le fluage. Dans la deuxième section du travail, les mêmes expériences dans les mêmes conditions comprendront des échantillons du matériau composite que nous fabriquons, mais plus en détail. Par la suite, une étude du comportement mécanique de verre, qui est le renfort de composite, sera menée à travers le test en flexion à trois points. L'étude de comportement mécanique de matériaux composites élaborés consiste à l'analyse de la réponse des matériaux en traction, que ce soit vierge ou avec renfort de verre. L'effet de la taille des particules de verre sur le comportement de composites est un paramètre à analyser dans la cette section.
2. Prédire le comportement à long terme des matériaux composites élaborés soumis à différents niveaux de chargement. Cette partie de travail inclut une analyse complète des modèles de prédiction améliorés pour le matériau sans et avec l'addition de verre et aborde également l'effet de la granulométrie des particules sur le fluage de composites.

L'étude expérimentale est composée de deux parties :

1. Dans la première partie, tout d'abord, nous commençons des expériences sur des échantillons PA6 TECAMID 6 sous forme des plaques , pour être une référence pour les travaux ultérieurs sur le matériau que nous voulons produire, et pour confirmer tous les résultats qui ont été mentionnés dans les articles précédents sur les propriétés mécaniques du polyamide, et puis, une fois la mise en œuvre des composites effectuée, une campagne d'essai de caractérisation en statique est lancée (traction monotone uniaxiale, et traction à différentes vitesses de sollicitations...etc), de même pour valider cette nouvelle famille de composites et permettre une bonne comparaison avec les matériaux précédents.
2. La 2^{ème} partie traite du comportement en fluage classique et le fluage à contrainte échelonné SSM sous une sollicitation de traction des matériaux Polyamide chargé et celui non chargé, le fluage classique utilisé comme matériau de référence. L'objectif est d'illustrer les résultats par l'utilisation des différents critères de suivi.

V.1. Procédure expérimentale

V.1.1. Récapitulatif des tests

L'essai de traction est le test qui présente plus d'intérêt et le plus utilisé dans la caractérisation du comportement des composites en raison de sa facilité de traitement et d'analyse des résultats. Pratiquement, cet essai permet de déterminer le module élastique E , la limite élastique R_e ou σ_Y (Yield stress), le coefficient de Poisson et la résistance et la déformation maximales en traction R_{max} et ϵ_{max} , respectivement. En outre, il permet d'établir des lois de comportement fiables et présente une bonne reproductivité des essais.

Pour le matériau de renfort 'le verre', on a procédé au test de flexion pour déduire les caractéristiques générales et donc avoir une idée sur les particules (Pour l'impossibilité de déterminer les propriétés mécaniques d'un matériau sous forme de particules, la solution la plus proche est d'étudier les propriétés du matériau d'origine).

Des essais de relaxation-recouvrance sur le matériau polyamide avec changement des valeurs de la déformation (Le paramètre qui contrôle l'expérience) au but de déduire le caractère viscoélastique du matériau.

On a réalisé, aussi des essais de fluage classique de durée de deux heures à température constante (Condition climatique normale de la région) pour chaque charge.

En fin, on a réalisé des essais de fluage à contrainte étagées SSM (La technique isostress stepped method) pour prédire le comportement mécanique à long terme de polyamide.

Le mode de chargement utilisé pour les éprouvettes est la traction uniaxiale. À l'aide d'une instrumentation optique, les positions de 4 marqueurs blancs dessinés sur les éprouvettes sont capturées, ce qui permet de suivre leur déplacement durant l'essai de traction. Ainsi, les déformations longitudinales vraies (ϵ_L) et transversales (ϵ_T) peuvent être calculées en fonction de la force appliquée.

Selon notre plan de travail on a choisi des contraintes (5, 10, 15, 20, 25 et 30MPa) et avec temps de maintien de 2 heures, pour les deux types de fluage. Ces valeurs sont liées aux expériences de fluage de matériau sans renforts uniquement en ce qui concerne les échantillons contenant des renforts en verre dans le fluage SSM; Les valeurs différeront légèrement tout en conservant les mêmes nombre de niveaux de changement de charge (Contrainte) qui est égal cinq.

Afin d'assurer la répétabilité des essais présentés, les éprouvettes seront conservées à une température constante de 25 °C, à l'abri de l'humidité. Avant chaque expérience, les échantillons nécessaires seront séchés directement dans une étuve pour éviter toute absorption d'humidité qui pourrait influencer les résultats des essais.

V.1.2. Conditions expérimentales

Les polymères, et en particulier le PA6, qui est très hydrophile, sont sensibles aux variations environnementales. Afin d'assurer la répétabilité des résultats expérimentaux, il était essentiel de contrôler les conditions environnementales pendant les essais. Ainsi, tous les essais présentés dans ce travail ont été réalisés à température et humidité contrôlées ($25^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ et

50% \pm 0,5%), dans une salle dépourvue de toute source de lumière, à l'exception de celle nécessaire au suivi de l'essai.

V.1.3. Géométrie

La norme ISO-527-2 définit les dimensions et la forme des éprouvettes à utiliser pour les essais de traction des thermoplastiques, permettant d'obtenir des propriétés mécaniques comme la résistance à la traction, la limite d'élasticité, et la déformation. Pour garantir des résultats comparables et fiables, il est crucial de respecter ces spécifications. Les dimensions exactes des éprouvettes définies dans cette norme sont représentées par la **Figure V.1**, mais elles incluent typiquement des sections spécifiques pour la zone de traction et les extrémités adaptées à la fixation dans la machine d'essai.

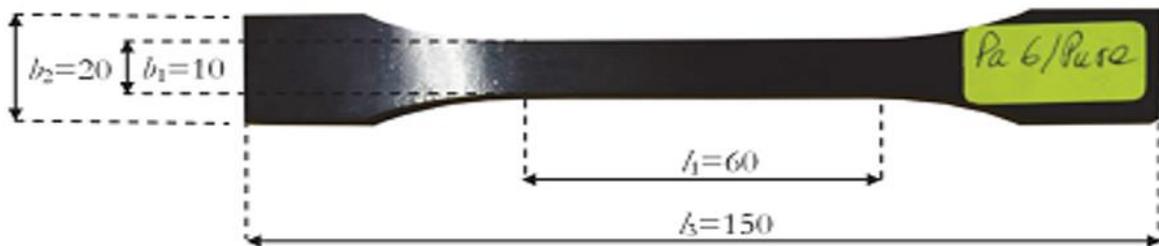


Figure V.1. Géométrie d'une éprouvette haltère (Norme ISO 527-2).

Tableau V.1. Dimension de l'éprouvette de polyamide extrudé (mm).

b_2 (Largeur max)	20
b_1 (Largeur min)	10
B_2 (Largeur max)	20
l_3 (Longueur max)	150
L_2 (Longueur entre les épaulements)	108
l_1 (Distance entre les points tangents)	60
L_0 (Normalisée)	50
Epaisseur	4

Il convient de mentionner qu'il existe une différence d'épaisseur des échantillons entre ceux prélevés sur la source commerciale TECAMID 6, qui a une épaisseur de 7 mm, tandis que les échantillons provenant du matériau que nous avons fabriqué PA6 extrudé sont de 4 mm.

En ce qui concerne les échantillons de verre destinés aux expériences de flexion, ils prennent la forme rectangulaire (Le verre est difficile à former sous une forme haltère) et les dimensions des échantillons sont indiqués dans le tableau suivant :



Figure V.2. Eprouvette de verre pour le test de flexion.

Tableau V.2. Les dimensions de l'éprouvette de verre en mm (Norme ASTM C158).

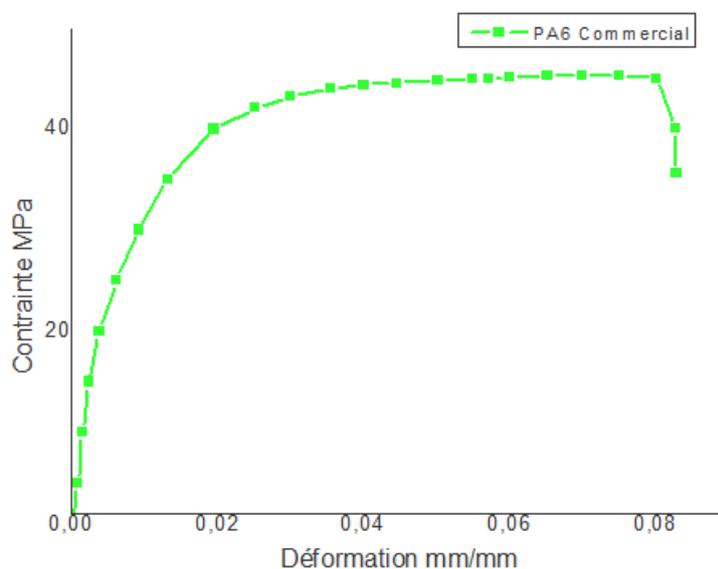
Epaisseur (h)	4,9
Largeur (b)	20
Portée de support (l)	120
Longueur total	160
Déplacement finale max	0.32
Vitesse de l'essai (mm/min)	0,5

V.2. Caractérisation de PA commercial (TECAMIDE)

V.2.1. Traction monotone

Les essais de traction ont été effectués sur une machine universelle d'essai mécanique type « INSTRON modèle 5969 » assistée par un microordinateur et logiciel de traitement des données Bluehill3. Les éprouvettes sont préparées selon les spécifications de la norme la norme ISO-527, ASTM D-638. L'éprouvette de géométrie parfaitement définie est encastrée à deux extrémités dans des mâchoires. L'une de ces mâchoires est fixe, l'autre est mobile qui est reliée à un système d'entraînement à vitesse de déplacement égale à 1 mm/min. Les essais ont été effectués dans les conditions normales de température et de pression.

Les essais de traction ont été effectués sur les éprouvettes de la marque TECAMID dont les dimensions sont données [77]. Les tests ont été effectués au moins quatre fois pour chaque spécimen et les résultats ont été moyennés arithmétiquement. La limite d'élasticité, le module d'élasticité, le pourcentage d'allongement et les valeurs de ténacité des plastiques ont été déterminés.

**Figure V.3.** Courbes Contrainte/Déformation du matériau PA commerciale (TECAMID).

En général, la forme de la courbe obtenue est une forme normale de réponse polymère dans des conditions de température identique, avec des informations qui peuvent être extraites telles que la valeur limite de proportion linéaire 25MPa, la valeur maximale de contrainte est de 45MPa, ainsi une valeur maximale de déformation (Allongement %) avant rupture 8.2% et un module de Young environ 3000MPa.

V.2.2. Effet de la vitesse de déformation

Les essais de traction ont été réalisés à trois vitesses de sollicitation différentes (0.02, 0.06 et 0.1 mm/min) afin d'étudier leur influence. Bien que la plage de vitesses ne soit pas très large, l'objectif principal est d'analyser l'impact de la vitesse de sollicitation sur les essais de fluage qui seront effectués à une vitesse compatible avec les capacités de la machine. Ainsi, l'étude se concentre sur une décade de vitesses, suffisamment large pour couvrir toutes les variations de la vitesse de sollicitation pendant la mise en charge des essais de fluage.

L'effet de la vitesse de déformation sur le comportement mécanique du PA6 est observé à travers des essais de traction quasi-statiques réalisés à température constante (25°C). Les courbes contraintes/déformations, tracées pour différentes vitesses de déformation, montrent la dépendance de la contrainte à la vitesse de sollicitation, ce qui confirme le caractère viscoélastique du matériau.

Ces courbes se divisent en trois parties distinctes : Une première zone où le matériau présente un comportement élastique linéaire, une deuxième zone où le matériau devient élastique non linéaire et une troisième zone qui correspond à un plateau endommagé, se terminant par la rupture du matériau.

Le seuil entre les zones I & II est approximativement égal à une déformation de $\varepsilon = 0.005$ avec une contrainte $\sigma = 23\text{MPa}$, Alors que le seuil entre la deuxième et la troisième partie est une valeur approximative de $\varepsilon = 0.045$ et $\sigma = 45\text{MPa}$.

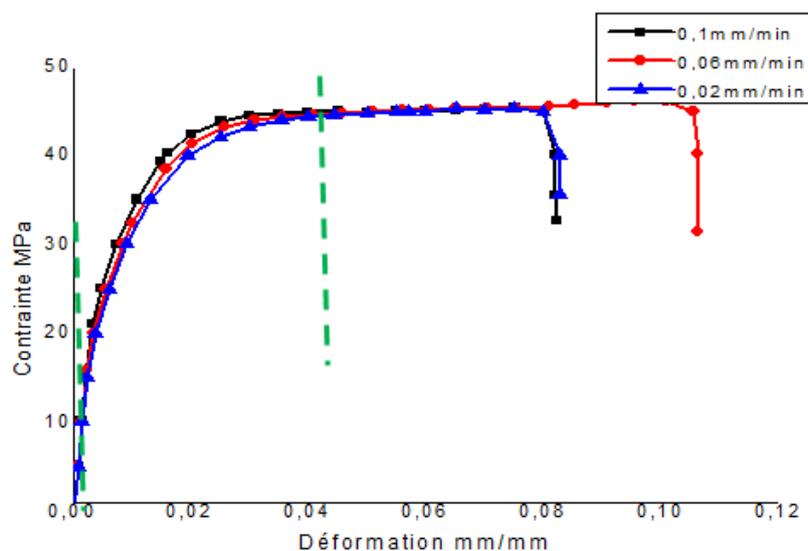


Figure V.4. Effet de la variation des vitesses de sollicitation sur la traction de PA6.

Dans cette gamme de vitesses de déformation, les courbes de traction se superposent lors des premiers instants, ce qui indique que l'effet de la vitesse sur le comportement élastique est négligeable. Une première observation peut donc être faite : la vitesse de déformation n'affecte pas significativement l'évolution du comportement élastique du PA6.

Les courbes présentent également un "crochet de traction", observé au début de la plasticité. Ce phénomène pourrait être à l'origine d'une instabilité plastique causée par l'accumulation d'une variation de volume critique ou un nombre de craquelures critique. De plus, les seuils apparents de plasticité, définis par les sommets des crochets de traction, augmentent légèrement avec la vitesse de sollicitation.

Une fois le crochet de traction dépassé, toutes les courbes présentent un plateau plastique, suivi par un durcissement structural du matériau, surtout à de grandes déformations, ce qui génère le phénomène d'écrouissage.

En résumé, l'allure des courbes de traction montre que, après un domaine élastique linéaire (où la contrainte est proportionnelle à la déformation), le matériau adopte un comportement visqueux avec une augmentation non linéaire de la contrainte en fonction de la déformation. La contrainte maximale augmente avec la déformation jusqu'à atteindre une valeur limite, appelée contrainte d'écoulement plastique, qui marque la transition vers le domaine viscoplastique.

La chose la plus importante qui peut être vue dans la figure montrée, et malgré le changement des vitesses de traction utilisées (0.1, 0.06 et 0.02 mm/min), il y a une coïncidence et une concordance complète dans les première et dernière régions des trois courbes. Bien qu'il y ait un écart dans les résultats dans la deuxième région, on peut le remarquer plus précisément sur la **Figure V.5** (Zoom), où il s'avère qu'il existe une proportion directe entre l'augmentation de la vitesse et l'augmentation de l'amplitude dans la courbe, ce qui est un caractère qui distingue les matériaux viscoélastiques et est cohérent avec les résultats de recherches antérieures.

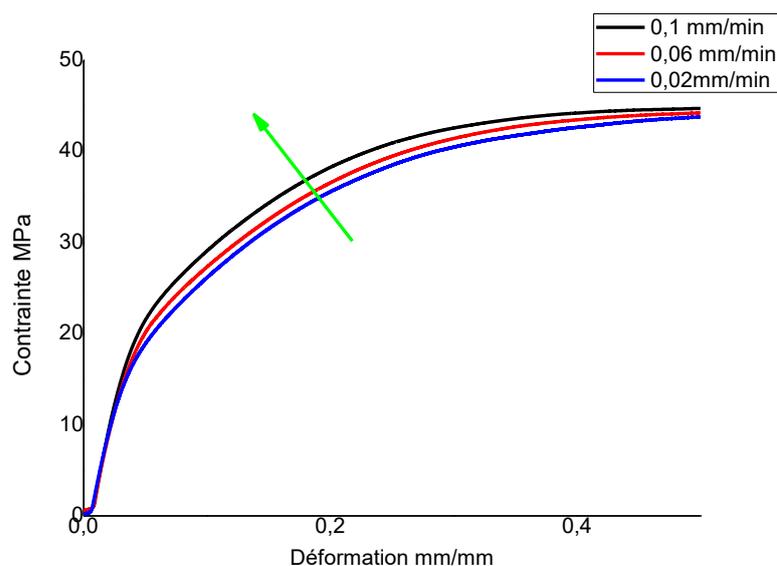


Figure V.5. Zoom de la zone élastique non-linéaire.

D'après les observations faites sur la Figure V.5, il est clair qu'il n'y a pas d'influence significative de la vitesse de sollicitation pour des niveaux de contrainte inférieurs à 20 MPa. Les essais montrent une bonne reproductibilité dans cette plage. Le comportement est relativement linéaire jusqu'à 30 MPa, où un pic de contrainte de 42 MPa est atteint à environ 0,3% de déformation. Ensuite, la contrainte diminue légèrement avant d'atteindre un plateau viscoplastique où la contrainte reste relativement stable. À partir de 0,08% de déformation, la rupture finale de l'éprouvette commence à s'initier.

En ce qui concerne l'effet de la vitesse de sollicitation, deux points clés peuvent être relevés :

- Le seuil du plateau viscoplastique diminue avec l'augmentation de la vitesse de sollicitation.
- La limite à la rupture diminue également avec l'augmentation de la vitesse de sollicitation.

Ces observations suggèrent que l'accélération du taux de sollicitation influence la déformation du matériau et peut entraîner une réduction de la résistance à rupture, ce qui est typique pour les matériaux viscoélastiques où les processus de déformation sont thermiquement activés.

V.2.3. Relaxation de polyamide

Un matériau viscoélastique est caractérisé par son comportement combinant des propriétés visqueuses et élastiques. Il présente des propriétés de déformation rémanente (Visqueuses) ainsi que des propriétés de récupération élastique après une déformation. Pour déterminer si un matériau est viscoélastique, on peut effectuer des essais de relaxation **Figure V.6** qui mesurent la réponse du matériau à une déformation constante appliquée (0.1 mm/mm) pendant une période de temps donnée (18000 s).

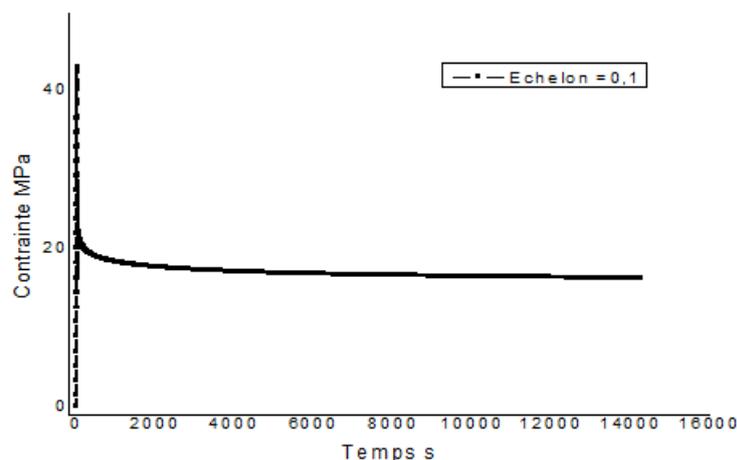


Figure V.6. Courbe de l'essai de relaxation de polyamide.

Les caractéristiques d'une courbe de relaxation d'un matériau viscoélastique peuvent varier en fonction de la nature spécifique du matériau et des conditions de test. Cependant, les caractéristiques générales que l'on peut observer :

- La courbe de relaxation d'un matériau viscoélastique présente généralement une décroissance exponentielle de la contrainte au fil du temps. Cela signifie que la relaxation de la contrainte suit une fonction exponentielle décroissante ;

- Une courbe de relaxation viscoélastique présente généralement un temps caractéristique, également appelé temps de relaxation. Ce temps caractéristique représente la période de temps nécessaire pour que le matériau atteigne une relaxation significative de la contrainte ;
- Un matériau viscoélastique peut présenter une déformation rémanente, c'est-à-dire une déformation qui persiste après la fin de la contrainte appliquée. Cela se manifeste par une relaxation partielle plutôt que par un retour complet à l'état initial ;
- La relaxation dans un matériau viscoélastique peut dépendre du temps. Cela signifie que la relaxation observée peut varier en fonction de la valeur de la déformation appliquée, de la durée de l'essai de relaxation et de la durée entre les essais de relaxation successifs.

Généralement les caractéristiques de la courbe de relaxation peuvent être sensibles aux conditions de test telles que la température, la fréquence de chargement, la déformation appliquée, etc. Des variations de ces conditions peuvent entraîner des changements dans la forme et l'amplitude de la courbe de relaxation.

V.2.4. Effet de la déformation sur la relaxation

Le changement de la valeur constante de la déformation appliquée (Les échelons de déformation 0.1, 0.2 & 0.6 mm/mm) sur le polyamide peut avoir une influence sur la courbe de relaxation de ce matériau:

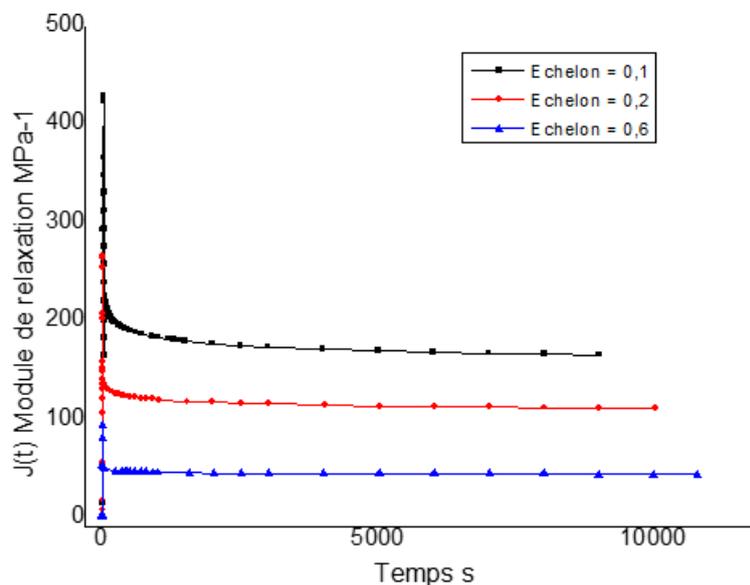


Figure V.7. Effet de changement de l'échelon de la déformation sur la relaxation.

D'après la courbe résultante on peut déduire :

- En augmentant la valeur constante de la déformation, on peut s'attendre à observer une amplitude de la contrainte maximale de relaxation plus importante dans la courbe (53 MPa pour $\epsilon=0.2$ et 56 MPa pour $\epsilon=0.2$ au lieu de 42 MPa). C'est une conséquence inévitable, et sa réflexion dans cette augmentation de la courbe est logique, car pour

atteindre une plus grande déformation, il faut un plus grand effort. Cet effet amplifié et très claire si on le constate à partir du module de relaxation $J(t)$ (428, 265 et 94 MPa^{-1} pour 0.1, 0.2 et 0.6 comme des échelons de déformation respectivement).

- L'accroissement de la déformation (Entrée) peut augmenter la contrainte résiduelle, c'est-à-dire la déformation qui persiste après la fin de l'essai. Cela signifie que même après la relaxation, le polyamide peut conserver une contrainte résiduelle plus importante (on a 26 MPa pour $\varepsilon=0.6$, 21 MPa pour $\varepsilon=0.2$ et 16 MPa pour $\varepsilon=0.1$).
- Une augmentation de la déformation appliquée peut également avoir un effet sur le temps de relaxation du polyamide. Généralement, une déformation plus élevée peut accélérer la relaxation du matériau, réduisant ainsi le temps nécessaire pour atteindre une relaxation significative, voir **Figure V.7**.

Ces effets peuvent varier en fonction des caractéristiques spécifiques du polyamide, telles que sa formulation, sa structure moléculaire, sa température de test, etc.

V.3. Etude de PA6 pure extrudé

V.3.1. Traction monotone

La forme générale de la courbe de traction de ce matériau présenté sur la **Figure V.8** est similaire à ce qui a été mentionné dans les travaux précédant, où la première partie reflète la proportion entre la déformation en fonction de la contrainte d'une manière purement linéaire croissante avec un pente qui représente le module de Young de notre polyamide vierge (Pure) $E=1400$ MPa (Au-dessous d'une contrainte est 33 MPa et une déformation de 3%). Après cette zone, il y a une proportionnalité, mais avec moins d'intensité, qui est une forme qui caractérise le comportement viscoélastique jusqu'à un certain point, à l'environ de 50MPa de contrainte où cette proportion change totalement et devient non linéaire, elle continue de cette manière presque constamment, à laquelle la valeur de la charge est maximale à 61MPa, avec un maintien de déformation jusqu'à la rupture de l'éprouvette.

Les résultats de traction pour le matériau PA "extrudé et pure".

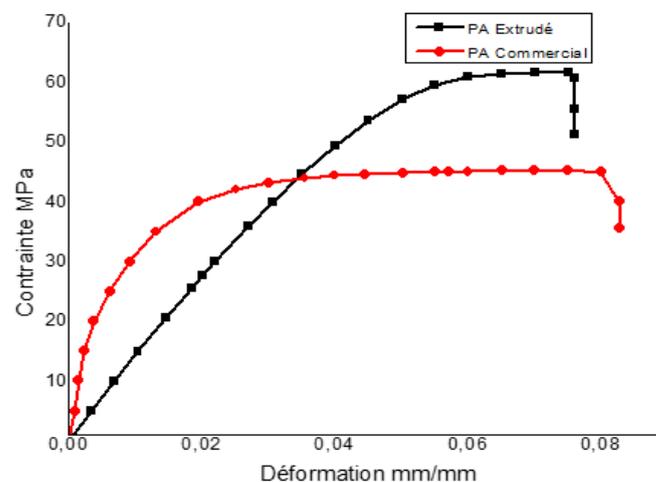


Figure V.8. Traction monotone de PA6 pure extrudé.

Si l'on considère les propriétés mécaniques indiquées dans le **Tableau V.3**, on peut conclure :

- Une diminution de la valeur du module de Young, qui est une propriété mécanique très importante pour le choix et l'utilisation des matériaux. La raison principale est que le PA6 commercial est renforcé par des fibres de verre qui sont responsables de ce rôle dans le composite ;
- Augmentation de la contrainte ultime de rupture de polyamide extrudé par 50% ;
- L'allongement de notre polyamide, est presque identique avec la version commerciale malgré que le matériau est pur et n'avons pas ajouté l'élément responsable de ce rôle, qui est le plastifiant donc une possibilité plus d'allongement en cas d'utilisation de plastifiant.

Tableau V.3. Caractéristiques mécaniques de PA commerciale et celui extrudé.

Matériau	E (MPa)	ϵ_r (%)	σ_{\max} (MPa)
PA Extrudé	1400	7,6	62
PA Commercial	3000	8.2	45

V.3.2. Essai de flexion du verre

Le comportement du verre est celui d'un matériau fragile, ce qui est confirmé par la courbe caractéristique linéaire représentée sur la **Figure V.9**, d'où différentes propriétés mécaniques pourront être déterminées pour le matériau testé. Les résultats de l'essai de flexion montrent un comportement élastique dommageable. Le verre utilisé représente un module de Young de 62 GPa, une résistance à la traction de 48MPa et une déformation à la rupture égale 0.075%.

Malheureusement, il n'existe aucun moyen précis pour confirmer que les propriétés mécaniques testées sont celles des particules utilisées comme renfort à notre matériau composite. L'avantage des expériences ultérieures est de trouver, d'analyser et d'évaluer cet effet composé en combinant les deux matériaux.

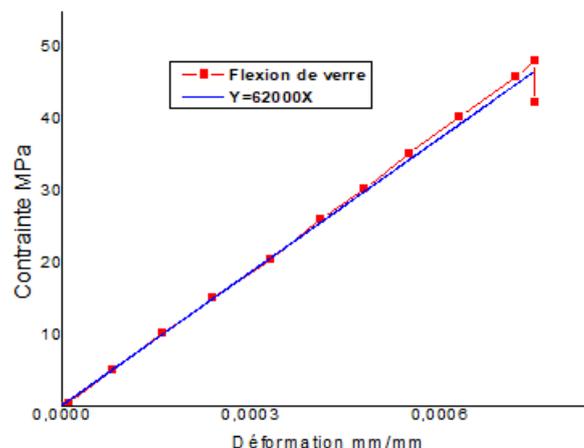


Figure V.9. Flexion d'échantillon de verre.

Généralement, le comportement du verre dépend du processus de fabrication, la géométrie de produit. Par exemple changer la forme de l'échantillon en un fil ne donne pas la même propriété.

V.3.3. Essai de traction de composites

La **Figure V.10** présente les courbes contrainte-déformation des cinq configurations de composites renforcées par des particules de verre, avec différentes tailles de particules. Trois échantillons d'éprouvettes de composite ont été testés pour chaque configuration, et la courbe la plus significative de chaque essai a été tracée pour chaque composite.

L'analyse porte sur les paramètres suivants : Le module d'Young (E), qui caractérise la rigidité du composite, permet de mesurer la résistance du matériau à la déformation élastique sous sollicitation. Une valeur plus élevée de E indique une plus grande rigidité, la contrainte ultime (σ), qui représente la résistance maximale du composite avant rupture. Elle est obtenue au point culminant de la courbe de contrainte-déformation, l'allongement à la rupture (ϵ_r ou $A\%$), qui représente la déformation maximale du composite avant rupture. Il donne une idée de la ductilité du matériau.

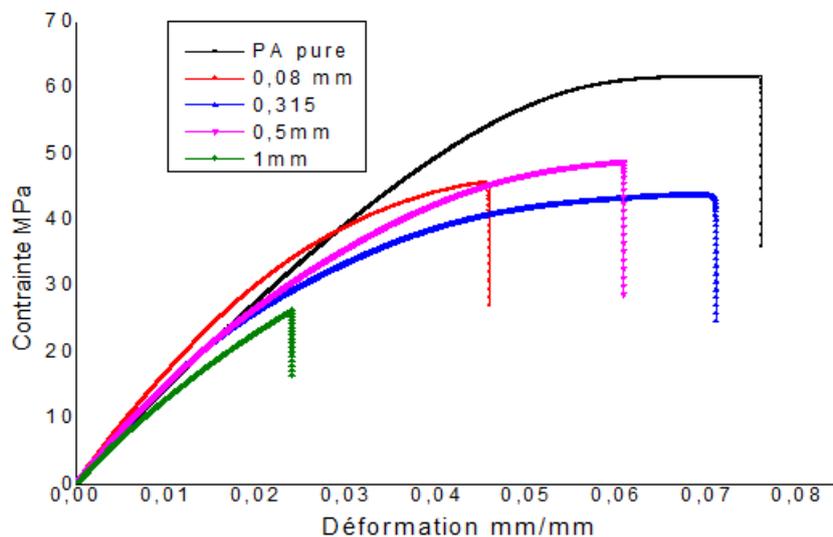


Figure V.10. Courbes contrainte-déformation des matériaux non chargé et chargé par PVR.

Ces paramètres sont essentiels pour caractériser les composites renforcés par des particules de verre, car ils permettent de comprendre l'impact de la taille des particules de verre sur le comportement mécanique du matériau. Une analyse approfondie de ces courbes permettra de mieux comprendre comment les différentes configurations de renfort influencent les propriétés du composite.

L'effet de la taille des particules de diamètre moyen : 1, 0.5, 0.315 et 0.08 mm, sur le module d'élasticité des composites PA6/PVR est présenté dans la **Figure V.10** et l'histogramme sur la **Figure V.11**. Généralement on voit que le module est peu affecté par la taille des particules dans la gamme étudiée :

Les résultats montrent que les composites contenant des particules de verre recyclées (PVR) de 0.08 mm et 0.5 mm présentent les meilleures rigidités, avec des pentes plus accentuées dans la zone élastique par rapport aux autres composites. Cela indique que ces composites sont plus rigides, ce qui se traduit par un module d'Young plus élevé.

En revanche, le PA6 pur affiche un module d'Young relativement faible, ce qui le rend moins rigide que les composites renforcés par les PVR. Concernant la contrainte à la rupture, les composites avec des particules de 0.5 mm et 0.315 mm de PVR montrent les meilleures performances, avec des contraintes à la rupture avoisinant 45 MPa. En comparaison, le composite 1, avec des particules de 0.08 mm, présente une contrainte à la rupture plus faible, autour de 27 MPa, ce qui suggère que la taille des particules de verre joue un rôle clé dans la résistance à la rupture.

Enfin, la déformation à la rupture est plus élevée pour le PA6 pur et pour le composite avec des PVR de 0.315 mm, avec des valeurs de 0.076% et 0.072%, respectivement. Cela indique que ces matériaux sont plus ductiles, avec une capacité de déformation plus importante avant la rupture, comparé aux autres composites renforcés par des PVR plus petits

On remarque que les cinq matériaux ont pratiquement, la même allure, vu que les courbes se superposent. Les allures présentent la même réponse suite à la sollicitation de traction. En effet, on remarque que les cinq courbes présentent les deux phases d'une courbe de traction classique, à savoir :

- **Une partie linéaire élastique** : avec une pente qui diffère d'un matériau à l'autre, expliquant ainsi d'une part, que l'ajout de la particule a rigidifié la matrice polyamide (Sauf PVR de 1mm le PA vierge présente la pente la plus faible) et d'autre part, cet effet n'est pas le même d'une dimension de particule à une autre : la dimension de PVR DE 0.08 présente une pente plus élevée donc, la rigidité la plus élevée par rapport à l'autre.
- **Une partie non-linaire** : cette partie s'étend jusqu'à la rupture du matériau et présente aussi le plateau visqueux du matériau étudié.

V.3.3.1. Module d'Young

Le module de Young est la rigidité (Le rapport entre la contrainte et la déformation) d'un matériau au stade élastique d'un essai de traction. Généralement elle est nettement améliorée par l'adjonction de micro et nanoparticules à une matrice polymère car les particules dures ont des valeurs de rigidité beaucoup plus élevées que la matrice, dans notre cas on a trouvé E de verre qui est l'origine de notre particules est à l'environ de 62 GPa.

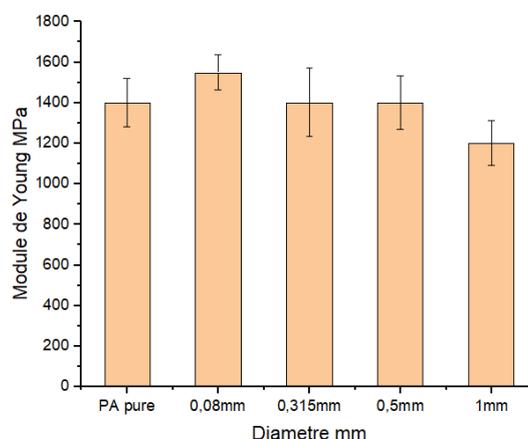


Figure V.11. Variations du module d'élasticité (E) des composites PA6/Vrecyclé, en fonction du diamètre des particules.

Les variations du module d'élasticité (E) en traction pour le composite PA6/verre recyclé, selon le mode de préparation utilisé et selon la variation des diamètres de renfort (Facteur de charge 20%) sont représentées dans **Figure V.11**.

D'après la courbe illustrée, on peut dire qu'il existe une relation linéaire mais inverse entre le diamètre des particules de verre recyclées et la valeur de module Young. Où l'on note le plus petit diamètre 0.08 mm de ces particules a augmenté le module Young à environ de 1600 MPa, ce qui peut être expliqué par la viabilité du bon mélange et la liaison entre les granulés de verre recyclées et de granulés de polyamide PA6 toute bonne cohésion entre matrice-renfort (Particule de verre).

V.3.3.2. Contrainte ultime de rupture

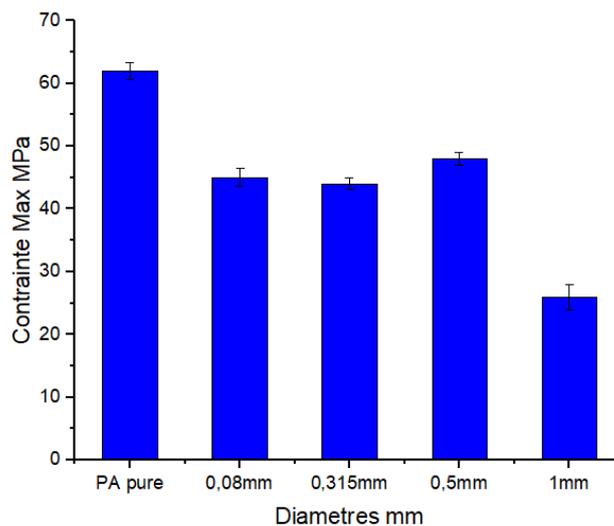


Figure V.12. Variations de la contrainte ultime de rupture PA6/ PVR (En fonction du diamètre de la charge).

Le comportement résultant de cette composition particules de verre recyclées-polyamide PA6 illustré **Figure V.12** a décrit un rapport aléatoire entre le diamètre de particules et la valeur de contrainte ultime de rupture. Après une contrainte ultime de 62 MPa demandé pour la rupture de notre éprouvette PA6 vierge on a le composite de diamètre 0.5 mm marqué la plus grande contrainte (47 MPa), moins la contrainte de rupture nécessite d'effort ; Le plus grand diamètre des charges donne un mélange plus faibles en raison de vides plus grands et d'une corrélation plus faible entre les charges de verre recyclées et de la matrice c'est le cas de PVR 1mm.

V.3.4. Essai de fluage conventionnel

Les tests de fluage réalisés sur les éprouvettes permettent de caractériser la composante visqueuse de la déformation et d'étudier son comportement à long terme. Ces essais ont été effectués dans les mêmes conditions que les tests de traction monotone, avec le même équipement, les mêmes conditions environnementales et les mêmes éprouvettes.

Les différents niveaux de contrainte appliqués lors des tests de fluage sont 5, 10, 15, 20, 25 et 30 MPa. La contrainte maximale imposée, soit 30 MPa, a été déterminée lors des tests de traction, où la limite élastique du matériau pur a été identifiée (Figure V.10). Chaque test de fluage a duré 2 heures, et les niveaux de déformation mesurés ont permis de limiter les contraintes étudiées à une valeur maximale de 32 MPa.

Les courbes obtenues lors de ces tests sont présentées sur la **Figure V.13**. Elles montrent clairement l'évolution de la déformation au fil du temps et peuvent être divisées en deux stades distincts. Ces stades sont caractérisés par un comportement spécifique de la déformation : un premier stade où la déformation est relativement rapide, suivi d'un second stade où la déformation devient plus lente, ce qui est typique du fluage à long terme.

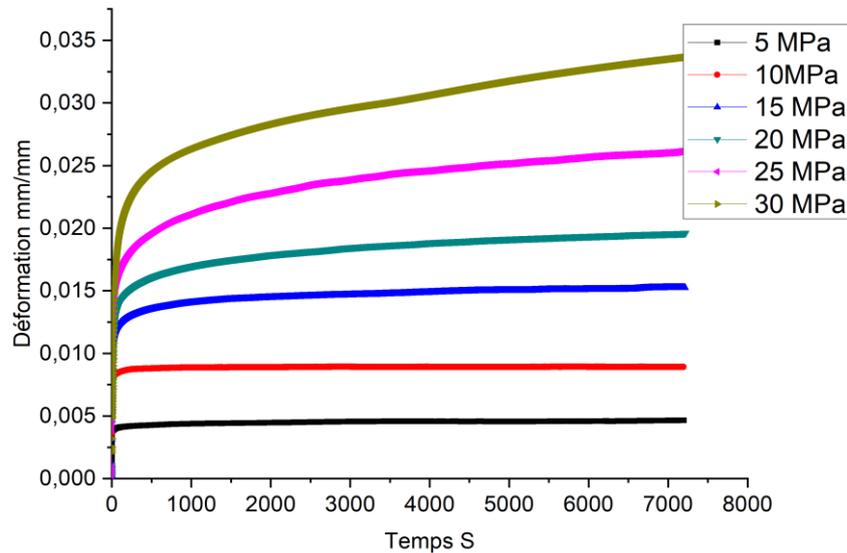


Figure V.13. Courbes du fluage classique.

Le fluage primaire est caractérisé par une diminution progressive de la vitesse de déformation au fil du temps. Au début du processus de fluage, la déformation est rapide, mais elle ralentit progressivement à mesure que le matériau se stabilise sous l'effet de la contrainte appliquée. Ce stade est souvent associé à des mécanismes viscoélastiques de relaxation interne et de réarrangement de la structure du matériau.

Le fluage secondaire, quant à lui, se distingue par une vitesse de déformation presque constante. Ce stade correspond à la vitesse de déformation minimale et est souvent le plus important dans le comportement à long terme du matériau. Pendant cette phase, la déformation continue à un rythme stable, et elle est dominée par des mécanismes de déformation viscoélastique à long terme, comme le glissement des chaînes polymères et le réarrangement des particules ou des structures dans le matériau. C'est généralement la phase où le fluage est le plus pertinent pour prédire la déformation à long terme sous contrainte constante.

Lors de nos essais de fluage, nous mettons l'accent sur le fluage secondaire qualifié stable car il s'établit rapidement et s'étend sur une longue période. Afin de déterminer la vitesse de déformation minimale, à chaque niveau de contrainte, nous traçons la déformation et sa vitesse en fonction du temps (**Figure V.14**). Cette étape est cruciale pour le calcul des paramètres nécessaires aux lois analytiques du fluage.

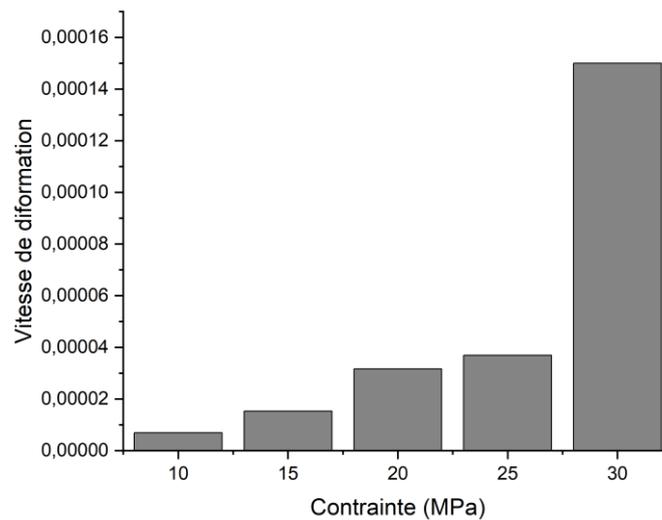


Figure V.14. Evolution de la vitesse de déformation de fluage à différents niveaux. de contraintes associées.

D'après les résultats illustrés dans le diagramme, nous pouvons observer que les vitesses possèdent des valeurs croissantes. À ce stade, nous constatons une augmentation de la vitesse avec une différence significative par rapport aux autres charges. Une allure de croissance exponentielle au voisinage de la contrainte 30 MPa qui est proche à la limite élastique.

V.3.5. Méthode des contraintes étagées (SSM)

L'approche classique, notamment le TSSP (Time-Temperature Superposition Principle), est fréquemment utilisée pour générer la courbe maîtresse de fluage. Elle repose sur l'utilisation d'un ensemble d'essais de fluage en traction réalisés sur au moins une éprouvette pour chaque niveau de contrainte. Cependant, cette méthode présente certaines limitations, notamment en termes de nombre d'éprouvettes nécessaires et du temps d'expérimentation. Pour pallier ces contraintes, la technique SSM (Stepped Isostress Method) a été adoptée dans ce travail. Elle permet de réduire le nombre d'échantillons tout en offrant un gain de temps significatif.

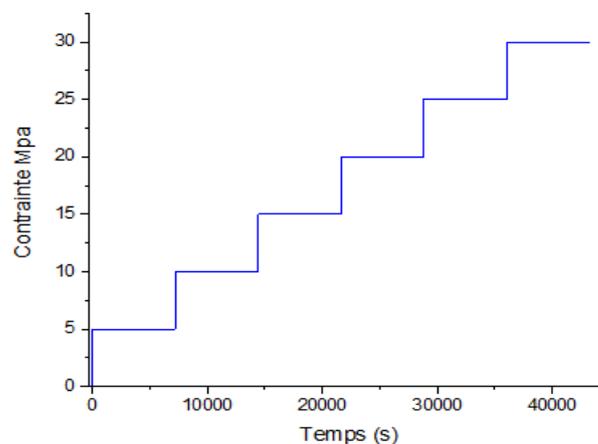


Figure V.15. Contraintes programmées pour le test de SSM et la déformation résultante.

Dans les tests SSM, la température a été maintenue constante à $25 \pm 2^\circ\text{C}$ tout au long de la période d'essai. La déformation a été mesurée à l'aide d'un extensomètre à pince, et la machine a été contrôlée par un logiciel d'acquisition de données permettant de réaliser des séquences de chargement complexes. Un charge de référence initiale de 5 MPa a été appliquée, suivie de charges en marche d'escalier à cinq niveaux successifs de 10, 15, 20, 25, et 30 MPa. Chaque étape de charge a été maintenue pendant un temps de 2 heures.

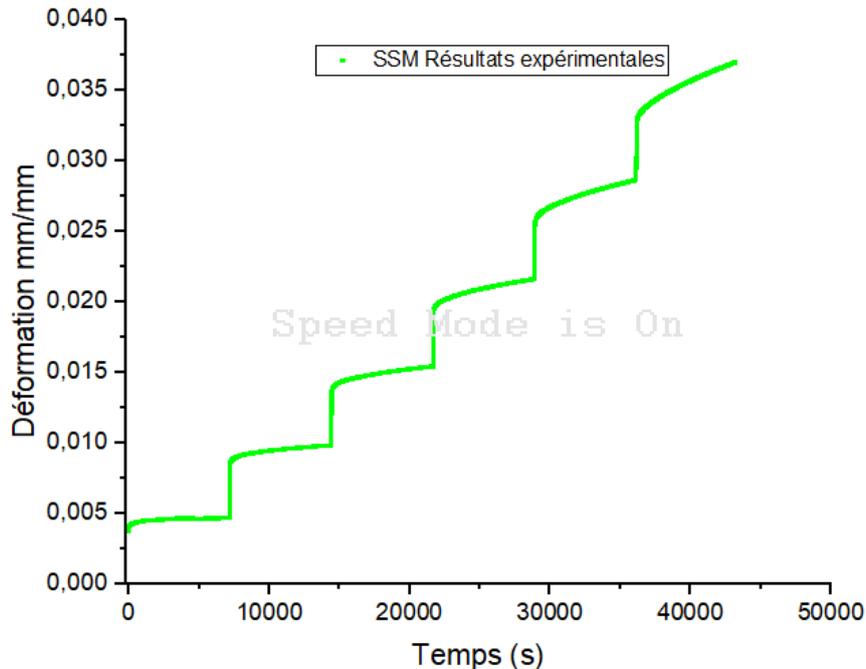


Figure V.16. Déformation résultante à partir du SSM test.

Au début du traitement des résultats expérimentaux (**Figure V.16**), une étape d'ajustement vertical est indispensable pour aligner correctement le point de départ de chaque courbe de fluage. Cette correction permet de s'assurer que les courbes sont comparables et qu'elles commencent à partir d'un point de référence uniforme. Ainsi, un réglage vertical initial est effectué sur les données enregistrées avant de procéder à l'analyse des résultats.

Toutes les courbes de fluage sont tracées en se basant sur une constante de décalage, avec une valeur de déformation initiale fixée à $\varepsilon_0 = 0,037 \%$. Cela garantit une cohérence dans la comparaison des courbes de fluage pour les différents niveaux de contrainte appliqués. Cependant, il est important de noter qu'une augmentation de la déformation est systématiquement observée à chaque saut de contrainte, ce qui reflète la réponse viscoélastique du matériau sous différentes charges et montre que la déformation ne progresse pas de manière linéaire, mais plutôt avec un certain délai, conformément aux caractéristiques du fluage du matériau.

Le passage instantané à un niveau de charge supérieur génère un changement de déformation dû au caractère élastique du matériau. Cette déformation élastique est éliminée pour relier la courbe actuelle à la précédente (**Figure V.17**). Le fluage à chaque étape résulte de l'accumulation de la déformation due à la contrainte appliquée, ainsi que des déformations des étapes précédentes.

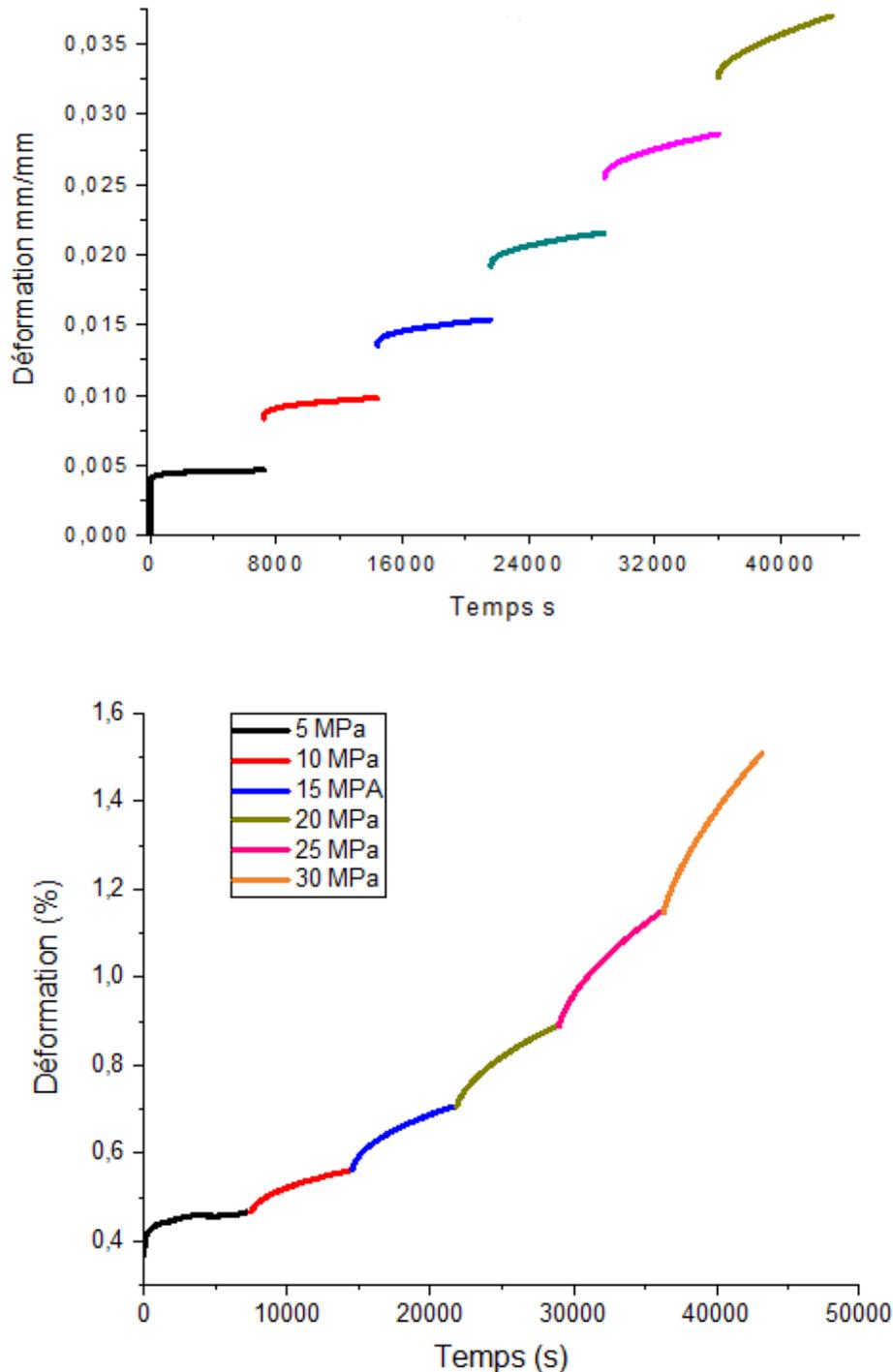


Figure V.17. Élimination de la zone élastique et décalage vertical (Vertical adjustment).

Pour obtenir la courbe maîtresse et prendre en compte l'historique des contraintes, une mise à l'échelle horizontale est appliquée sur l'axe des temps. Les courbes de fluage à court terme, qui dépendent des contraintes accumulées, sont prolongées vers la gauche pour déterminer le temps de recadrage (tresc), c'est-à-dire le temps nécessaire pour atteindre le début de la déformation (ε_0) pour la contrainte de référence.

Fonctions de l'extrapolation

Depuis son développement en 2011 par I. Giannopoulos et C. Burgoyne, la méthode SSM a connu plusieurs modifications et améliorations. Elle a été utilisée pour étudier différents domaines, tels que l'application sur le matériau de Kevlar par Giannopoulos et al [18, 19], sur le polyamide Hadid et al [8, 17], sur le thermoplastique Guerira [77], le bois (Moso Bamboo) par Yang et al [78], et dans le cas de polymère renforcé par les fibres de carbone Tanks et al [79]. L'objectif de ces études était d'augmenter la précision des résultats en étudiant l'effet de la durée d'exposition à la contrainte et en modifiant le degré de ces contraintes. En ce qui concerne le choix de la fonction d'ajustement (fitting function) des courbes obtenues expérimentalement, il y a eu des évolutions dans l'utilisation de fonctions polynomiales de troisième degré par Miranda et al [21], de fonctions de puissance par Hadid et al, Miranda et al [8, 21], et de la série de Prony par Tanks et al [79], Giannopoulos et al [18] recommandent une approche purement graphique.

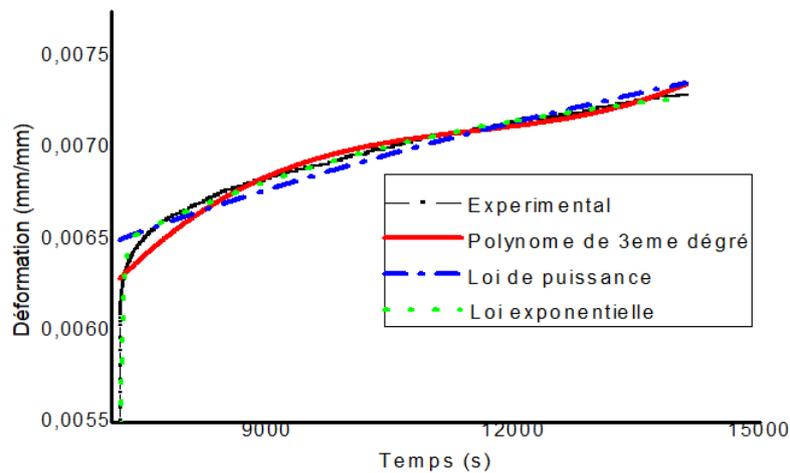


Figure V.18. Ajustement d'une courbe de fluage à court terme.

La **Figure V.18** illustre quelques fonctions utilisées pour l'ajustement de résultats expérimentaux réels : loi de puissance, polynôme de troisième degré. Nous constatons une différence significative dans la capacité de reproduire tel type de données. Étant donné que ce processus a un impact majeur sur la technique SSM, en particulier en ce qui concerne la longueur de l'axe de temps à prédire à long terme, il est essentiel de rechercher une fonction qui ajuste mieux les données expérimentales.

Les résultats de nos recherches dans ce travail et en tant que contribution à l'amélioration de la technique SSM, nous avons réussi à trouver une fonction exponentielle de la formule Eq. 4:

$$\varepsilon = \varepsilon_0 + A_1 \exp\left(-\frac{t}{t_1}\right) + A_2 \exp\left(-\frac{t}{t_2}\right) \quad (\text{V.1})$$

Qui correspond à une précision de $R=0.999$ aux courbes expérimentales résultantes. La **Figure V.18** montre la parfaite compatibilité de cette fonction et une qualité supérieure par rapport à d'autres fonctions d'ajustement. L'application de cette sélection et l'analyse de son

impact sur la technique SSM, en particulier en ce qui concerne la durée de la période de prévision à long terme, sera abordées en détail dans les points suivants.

Dans ce but, l'effet de l'ajustement de la courbe et les fonctions d'extrapolation pour approximer ce temps sont analysés en utilisant la loi de puissance, modèle polynomial de troisième degré et une loi exponentiel.

Une fonction exponentielle est proposée pour extrapoler les courbes expérimentales de fluage à court terme **Figure V.17** (Fluage élémentaire de chaque phase séparée), Eq. (V.1).

Où t est une variable indépendante ici représente le temps. ϵ_0 , A_1 , A_2 , t_1 et t_2 sont des constantes. Ceci peut être calculé par optimisation des résultats des données expérimentales de la courbe non-linéaire pour chaque niveau de contrainte (Fitting function).

A cet effet, deux autres fonctions d'ajustement sont également utilisées. La fonction polynomiale du troisième degré Giannopoulos et al [18, 19], donnée dans Eq.V.2 et la loi de puissance Hadid et al [8, 17] présentée par, Eq.V.3.

$$\epsilon = \epsilon_0 + a_1 \cdot x + a_2 \cdot x^2 + a_3 \cdot x^3 \tag{V.2}$$

$$\epsilon = \epsilon_0 \cdot (t - t_0)^n \tag{V.3}$$

Où les constantes a_1 , a_2 , a_3 , t_0 et n sont calculées comme mentionné ci-dessus. Il convient de noter que toutes les fonctions ont été présentées en tenant compte de la plage de temps complète dans le processus d'extrapolation. De plus amples détails sont dans les tableaux (V.4), (V.5) et (V.6).

A noter qu'un problème de convergence au niveau d'optimisation de la fonction d'ajustement exponentielle a été constaté. Afin de pallier ce problème, la méthode de Levenberg–Marquardt (Algorithme) est utilisée dans le présent travail, en prenant en compte l'ensemble de la base de données de mesures ($n \approx 7200$). Une fois le modèle d'ajustement aligné sur la courbe expérimentale, il est nécessaire d'égaliser l'expression de la modèle obtenu et le début de la déformation ou la déformation initiale ϵ_0 . Par conséquent, le temps recherché de la remise à l'échelle est calculé en résolvant l'équation non linéaire obtenu. Les courbes représentées sur la **Figure V.19** montrent un excellent ajustement entre les trois fonctions et les résultats expérimentaux.

Tableau V.4. Valeurs numériques modélisent la fonction polynomiale de 3^{ème} degré pour tous niveaux des contraintes.

Contrainte(MPa)	ϵ_0	a_1	a_2	a_3
5	4,11E-03	3,13E-07	-7,01E-11	5,21E-15
10	-1,00E-03	1,41E-06	-1,08E-10	2,89E-15
15	-0,02305	4,33E-06	-2,14E-10	3,64E-15
20	-0,06864	8,19E-06	-2,95E-10	3,62E-15
25	-0,18426	1,66E-05	-4,76E-10	4,63E-15
30	-0,34688	2,51E-05	-5,91E-10	4,71E-15

Tableau V.5. Valeurs numériques modélisent la fonction puissance pour tous niveaux des contraintes.

Contrainte (MPa)	ϵ_0	t_0	n
5	0.00360	3.17775	0.0284
10	0.00257	6383.14392	0.0867
15	0.00254	13238.80277	0.11306
20	0.00247	19962.57382	0.14065
25	0.00240	26743.45486	0.17098
30	0.00181	33126.51510	0.23011

Tableau V.6. Valeurs numériques modélisent la fonction exponentielle pour tous niveaux des contraintes.

Contrainte(MPa)	ϵ_0	A_1	t_1	A_2	t_2
5	0.00461	1549.87911	-3.50E-04	73.91916	-4.53E-04
10	0.00613	7999.56834	-113.53357	564.83341	-0.00319
15	0.00785525	-3252651569	448.44723	-0.01220788	7920.199641
20	0.01017	-1.55E+13	565.12521	-0.03351	8849.02078
25	0.01385	-3.42E+17	599.81099	-0.0687	10730.20964
30	0.0198	-1.35E+19	698.00759	-0.1271	13108.57042

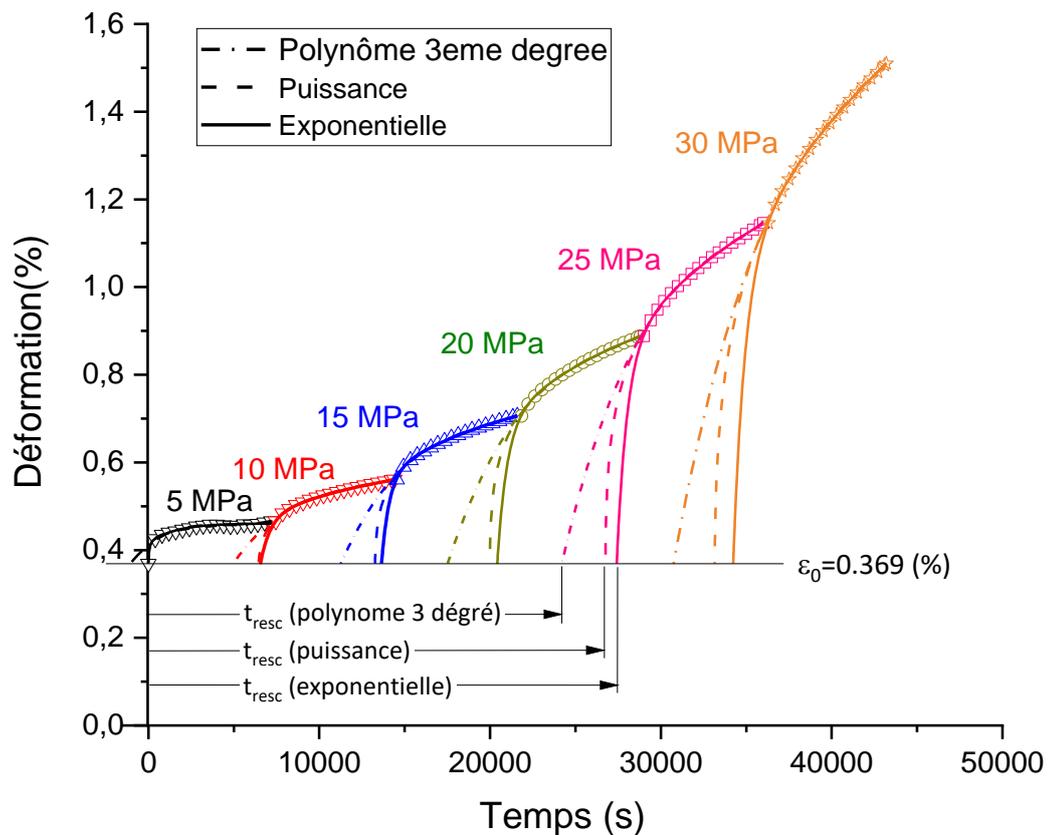


Figure V.19. Extrapolation des courbes expérimentales pour calculer le temps de la remise à l'échelle.

On peut constater que la fonction exponentielle correspond parfaitement aux données expérimentales des courbes de fluage à court terme avec une erreur moyenne R_2 de 0.999. $R_2=0.976$ et 0.971 pour la loi de puissance et $R_2=0.997$ pour le polynôme du troisième degré pour 5 et 10 MPa respectivement.

Cependant, certaines différences sont notées dans le domaine d'extrapolation, en reculant vers la gauche où les pentes des fonctions donnent un écart important, particulièrement inhérent à la fonction polynomiale. Les temps de remise à l'échelle (Rescaling times) déduits par chacune des fonctions d'extrapolation sont reportés dans le **Tableau V.7**. Nous pouvons voir que les résultats de la loi de puissance et de la fonction exponentielle sont très proches. D'autre part, la fonction polynomiale montre le temps le plus bas. Un écart pouvant aller jusqu'à une heure pour les hauts niveaux de la contrainte est survenu.

Tableau V.7. Temps de remise à l'échelle par heure (Rescaling time).

Contrainte (MPa)	Polynôme	Loi de puissance	Exponentielle
5	-0.2917	0.0016	-0.0056
10	1.3750	1.7914	1.8194
15	3.1306	3.6851	3.7889
20	4.8667	5.5500	5.6722
25	6.7222	7.4322	7.6139
30	8.5389	9.2080	9.5083

Dans le présent travail, l'ajustement de la courbe exponentielle permet d'obtenir un temps de remise à l'échelle supérieur, en accord avec l'effet de la vitesse de déformation. À mesure que la vitesse de déformation augmente, la pente de la courbe devient systématiquement plus élevée, ce qui fait que le temps de remise à l'échelle prend des valeurs plus significatives. Il est important de noter que, contrairement à d'autres études Giapponopoulos, Hadid, Hsu, Miranda Tanks et al [8, 18, 20, 22, 80], où une plage partielle du temps, avant et après le début de chaque réponse de déformation/temps, est utilisée, l'approche actuelle exploite tous les points de la courbe de fluage à chaque niveau de contrainte dans le processus d'extrapolation.

D'autre part, toutes les fonctions d'ajustement sont appliquées pour que leurs courbes puissent imiter celles de la première courbe expérimentale de fluage (5 MPa): les courbes obtenues par les fonctions puissance et exponentielle sont en bon accord avec les données relatives à la valeur zéro (Temps zéro attendu à ε_0). La première ligne du **Tableau V.7** (pour la contrainte de 5 MPa) montre que les temps de la remise à l'échelle obtenus par les fonctions puissance et exponentielle sont proches de la valeur nulle (-20 s et 5.7 s respectivement), contrairement à la fonction polynomiale, où une valeur plus élevée (1020 s) est évaluée.

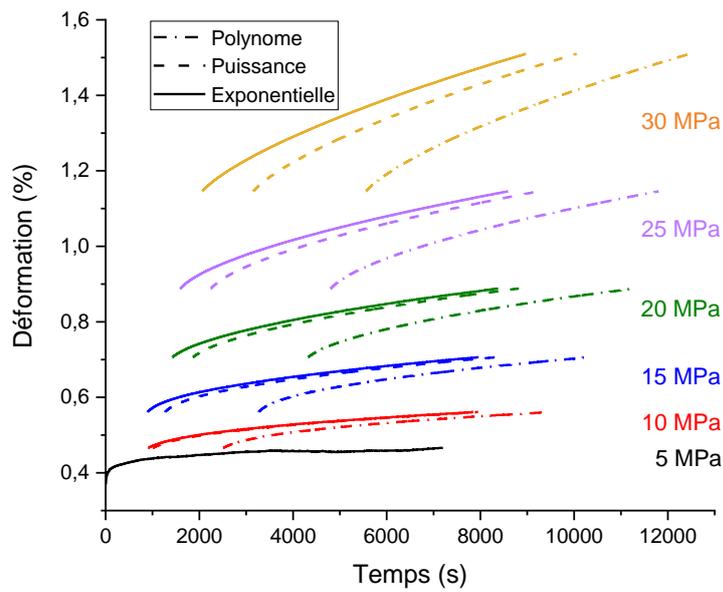


Figure V.20. Remise à l'échelle des courbes (Rescaling curves).

Ainsi, une série de courbes de fluage dépendantes consécutives doit être séparée, comme le montre la **Figure V.19**. La réponse de fluage du matériau est considérée comme un comportement invariant dans le temps, ce qui signifie qu'un retard dans la charge appliquée entraîne directement un retard dans la réponse de déformation. L'objectif est de rechercher un temps de remise à l'échelle qui reflète physiquement un point de début de chargement, en supposant que l'essai ait été réalisé sous la même contrainte mais sur une éprouvette qui n'a pas encore été chargée. Ce prétraitement est nécessaire pour satisfaire aux conditions unifiées du principe de Boltzmann, en utilisant la superposition temps-température (TTSP).

Le décalage horizontal (horizontal shifting) correspond à un déplacement des courbes en fonction du temps logarithmique. Ce décalage peut être déterminé en calculant le facteur de décalage (α_σ), qui représente le rapport entre le temps nécessaire pour qu'un processus viscoélastique se produise à une contrainte donnée et le temps nécessaire pour que ce même processus se produise à une contrainte de référence. Ce facteur permet de superposer les courbes obtenues sous différentes contraintes et de construire une courbe maîtresse qui décrit le comportement viscoélastique du matériau à long terme.. La déformation de fluage est définie comme suit :

$$\varepsilon_r(\sigma_r, t) = \varepsilon(\sigma, t/\alpha_\sigma) \quad (\text{V.4})$$

Où ε est la déformation en fonction de la contrainte et du temps. σ_r est la contrainte de référence. σ est la contrainte élevée et α_σ est le facteur de décalage.

Les courbes de fluage indépendantes peuvent être décalées le long de l'axe de temps logarithmiques pour obtenir la courbe maîtresse de fluage à la contrainte référence. L'évolution du facteur de décalage qui exprime la vitesse de fluage avec la contrainte peut être représentée par deux modèles. à savoir le modèle modifié de Williams-Landel-Ferry. donné dans l'équation Eq.5. ou le modèle d'Eyring donné par Eq.V.6 :

$$\log(\alpha_\sigma) = \frac{C_1 \cdot (\sigma - \sigma_r)}{(C_2 + \sigma - \sigma_r)} \quad (\text{V.5})$$

Où C_1 et C_2 sont des constantes matérielles.

$$\log(\alpha_\sigma) = \log\left(\frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}_r}\right) = \frac{V^*}{230k \cdot T} (\sigma - \sigma_r) \quad (\text{V.6})$$

Où $\dot{\epsilon}$ et $\dot{\epsilon}_r$ sont respectivement la vitesse de déformation et la vitesse de déformation de référence. V^* est le volume d'activation. k est le constant de Boltzmann et T est la température absolue.

Le model de Williams-Landel-Ferry est plus adapté au cas présent Eq.V.6. puisque la température de fluage est inférieure à la température de transition vitreuse. En revanche. le polyamide 6 est un polymère semi-cristallin, et il est plus approprié d'utiliser le modèle d'Eyring Hadid, Hsu, Miranda, Tanks, Ward et al [8, 17, 20-22, 30].

Cependant, la vitesse de déformation est un facteur clé pour contrôler la réponse du PA6 et son comportement au fluage. Ce phénomène peut être graphiquement déterminé pour chaque niveau de contrainte à partir de la pente de la partie de fluage secondaire de la courbe déformation-temps. Cela peut être exprimé par une équation comme suit :

$$\dot{\epsilon}_i = \Delta \epsilon_i / \Delta t_i \quad (\text{V.7})$$

Contrairement à la méthode utilisée dans les recherches précédentes, où la vitesse de déformation est calculée de manière globale et en tenant compte seulement les deux points de l'extrémité de la courbe. Dans ce travail, une vitesse de déformation instantanée sera prise en compte dans le calcul du facteur de décalage. A cet effet, la même extrapolation numérique proposée dans le recadrage processus (Rescaling process). Eq.1 sera dérivé et adopté pour calculer la variation de la déformation de fluage. Eq.8.

$$\dot{\epsilon}(t) = -A_1/t_1 \cdot \exp(-t/t_1) - A_2/t_2 \cdot \exp(-t/t_2) \quad (\text{V.8})$$

Une valeur moyenne est calculée sur l'intervalle de temps pour chaque niveau de contrainte et substituée ensuite dans Eq.V.6.

La remise à l'échelle (Rescalling) et le décalage logarithmique (Logarithmic shifting) peuvent être effectués graphiquement, mais il est préférable de suivre une procédure numérique à chaque étape. L'estimation du facteur de décalage (Shift factor) α_σ et des valeurs de déformation décalées sur l'axe t à chaque niveau de contrainte peut être obtenue en suivant la méthode numérique illustrée à la **Figure V.21**.

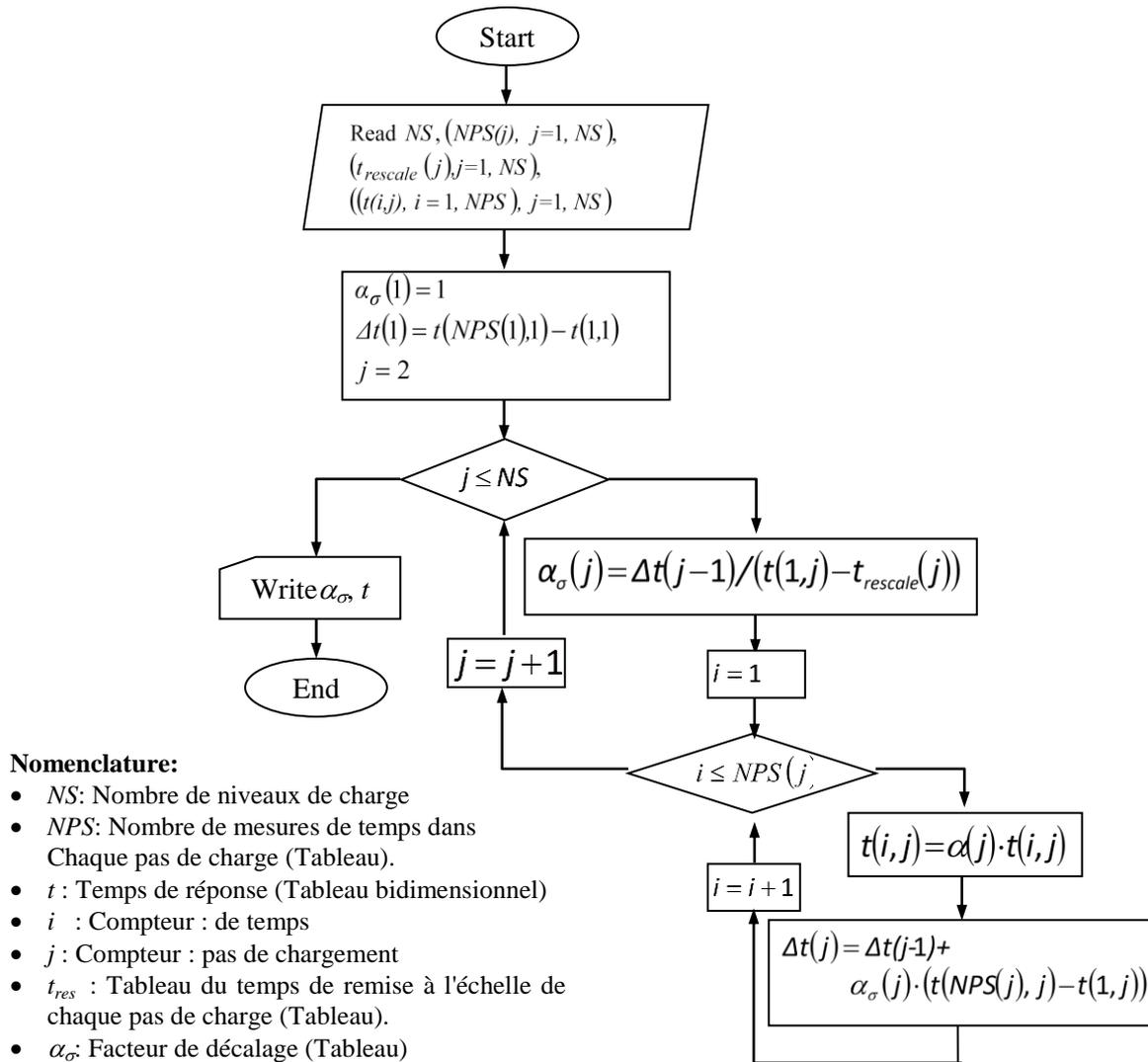


Figure V.21. Organigramme numérique du décalage horizontal.

Le processus de calcul des facteurs de décalage se fait ainsi:

- Le premier facteur est supposé égal à 1 ;
- Le deuxième facteur est obtenu en calculant l'écart Δt entre le dernier instant de la courbe (déformation-temps) qui correspond la contrainte de référence et celui de départ de la déformation liée à la contrainte du deuxième pas. Le deuxième facteur est le rapport entre l'écart calculé Δt et l'écart entre le temps de départ réel et le temps de la remise à l'échelle à ce niveau de contrainte ;
- Une fois le deuxième facteur est calculé. Tous les temps de deuxième niveau de contrainte seront multiplier par ce facteur de décalage calculé et les valeurs de déformations seront étendues sur l'intervalle élargi ;
- La nouvelle courbe déformation-temps du 2^{ème} niveau est différée d'autant qu'on puisse superposer son départ par la fin de la courbe de référence ;
- La même procédure sera appliquée au reste des niveaux des contraintes.

Le décalage logarithmique peut être effectué graphiquement, mais dans ce travail, un processus numérique, comme indiqué dans l'organigramme, est adopté pour plus de précision. La **Figure (V.22.a)** présente les facteurs de décalage obtenus pour un ensemble de courbes indépendantes, générées par trois fonctions d'extrapolation différentes. Il est observé que tous les modèles produisent des valeurs croissantes, et la tendance de leur évolution suit une fonction de type puissance.

La **Figure (V.22.b)** représente le logarithme du facteur de décalage ($\log(\alpha_\sigma)$), où une variation presque linéaire de ces valeurs est notée. Les résultats obtenus pour les fonctions puissance et exponentielle sont proches les uns des autres, bien que les valeurs associées à ces deux fonctions soient plus élevées que celles obtenues à partir de la fonction polynomiale. Cela suggère que les fonctions puissance et exponentielle modélisent mieux le comportement viscoélastique du matériau dans les conditions de test.

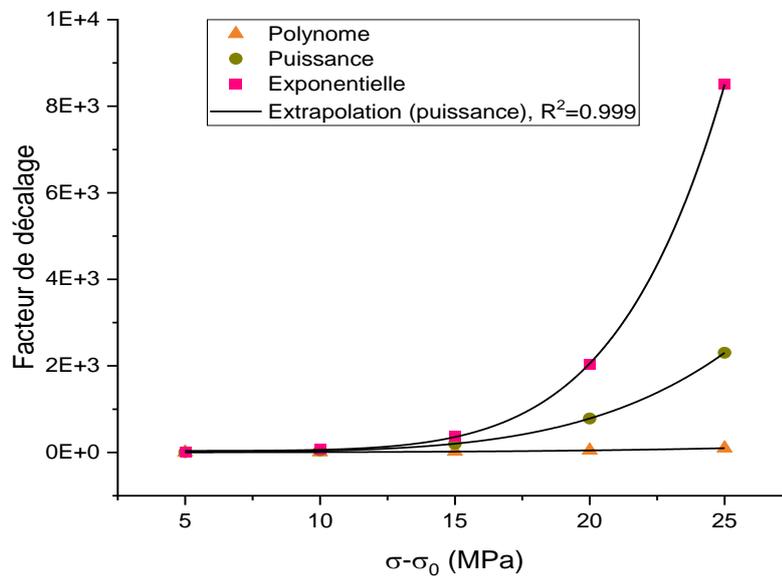


Figure V.22.a Facteurs de décalage α_σ par rapport aux contraintes échelonnées pour différentes fonctions d'extrapolation.

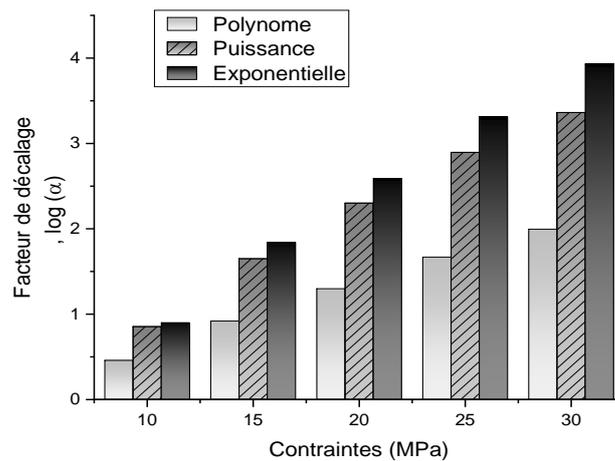


Figure V.22.b Facteurs de décalage $\log(\alpha_\sigma)$ par rapport aux contraintes échelonnées pour différentes fonctions d'extrapolation.

Examinant l'organigramme. **Figure V.21** une relation supposée inversement proportionnelle est constatée entre le facteur de décalage et le temps initial de la remise à l'échelle de chaque niveau. Chaque nouveau facteur de décalage est également inversement lié à tous valeurs précédentes du temps de remise à l'échelle. Le fait que la fonction exponentielle a présenté les plus grandes valeurs de temps de remise à l'échelle, et donc le temps le plus court pour atteindre la déformation maximale du niveau de référence, résultant ainsi la plus grande valeur inversée qui affecte les facteurs de décalage. Le même processus numérique est appliqué pour traiter le décalage des courbes de fluage indépendantes par rapport aux temps de l'axe t.

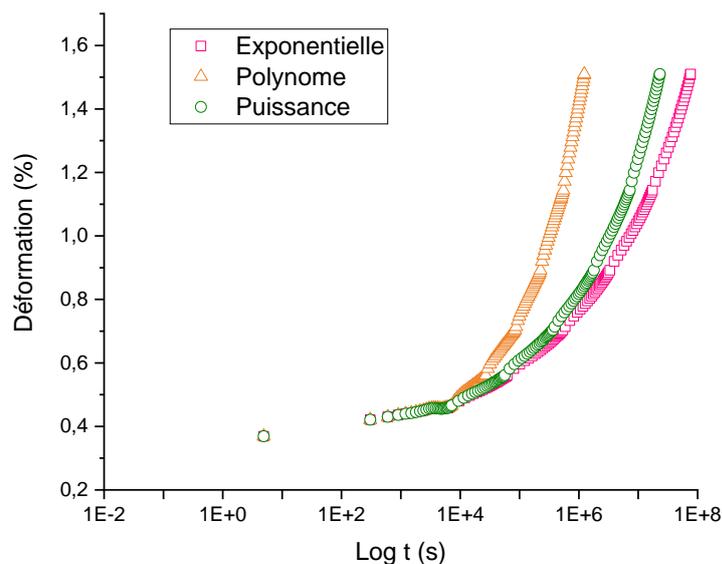


Figure V.23.a Effet des techniques d'extrapolation sur la prédiction du fluage à long terme. (échelle de temps logarithmique).

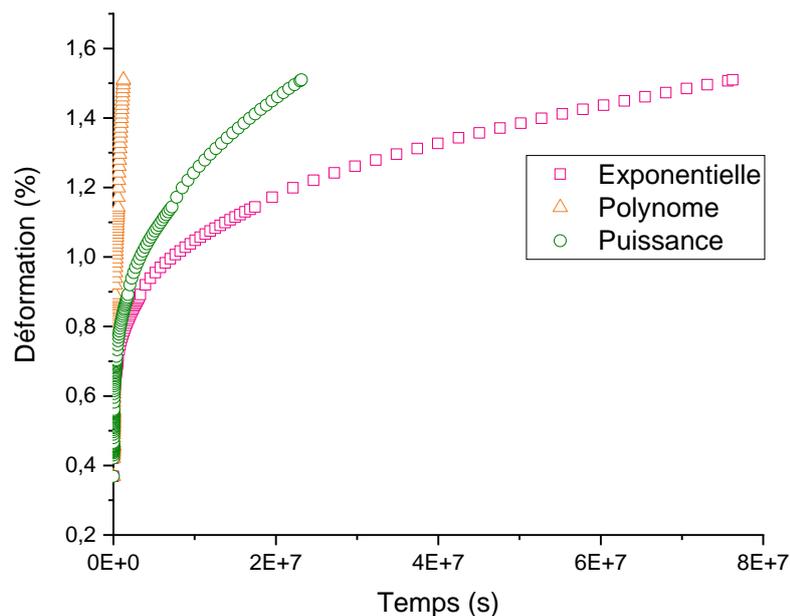


Figure V.23.b Effet des techniques d'extrapolation sur la prédiction du fluage à long terme (échelle de temps linéaire).

Pour la prédiction de fluage à long terme, les courbes en échelle de temps semi-logarithmique et linéaire sont tracées dans les **Figure V.23.a** et **V.23.b**, respectivement. La présente méthode a permis d'obtenir des courbes maîtresses de fluage lisses sans écart entre les différentes réponses à court terme. Dans l'ensemble, un grand écart entre les trois courbes a été montré dans les **Figure V.23.a** et **b**. la courbe maîtresse unifiée de la fonction polynomiale couvre une période de 14.27 jours environ ($t=1.233 \times 10^6$ s). Cependant, une durée supérieure est montrée par la fonction puissance, où un temps de 8.92 mois ($t=2.315 \times 10^7$ s) est obtenu. En revanche, un temps de fluage long environ 2.45 ans est estimé ($t=7.624 \times 10^7$ s) en utilisant la fonction exponentielle.

Afin de juger numériquement la qualité des fonctions d'ajustement, le modèle rhéologique du comportement de fluage devrait satisfaire un minimum d'erreur sur tous les niveaux des contraintes appliquées. D'ailleurs, l'écart important entre les courbes maîtresses obtenues par la fonction polynômiale de troisième ordre, la loi de puissance et le modèle exponentiel peut être lié à la précision de l'évaluation du temps de remise à l'échelle au début de chaque fonction d'extrapolation. Une valeur inadéquate affecte le processus de redimensionnement et de déplacement horizontal, et systématiquement modifie les courbes maîtresses finales obtenues par chaque modèle. Ainsi, le polynôme de troisième d'ordre s'avère moins capable à imiter ce comportement pour le premier niveau de contrainte (la contrainte de référence, voir **Tableau V.7**). En revanche, la fonction exponentielle (Prony séries approximation) et le modèle de loi de puissance reflètent un minimum d'erreur et satisfont la valeur de temps zéro pour une déformation de fluage nulle, peuvent être considérées comme les meilleures prédictions.

V.3.6. Volume d'activation

Selon l'état de transition, le volume d'activation V^* d'une réaction chimique est interprétée comme la différence entre le volume molaire partielle de l'état de transition et la somme des volumes de réactifs à la même température et pression [18]. Une analogie physique assimile que les produits du processus de fluage occupent un volume plus important que le matériau d'origine. Cela peut être cohérent avec l'idée que les molécules sont séparées proportionnellement avec la charge appliquée lors de déformation de fluage. La variation du volume d'activation avec la contrainte de référence est illustrée sur la **Figure V.23**. Des courbes quasi droites sont obtenues et qui sont en bon accord avec la relation linéaire donnée par l'Eq. (IV.8). Cela remet en question de l'originalité de cette hypothèse, des données limitées sont rapportées dans la littérature pour le volume d'activation de polyamide 6. En effet, chaque augmentation progressive de la contrainte de fluage affecte le volume d'activation et crée une nouvelle configuration des chaînes moléculaires. La configuration actuelle de la chaîne est affectée par tous les paliers de fluage précédents.

Le volume d'activation peut être aussi présenté comme la pente entre le $\log(\alpha_\sigma)$ et les variables de la contrainte. **Figure V.24**. Les courbes qui reflètent cette entité physique obtenus par les trois fonctions d'ajustement montrent des allures paraboliques avec un coefficient de détermination égal à $R_2=0.999$. Cependant, lors de l'évaluation de la fonction quadratique, le coefficient du terme quadratique est trop petit par rapport au terme linéaire. Au lieu de cela, une forme linéaire très proche peut être adressée avec ($R_2 = 0.994$).

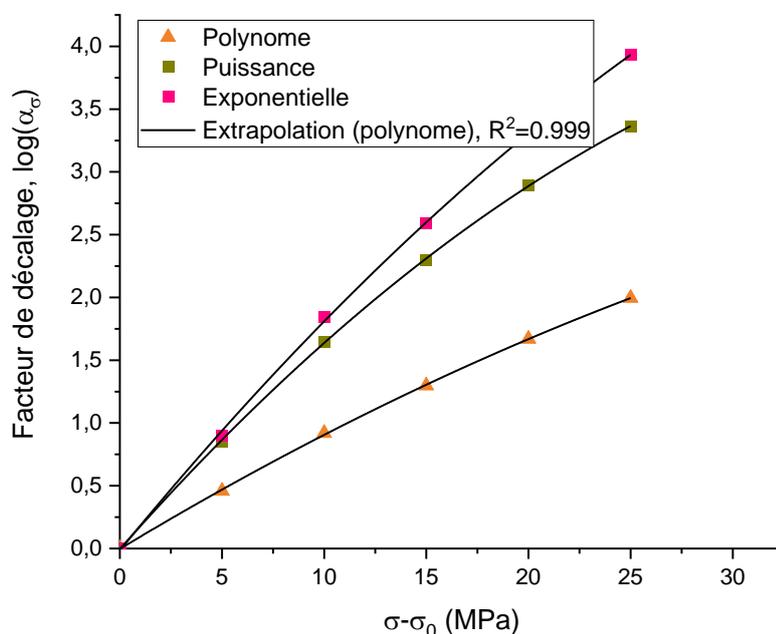


Figure V.24. Effet des fonctions d'extrapolation sur le volume d'activation.

En effet, chaque augmentation de la contrainte de fluage modifie le volume d'activation du matériau et induit une nouvelle configuration des chaînes moléculaires. La configuration des

chaînes actuelles dépend des paliers de fluage précédents, ce qui implique que le processus de fluage d'un matériau préalablement tendu occupe un volume d'activation plus élevé qu'un matériau non chargé. Cela est cohérent avec l'idée que les molécules de polymère sont étirées de manière continue sous contrainte.

On peut conclure que les facteurs de décalage obtenus pour différents paramètres de test suivent la même courbe. Cela signifie qu'à chaque niveau de contrainte, le même mécanisme de fluage se manifeste, indépendamment de la séquence de chargement. Ce résultat confirme l'efficacité et la validité de la nouvelle technique SSM pour modéliser et analyser le comportement du matériau sous fluage.

Conclusion

Le but de cette analyse expérimentale est de relever le défi de simulation du fluage à long terme des polyamides en développant un outil d'essais accéléré à l'aide d'une nouvelle technique : la méthode multi-contrainte étagée (SSM). Cette méthode est capable d'enregistrer en temps réel sur une courte période. La déformation de fluage à plusieurs charges. Des expériences récentes sur des polymères ont démontré la capacité remarquable d'accélérer les essais de fluage d'un temps de 12 heures à un équivalent de dizaines voire de milliers d'heures sur la même période. La technique de SSM permet, en moins de 24 heures de test, la prédiction de la déformation de fluage à long terme des matériaux. Une routine numérique aide énormément au traitement des résultats bruts et à l'élaboration des courbes maitresses de fluage.

Références

1. Diha, A., *Etude du fluage des fils d'aluminium tréfilés*. 2014, Université Mohamed Khider Biskra.
2. Meyers, M.A. and K.K. Chawla, *Mechanical behavior of materials*. 2008: Cambridge university press.
3. Despringre, N., *Analyse et modélisation des mécanismes d'endommagement et de déformation en fatigue multiaxiale de matériaux composites: polyamide renforcé par des fibres courtes*. 2015, Paris, ENSAM.
4. Dan-Andrei, Ș., *Viscoplastic behaviour of polyamides*, in *Viscoelastic and viscoplastic materials*. 2016, Intechopen.
5. Atidel, G., et al., *Study of the mechanical behaviour of a short glass fiber-reinforced polyamide 6, 6*. MECANIQUE & INDUSTRIES, 2011. **12**(5): p. 333-342.
6. Gnip, I., et al., *Long-term prediction of creep strain of expanded polystyrene*. *Mechanics of Composite Materials*, 2005. **41**(6): p. 535-540.
7. Raghavan, J. and M. Meshii, *Creep of polymer composites*. *Composites Science and Technology*, 1998. **57**(12): p. 1673-1688.
8. Hadid, M., et al., *The creep master curve construction for the polyamide 6 by the stepped isostress method*. *Materials Research Innovations*, 2014. **18**(sup6): p. S6-336-S6-339.
9. Arnold, J. and N.P. Venditti, *Prediction of the long-term creep behaviour of hydroxyapatite-filled polyethylmethacrylate bone cements*. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, 2007. **18**(9): p. 1849-1858.
10. Dean, D., M. Husband, and M. Trimmer, *Time-temperature-dependent behavior of a substituted poly (paraphenylene): Tensile, creep, and dynamic mechanical properties in the glassy state*. *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, 1998. **36**(16): p. 2971-2979.
11. Hadid, M., S. Rechak, and A. Tati, *Long-term bending creep behavior prediction of injection molded composite using stress-time correspondence principle*. *Materials Science and Engineering: A*, 2004. **385**(1-2): p. 54-58.
12. Luo, W.-b., et al., *Time-stress equivalence: application to nonlinear creep of polypropylene*. *Journal of Central South University of Technology*, 2007. **14**(1): p. 310-313.
13. Larbi, S., et al. *Prediction of Creep Behaviour of the Hybrid Composite Material Using the Accelerated Characterisation Method*. in *Advanced Materials Research*. 2011. Trans Tech Publ.
14. Luo, W.B., C.H. Wang, and R.G. Zhao. *Application of time-temperature-stress superposition principle to nonlinear creep of poly (methyl methacrylate)*. in *Key engineering materials*. 2007. Trans Tech Publ.
15. Achereiner, F., et al., *Accelerated creep testing of polymers using the stepped isothermal method*. *Polymer Testing*, 2013. **32**(3): p. 447-454.
16. Thornton, J., et al. *The stepped isothermal method for time-temperature superposition and its application to creep data on polyester yarn*. in *Proceedings of Sixth International Conference on Geosynthetics*. 1998.
17. Hadid, M., et al., *Assessment of the stepped isostress method in the prediction of long term creep of thermoplastics*. *Polymer Testing*, 2014. **34**: p. 113-119.
18. Giannopoulos, I.P. and C.J. Burgoyne, *Prediction of the long-term behaviour of high modulus fibres using the stepped isostress method (SSM)*. *Journal of materials science*, 2011. **46**(24): p. 7660-7671.
19. Giannopoulos, I.P. and C.J. Burgoyne, *Accelerated and real-time creep and creep-rupture results for aramid fibers*. *Journal of applied polymer science*, 2012. **125**(5): p. 3856-3870.
20. Tanks, J., et al., *Accelerated creep and creep-rupture testing of transverse unidirectional carbon/epoxy lamina based on the stepped isostress method*. *Composite Structures*, 2017. **159**: p. 455-462.

21. Miranda Guedes, R., *A systematic methodology for creep master curve construction using the stepped isostress method (SSM): a numerical assessment*. Mechanics of Time-Dependent Materials, 2018. **22**(1): p. 79-93.
22. Hsu, C.-Y., et al., *Effects of a layered structure on the physicomechanical properties and extended creep behavior of bamboo-polypropylene composites (BPCs) determined by the stepped isostress method*. Holzforschung, 2018. **72**(7): p. 589-597.
23. Fakirov, S., *Fundamentals of polymer science for engineers*. 2017: John Wiley & Sons.
24. Sperling, L.H., *Introduction to physical polymer science*. 2005: John Wiley & Sons.
25. Hamaide, T., et al., *L'impact sociétal des polymères et des matières plastiques*. l'actualité chimique, 2016(403): p. 42.
26. Halary, J.-L. and F. Lauprêtre, *De la macromolécule au matériau polymère. La théorie néodarwinienne de l'évolution: La théorie néodarwinienne de l'évolution*. 2015: Humensis.
27. Regrain, C., *Comportement, endommagement et fissuration par fluage du Polyamide 6: étude expérimentale et modélisation*. 2009, Citeseer.
28. Combette, P. and I. Ernoult, *Physique des polymères: Propriétés mécaniques*. 2005: Presses inter Polytechnique.
29. Kovacs, A.J., *Transition vitreuse dans les polymères amorphes. Etude phénoménologique*, in *Fortschritte der hochpolymeren-forschung*. 1964, Springer. p. 394-507.
30. Ward, I.M. and J. Sweeney, *Mechanical properties of solid polymers*. 2012: John Wiley & Sons.
31. Fontanille, M., Y. Gnanou, and M.J.-L. Six, *Chimie et physico-chimie des polymères-4e éd.* 2021: Dunod.
32. Jégou, L., *Caractérisation rapide des propriétés en fatigue d'un polymère renforcé par des fibres courtes, pour une application automobile*. 2012, Université de Bretagne occidentale-Brest.
33. Carrega, M., *Aide-mémoire-Matières plastiques-2ème édition*. 2009: Dunod.
34. Latifa, M.B.H., *Elaboration de matériaux composites biodégradables issus de ressources renouvelables*. 2016, Université de Mostaganem.
35. Gao, S.-L. and E. Mäder, *Jute/polypropylene composites I. Effect of matrix modification*. Composites Science and Technology, 2006. **66**(7-8): p. 952-963.
36. Mokhtari, A., *Modélisation du comportement et de l'endommagement des composites a matrice thermoplastique*. 2016, Université Mouloud Mammeri.
37. Benaarbia, A., *Analyse énergétique du comportement thermomécanique du PA6. 6 chargé de fibres de verre*. 2014, Montpellier 2.
38. Ashida, K., *Polyurethane and related foams: chemistry and technology*. 2006: CRC press.
39. Chanda, M. and S.K. Roy, *Industrial polymers, specialty polymers, and their applications*. 2008: CRC press.
40. Barhoumi, N., *Elaboration et mise en forme de matériaux polymères à base de l' ϵ -caprolactame (PA6) par le procédé de rotomoulage réactif*. 2013, Lyon, INSA.
41. Yakam, G.T., *Modélisation en cyclage-fluage du comportement mécanique d'un liner thermoplastique collapsé utilisé dans les réservoirs de stockage d'hydrogène gazeux*. 2017, ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique-Poitiers.
42. Chanda, M. and S.K. Roy, *Plastics technology handbook*. 2006: CRC press.
43. Bernier, J.-C., A. Ehlacher, and D. Gronier, *La chimie et l'habitat*. 2014: EDP Sciences.
44. Hafsaoui, S.L., *Etude et modélisation de la stabilité thermique et des propriétés des polyamides au cours du rotomoulage*. 2013, Ecole nationale supérieure d'arts et métiers-ENSAM; École Militaire
45. Grigg, M.N., *Thermo-oxidative degradation of polyamide 6*. 2006, Queensland University of Technology, Brisbane.
46. Halary, J.-L., et al., *Matériaux polymères et développement durable*. L'Actualité chimique, 2010(338-339): p. 41-53.

47. Samyn, F., *Compréhension des procédés d'ignifugation du polyamide 6: apport des nanocomposites aux systèmes retardateurs de flamme phosphorés*. 2007, Lille 1.
48. Sheikh-Ahmad, J., *Machining of Polymer Composites*, 2009.
49. Ammeri, A., *Contribution à l'étude expérimentale et numérique du comportement d'un limon sollicité en traction: Approche par éléments discrets*. 2009, Université Joseph-Fourier-Grenoble I.
50. Ksouri, I., O. De Almeida, and N. Haddar, *Long term ageing of polyamide 6 and polyamide 6 reinforced with 30% of glass fibers: physicochemical, mechanical and morphological characterization*. *Journal of Polymer Research*, 2017. **24**: p. 1-12.
51. Wang, Z., Y. Zhou, and P. Mallick, *Effects of temperature and strain rate on the tensile behavior of short fiber reinforced polyamide-6*. *Polymer Composites*, 2002. **23**(5): p. 858-871.
52. Atidel, G., et al., *Étude du comportement mécanique d'un polyamide 66 chargé de fibres de verre courtes*. 2011. **12**(5): p. 333-342.
53. Martins, M.D.V.D.S. and F.C.B.M.C. Jallut, *Modélisation d'un procédé d'extrusion par deux systèmes d'équations d'évolution couplés par une interface mobile*.
54. Fortunier, R., *Comportement mécanique des matériaux*. cours, ENS des Mines de Saint-Etienne, 2001: p. 214.
55. Tazi, M., *Valorisation des sciures de bois dans des composites thermoplastiques (HDPE-BOIS): élaboration, caractérisation et modélisation en soufflage libre*. 2015, Université du Québec à Chicoutimi.
56. Abdelatif, B., *Comportement des fils métalliques lors d'un essai de fluage*. 2014, Université de Biskra-Mohamed Khider.
57. Shink, M., *Compatibilité élastique, comportement mécanique et optimisation des bétons de granulats légers*. 2003, Université Laval.
58. François, D., A. Pineau, and A. Zaoui, *Comportement mécanique des matériaux: élasticité et plasticité*. 2009: Hermès science.
59. Mazet, R. *Sur la Normalité de la Fonction de Fluage Lors d'Essais de Traction d'un Dural à 200° C*. in *Thermoelasticity: Symposium East Kilbride, June 25-28, 1968*. 1970. Springer.
60. Letzelter, É., et al., *Modélisation du comportement mécanique des engrenages en polymère*. Lyon, INSA, 2011.
61. Chaboche, J.-L. and J. Lemaitre, *Mécanique des matériaux solides*. 2009: Dunod.
62. Johnson, A. and C. Quigley, *A viscohyperelastic Maxwell model for rubber viscoelasticity*. *Rubber chemistry and technology*, 1992. **65**(1): p. 137-153.
63. Johnson, A., et al., *Viscohyperelastic modeling of rubber vulcanizates*. *Tire Science and Technology*, 1993. **21**(3): p. 179-199.
64. Tzikang, C., *Determining a Prony series for a viscoelastic material from time varying strain data*. 2000.
65. Hill, S.A., *The analytical representation of viscoelastic material properties using optimization techniques*. 1993.
66. Hibbitt, Karlsson, and Sorensen, *ABAQUS/standard: User's Manual*. Vol. 1. 1997: Hibbitt, Karlsson & Sorensen.
67. Johnson, A., *Modeling viscoelastic materials using internal variables*. *The Shock and Vibration Digest*, 1999. **31**(2): p. 91-100.
68. Johnson, A., A. Tessler, and M. Dambach, *Dynamics of thick viscoelastic beams*. 1997.
69. Paygozar, B., et al., *Creep deformation simulation of adhesively bonded joints at different temperature levels using a modified power-law model*. 2019.
70. Marquardt, D.W., *An algorithm for least-squares estimation of nonlinear parameters*. *Journal of the society for Industrial and Applied Mathematics*, 1963. **11**(2): p. 431-441.
71. Madsen, K., H.B. Nielsen, and O. Tingleff, *Methods for non-linear least squares problems*. 2004.
72. Mercier, J.P., G. Zambelli, and W. Kurz, *Introduction à la science des matériaux*. Vol. 1. 1999: PPUR presses polytechniques.

73. Ferry, J.D., *Viscoelastic properties of polymers*. 1980: John Wiley & Sons.
74. Williams, M.L., R.F. Landel, and J.D. Ferry, *The temperature dependence of relaxation mechanisms in amorphous polymers and other glass-forming liquids*. *Journal of the American Chemical Society*, 1955. **77**(14): p. 3701-3707.
75. Seitz, J. and C. Balazs, *Application of time-temperature superposition principle to long term engineering properties of plastic materials*. *Polymer Engineering & Science*, 1968. **8**(2): p. 151-160.
76. Greenwood, J.H. and W. Voskamp. *PREDICTING THE LONG-TERM STRENGTH OF A GEOGRID USING THE STEPPED ISOTHERMAL METHOD*. 2000.
77. Guerira, B., *CONTRIBUTION DANS L'EXPLORATION DES PHÉNOMÈNES VISCOELASTIQUE DES COMPOSITES THERMOPLASTIQUE*. 2016, Université Mohamed Khider-Biskra.
78. Yang, T.-C., T.-L. Wu, and C.-H. Yeh, *Water resistance and creep behavior of heat-treated moso bamboo determined by the stepped isostress method*. *Polymers*, 2021. **13**(8): p. 1264.
79. Tanks, J.D., K. Rader, and S.R. Sharp. *Accelerated creep testing of CFRP with the stepped isostress method*. in *Mechanics of Composite and Multi-functional Materials, Volume 7: Proceedings of the 2015 Annual Conference on Experimental and Applied Mechanics*. 2016. Springer.
80. Miranda Guedes, R., *A systematic methodology for creep master curve construction using the stepped isostress method (SSM): a numerical assessment*. *Mechanics of Time-Dependent Materials*, 2018. **22**: p. 79-93.

**CONCLUSION
GÉNÉRALE ET
PERSPECTIVES**

Conclusion générale et Perspectives

Ce travail porte sur l'élaboration d'un composite innovant à base de polyamide 6 (PA6) renforcé par des particules de verre recyclé, visant à offrir une solution performante, économique et durable pour diverses applications industrielles. Dans un contexte où l'industrie cherche des matériaux légers, plus résistants, durables et respectueux de l'environnement, le choix du PA6 et des particules de verre recyclé se révèle particulièrement pertinent. Le PA6, polymère bien connu pour ses excellentes propriétés mécaniques et sa stabilité thermique, se combine de manière optimale avec les particules de verre recyclé, qui apportent une rigidité et une résistance accrue, tout en permettant de valoriser des déchets de verre.

L'objectif de cette étude est de concevoir et de caractériser un nouveau composite en explorant les effets du renfort en verre recyclé sur les propriétés viscoélastiques du PA6. En plus d'améliorer les performances du matériau, cette approche vise à réduire l'impact environnemental en réutilisant des matériaux recyclés. Ce projet contribue ainsi à répondre aux besoins de l'industrie en matériaux composites plus durables et à moindre impact écologique. Le travail réalisé se résume comme suit :

- Elaboration d'un nouveau produit qui répond aux exigences suivantes :
 - Un impact positif sur l'environnement ou du moins pas nocif pour celui-ci ;
 - Un prix plus bas pour avoir un caractère économique utile ;
 - Maintien des propriétés mécaniques compétitives par rapport à ce qui existe sur le marché ;
- Caractérisation élastique du produit pour déterminer le domaine d'utilisation le plus approprié ;
- Prédiction de comportement viscoélastique du matériau à long terme.

A cet effet, on a procédé à la démarche suivante :

- ✓ Mise en forme des composites à base de PA6 et verre broyé.
- ✓ Caractérisation mécanique d'un polyamide similaire connu sur le nom commercial TECKAMID, considéré comme matériau de référence
- ✓ Déterminer les propriétés élastiques en flexion du verre à vitre ;
- ✓ Etudier l'effet de vitesse de déformation sur le comportement en relaxation-recouvrance du polyamide ;
- ✓ Réaliser des tests de fluage classique afin de construire la courbe maitresse suivant la méthode TSSP ;
- ✓ Réaliser des tests de fluage à contrainte étagées SSM (Isostress Stepped Method) pour construire la courbe maitresse et prédire le comportement mécanique à long terme de polyamide.

À l'issue de ce travail de recherche, on a conclu :

CONCLUSION GÉNÉRALE ET PERSPECTIVES

- ✓ Le polyamide présente certaines difficultés par rapport à d'autres polymères. Il est sensible à l'humidité, ce qui signifie qu'il doit être soigneusement séché avant l'extrusion pour éviter les défauts dans le produit final (bulles, faiblesses mécaniques). Par ailleurs, le PA6 a un point de fusion relativement élevé, ce qui nécessite des températures élevées pour l'extrusion et un contrôle précis du processus pour éviter la dégradation thermique. De plus, le PA6 a une viscosité relativement faible à l'état fondu, ce qui peut rendre son flux moins stable dans certaines configurations d'extrusion. Cependant, avec un bon contrôle de température, la vitesse de la vis et la pression, l'extrusion peut être maîtrisée pour obtenir un bon filament.
- ✓ L'exploitation des particules de verre constitue une valeur ajoutée au polyamide renforcé, liée particulièrement au recyclage assez simple du verre sous forme de particules. Ce travail tire une importance scientifique et pédagogique due à la maîtrise du procédé de la mise en forme du nouveau matériau composite d'une part, et l'analyse et la caractérisation mécanique de ce matériau ;
- ✓ l'évaluation mécanique du module de Young, la contrainte et la déformation à la rupture ont été mesurés par des essais de traction simples avec une vitesse de déplacement constante. Nous avons constaté d'après les valeurs évoquées dans le manuscrit, que la géométrie optimale pour un meilleur compromis des propriétés mécaniques du composite (Module de Young, contrainte à la rupture, déformation à la rupture) sont celles de particules raffinés 0.08 et 0.315 mm. Des particules grossières rendent le matériau un peu fragile, cela est peut-être due à la mauvaise cohésion entre matrice/renfort ;
- ✓ Concernant la modélisation d'un comportement de matériau viscoélastique, on a pu conclure que le modèle rhéologique de Kelvin généralisé est mieux adapté à la modélisation analytique de ce type de comportement, car il prend en compte un large spectre de relaxation et du fluage de Polyamide, ce qui facilite son intégration dans le modèle quasi-statique de partage des charges. Ce modèle est composé d'un ressort et de plusieurs éléments de Kelvin-Voigt en série. Il est important de noter que ce modèle est basé sur l'hypothèse de petites déformations et contraintes, ce qui signifie que la réponse mécanique du matériau reste dans le domaine linéaire ;
- ✓ La méthode dite « Stepped Isostress Method » est utilisée pour prédire le comportement de fluage à long terme d'éprouvettes de polyamide 6. Différents modèles empiriques ont été considérés pour simuler le comportement viscoélastique du matériau considéré sous une contrainte constante : Un polynôme du troisième degré, la loi puissance et la fonction exponentielle sont développées et examinées à travers la construction de la courbe maîtresse. Des facteurs de décalage relativement grands sont obtenus par la fonction exponentielle ainsi que pour fonction puissance, respectivement. Par conséquent, des courbes maîtresses à long terme plus grandes ont été estimées avec un très bon accord. La construction de la courbe maîtresse confirme la cohérence de l'équation d'Eyring en ce qui concerne le facteur de décalage et la contrainte de fluage ;
- ✓ L'évaluation des paramètres suggérés dans les fonctions d'ajustement nécessite une méthode d'optimisation améliorée. L'utilisation de l'algorithme de Levenberg-

Marquardt permet de surmonter la limitation des données à traiter dans le processus d'extrapolation et conduit à une excellente convergence et précision.

- ✓ La précision élevée obtenue par la fonction exponentielle est due à la richesse des termes dans la variante utilisée. Cela ne pourrait être effectué auparavant sans recours à la technique d'optimisation précitée ;
- ✓ La manipulation et le traitement des données brutes du SSM ont été effectués automatiquement, où un sous-programme de calcul est développé. Le processus numérique révèle que l'amplitude du facteur de décalage est fortement affectée par l'inverse du temps de remise à l'échelle d'une part et proportionnelle lié avec le temps de maintien d'autre part ;
- ✓ L'utilisation de la méthode SSM permet de réduire le nombre des échantillons testés requis pour la construction de la même courbe maîtresse. Un petit nombre d'échantillons testés, résulte en un moins de dispersion dans les données à cause de la réduction dans la variabilité des échantillons et aussi dû à la réduction des erreurs du manipulateur éventuel.

Finalement, ce travail a ouvert la voie à des recherches approfondies et à des innovations dans le domaine des matériaux, en utilisant la méthode « Steped Isostress » comme un outil clé pour anticiper le comportement des matériaux soumis à des charges constantes sur de longues périodes. Avec la nécessité croissante de matériaux performants dans des domaines comme l'aérospatiale, l'énergie ou la biomédecine, l'étude de la méthode Steped Isostress peut être ciblée sur des matériaux spécifiques utilisés dans ces secteurs, favorisant le développement de solutions adaptées. L'utilisation de l'intelligence artificielle et machine learning pour analyser les données obtenues par la méthode « Steped Isostress » peut conduire à des modèles prédictifs plus robustes et à une meilleure compréhension des mécanismes de fluage.

PUBLICATIONS

Publications

- Tedjini Mohsein, Sedira Lakhdar, Guerira Belhi, Kamel Meftah, On the use of the stepped isostress method in the prediction of creep behavior of polyamide 6, FRATTURA ED INTEGRITÀ STRUTTURALE (OCT 2022), Journal volume & issue, Vol. 16, no. 62, pp. 336 – 348. DOI: <https://doi.org/10.3221/IGF-ESIS.62.24>.

Conférences

- Tedjini Mohsein, Sedira Lakhdar, Guerira Belhi, Kamel Meftah, Mechanical characterization and long term prediction of extruded polyamide Pa6 behavior, Vth International Conference on Energy, Materials, Applied Energetics and Pollution (ICEMAEP'2019), 22-24 October 2019, Constantine, Algeria ;
- Tedjini Mohsein, Sedira Lakhdar, Guerira Belhi, Kamel Meftah, Effect of the numerical handling on the long term prediction behavior of polyamide using the stepped isostress method, Polymer and Mediterranean Fiber International Conference'2023 (PMFIC'2023) Bejaia, 08Th July 2023.