UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES ET RHÉOLOGIQUES DES MATÉRIAUX THERMOPLASTIQUES RENFORCÉS AVEC DES PAILLETTES DE MICA

par

Maria Elena AGUILAR
DÉPARTEMENT DE GÉNIE CHIMIQUE
ÉCOLE POLYTECHNIQUE

MÉMOIRE PRÉSENTÉ EN VUE DE L'OBTENTION
DU GRADE DE MAÎTRE ES SCIENCES APPLIQUÉES (M.Sc.A.)
décembre 1989

c Maria Elena Aguilar 1989

National Library of Canada
Bibliothèque nationale du Canada

Canadian Theses Service
Service des thèses canadiennes

Ottawa, Canada
K1A 0N4

The author has granted an irrevocable non-exclusive licence allowing the National Library of Canada to reproduce, loan, distribute or sell copies of his/her thesis by any means and in any form or format, making this thesis available to interested persons.

L'auteur a accordé une licence irrévocable et non exclusive permettant à la Bibliothèque nationale du Canada de reproduire, prêter, distribuer ou vendre des copies de sa thèse de quelque manière et sous quelque forme que ce soit pour mettre des exemplaires de cette thèse à la disposition des personnes intéressées.

The author retains ownership of the copyright in his/her thesis. Neither the thesis nor substantial extracts from it may be printed or otherwise reproduced without his/her permission.

L'auteur conserve la propriété du droit d'auteur qui protège sa thèse. Ni la thèse ni des extraits substantiels de celle-ci ne doivent être imprimés ou autrement reproduits sans son autorisation.

ISBN 0-315-58156-5

Canada

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉCOLE POLYTECHNIQUE

Ce mémoire intitulé:

PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES ET RHÉOLOGIQUES DES MATÉRIAUX THERMOPLASTIQUES RENFORCÉS AVEC DES PAILLETTES DE MICA

présenté par: Maria Elena Aguilar

en vue de l'obtention du grade de: M.Sc.A.

a été dûment accepté par le jury d'examen constitué de:

M. P. LAFLEUR, Ph.D., président

M. S. SAPIEHA, Ph.D.,

M. T. MALIK, Ph.D.

M. P. CARREAU, Ph.D.

A Marc.

SOMMAIRE

Afin d'améliorer les propriétés mécaniques des polymères on ajoute à ces derniers des charges renforçantes. L'addition des renforts (généralement des particules solides) peut aussi altérer les autres propriétés du matériau.

Le but du présent travail est d'étudier l'effet du mica, comme renfort d'un polyéthylène à haute densité (PEHD).

L'influence des conditions de préparation des composites sur leurs propriétés mécaniques en traction a été étudiée. Les résultats montrent que l'addition du mica au PEHD conduit à une augmentation considérable de la rigidité (module d'élasticité) du composite (jusqu'à 190%) mais rend le matériau plus fragile (diminution de l'allongement). Nous avons aussi constaté que le module d'élasticité est sensible à la composition du composite et dépend de la pression utilisée lors du moulage par compression.

A dessein de comparaison, des composites réalisés avec des paillettes de verre (préparés sous les mêmes conditions) ont été soumis aux mêmes essais mécaniques. Il s'est avéré que la rigidité des composites PEHD-mica est 25% plus élevée (en moyenne) que celle des composites PEHD-verre. La contrainte au seuil d'élasticité est 23%

plus élevée dans le cas des composites PEHD-mica. Dans le cas de l'allongement au seuil d'élasticité, les valeurs du composite PEHD-verre dépassent de 86% celles obtenues pour le composite PEHD-mica.

Nous avons déterminé les propriétés rhéologiques (viscosité et fluage) des composites PEHD-mica. Nos résultats montrent que l'ajout du mica au polyéthylène haute densité conduit à une augmentation de la viscosité du matériau, qui est plus faible que celle obtenue avec d'autres renforts. Nous avons aussi constaté que l'élasticité de la matrice polymère à l'état fondu n'est pas modifiée par l'ajout des paillettes de mica.

ABSTRACT

Reinforcement agents are added to polymers to improve their mechanical properties. However the incorporation of these solid particles can also change other properties of the material.

This work concerns the study of the effect on the mechanical and rheological properties of composites made of mica flakes and high density polyethylene (HDPE).

The mechanical properties showed that the addition of mica to the high density polyéthylène matrix significantly increases composite stiffness (190 %), but the material become more brittle. We have found that the elastic modulus is sensitive to the composition of the composites.

The mechanical properties of HDPE-mica flakes were compared with those of HDPE-glass flake composites. It was found that the rigidity of the HDPE-mica composite is 25 % higher than the HDPE-glass composite. The yield stress is 23 % higher in the case of HDPE-mica composites. The elongation at yield of the HDPE-glass composites exceeded the value for the HDPE-mica composites by 86%.

The rheological behaviour of HDPE filled with mica flakes was studied. We have found that the increase in the viscosity with the addition of mica is very low compared to the viscosity obtained by many other fillers. It was also

found that the elasticity of the molten polymer matrix is not modified by the incorporation of mica flakes.

REMERCIEMENTS

Je désire exprimer toute ma gratitude envers mon directeur de recherche Pierre Carreau et mon co-directeur Tariq Malik.

Je remercie tout le personnel de Génie Chimique (techniciens, secrétaires et professeurs), pour leur constante disponibilité.

Je voudrais remercier tous mes camarades et amis pour leur aide si précieuse.

Enfin, je suis très reconnaissante de l'aide financière apportée par le Conseil de Recherches en Sciences Naturelles et en Génie du Canada et par le département de Génie Chimique de l'École Polytechnique.

TABLE DES MATIÈRES

	PAGE
SOMMAIRE	v
ABSTRACT	vii
REMERCIEMENTS	ix
LISTE DES TABLEAUX	xiv
LISTE DES FIGURES	xv
LISTE DES SYMBOLES ET ABRÈVIATIONS	xix
INTRODUCTION	1
CHAPITRE I	
1.0 APPROCHE THÉORIQUE	4
1.1 LES POLYOLÉFINES	4
1.1.1 LES POLYÉTHYLÈNES	4
1.1.2 PROPRIÉTÉS PHYSIQUES	5
1.1.3 PROPRIÉTÉS CHIMIQUES	6
1.1.4 PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES	6
1.2 LES RENFORTS	7
1.3 LES POLYMÈRES RENFORCÉS	7
1.3.1 RENFORCEMENT DANS LE PLAN	8
1.3.2 AVANTAGES DU RENFORCEMENT DANS LE PLAN	10
1.4 MORPHOLOGIE DES POLYMÈRES ET COMPOSITES	10
1.4.1 POLYMÈRES SEMI-CRISTALLINS	11
1.4.2 ÉTUDE DE LA CRISTALLINITÉ	13
1.5 COMPORTEMENT MÉCANIQUE DES POLYMÈRES	15
1.5.1 TEST CONTRAINTE-DÉFORMATION	16

1.5.2 COMPORTEMENT MÉCANIQUE DES POLYMÈRES RENFORCÉS 19

1.6 COMPORTEMENT RHÉOLOGIQUE 20

1.6.1 VISCOÉLASTICITÉ LINÉAIRE 24

1.6.2 MODÈLE DE MAXWELL 25

1.6.3 FLUAGE 27

1.6.4 COMPORTEMENT RHÉOLOGIQUE DES POLYMÈRES RENFORCÉS 29

CHAPITRE II

2.0 MÉTHODE EXPÉRIMENTALE 31

2.1 PRODUITS UTILISÉS 31

2.1.1 POLYMÈRE 31

2.1.2 RENFORTS 31

2.1.3 ANTIOXYDANT 34

2.2 MANIPULATIONS ET APPAREILS 34

2.2.1 MISE EN OEUVRE DES COMPOSITES 34

2.2.1.1 LE MÉLANGEAGE 34

2.2.1.2 LE MOULAGE PAR COMPRESSION 36

2.2.2 LES ESSAIS DE TRACTION 38

2.2.3 CALORIMÉTRIE DIFFÉRENTIELLE À BALAYAGE 40

2.2.4 DÉTERMINATION DES PROPRIÉTÉS RHÉOLOGIQUES 42

2.2.4.1 RHÉOMÈTRE À CONTRAINTE CONSTANTE (R.S.R.) 42

2.2.4.2 RHÉOMÈTRE CAPILLAIRE (C.I.L.) 45

2.2.5 MICROSCOPE ÉLECTRONIQUE À BALAYAGE 49

CHAPITRE III

3.0 RÉSULTATS ET DISCUSSION 51

3.1 ÉTUDE MICROSCOPIQUE 51

3.1.1 RENFORTS 51

3.1.2 DISPERSION 55

3.1.3 INTERACTION MATRICE-RENFORT 61

3.2 PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES 64

3.2.1 EFFET DE LA CONCENTRATION DE RENFORT 67

3.2.2 EFFET DE LA PRESSION LORS DU MOULAGE PAR COMPRESSION 73

3.2.3 EFFET DU PLIAGE DES PLAQUES 81

3.2.4 EFFET DU TYPE DE MÉLANGEUR 84

3.2.5 EFFET DU TAMISAGE DES PAILLETTES 91

3.2.6 COMPARAISON AVEC AUTRE TYPE DE PAILLETTES 93

3.2.7 RÉCAPITULATION DES EFFETS 100

3.3 CRISTALLINITÉ 105

3.4 PROPRIÉTÉS RHÉOLOGIQUES 112

3.4.1 VISCOSITÉ 112

3.4.2 FLUAGE 118

CONCLUSIONS 125

RECOMMANDATIONS 127

BIBLIOGRAPHIE 128

ANNEXE A 134

ANNEXE B 141

ANNEXE C 146

ANNEXE D 148

ANNEXE E 150

LISTE DES TABLEAUX

		PAGE
3-1	Différences rencontrées entre les deux types des paillettes.	52
3-2	Dimension des paillettes avant et après tamisage.	52
3-3	Module d'élasticité des composites, valeurs expérimentales et prédites par le modèle de Padawer et Beecher (1970).	103
3-4	Taux de cristallinité des échantillons (préparés avec le malaxeur, paillettes non-tamisées, pression 35 MPa).	110
3-5	Paramètres rhéologiques obtenus avec l'équation du modèle de Carreau modifié par Poslinski et al.	117
3-6	Viscosité relative (valeurs expérimantales) et fraction volumique maximale (calculée d'après l'équation empirique 1-15).	119
3-7	Résultats des tests de fluage (190 °C).	122

LISTE DES FIGURES

		PAGE
1-1	Distribution des contraintes en fibres et paillettes	9
1-2	Thermogramme	14
1-3	Courbe contrainte-déformation	18
1-4	Expérience de fluage	28
2-1	Antioxydant "Irganox 1010"	34
2-2	Dimensions des éprouvettes utilisées pour les essais de traction	39
2-3	Rhéomètre à contrainte constante (R.S.R.)	44
2-4	Courbe caractéristique du fluage pour un matériau thermoplastique	46
2-5	Viscosimètre C.I.L. (éléments composants)	47
3-1	Renforts utilisés: a) paillettes de mica b) paillettes de verre	53
3-2	Paillettes tamisées: a) mica b) verre	54
3-3	Dispersion pour le mélange PEHD-verre réalisé avec le laminoir (20% en poids de verre)	56
3-4	Dispersion pour le mélange PEHD-verre réalisé avec le malaxeur (20% en poids de verre)	57
3-5	Mélange réalisé avec le laminoir	59
3-6	Mélange réalisé avec le malaxeur	59
3-7	Dispersion pour le mélange PEHD-mica réalisé avec le laminoir (20% en poids de mica)	60
3-8	Dispersion pour le mélange PEHD-mica réalisé avec le malaxeur (20% en poids de mica)	60

3-9 Matrice polymère très déformée lors des essais de traction (20% en poids de renfort) 62

3-10 Distribution polymère-renfort dans une éprouvette étirée et cassée lors des essais de traction (50% en poids de renfort) 62

3-11 Interaction PEHD-paillettes de mica 63

3-12 Interaction PEHD-paillettes de verre 63

3-13 Composite PEHD-mica. Déformation de la matrice 65

3-14 Composite PEHD-verre. Déformation de la matrice 65

3-15 Composite PEHD-verre. Manque d'adhésion, espaces vides laissés par les paillettes arrachées 66

3-16 Allure des courbes contrainte-déformation des composites PEHD-mica 68

3-17 Variation du module d'élasticité avec la concentration de mica 69

3-18 Variation de la contrainte au seuil d'élasticité avec la concentration de mica 71

3-19 Variation de l'allongement au seuil d'élasticité avec la concentration de mica 72

3-20 Variation de l'allongement à la rupture avec la concentration de mica 74

3-21 Schéma de l'orientation des paillettes de mica dans un composite 76

3-22 Effet de la pression, lors du moulage par compression, sur le module d'élasticité 77

3-23 Effet de la pression, lors du moulage par compression, sur la contrainte au seuil d'élasticité 79

3-24 Effet de la pression, lors du moulage par compression, sur l'allongement au seuil d'élasticité 80

3-25 Schéma de l'orientation des paillettes de mica lorsque les plaques sont repliées 82

3-26 Effet du pliage des plaques sur le module d'élasticité 83

3-27 Effet du pliage des plaques sur la contrainte au seuil d'élasticité 85

3-28 Effet du pliage des plaques sur l'allongement au seuil d'élasticité 86

3-29 Effet du type de mélangeur utilisé sur le module d'élasticité 88

3-30 Effet du type de mélangeur utilisé sur la contrainte au seuil d'élasticité 89

3-31 Effet du type de mélangeur utilisé sur l'allongement au seuil d'élasticité 90

3-32 Effet du tamisage des paillettes sur le module d'élasticité 92

3-33 Effet du tamisage des paillettes sur la contrainte au seuil d'élasticité 94

3-34 Effet du tamisage des paillettes sur l'allongement au seuil d'élasticité 95

3-35 Module d'élasticité des composites réalisés avec des paillettes de mica ou de verre 97

3-36 Contrainte au seuil d'élasticité des composites réalisés avec des paillettes de mica ou de verre 98

3-37 Allongement au seuil d'élasticité des composites réalisés avec des paillettes de mica ou de verre 99

3-38 Module d'élasticité du composite PEHD-mica 101

3-39 Contrainte au seuil d'élasticité du composite PEHD-mica 104

3-40 Allongement au seuil d'élasticité du composite PEHD-mica 106

3-41 Allongement à la rupture du composite PEHD-mica 107

3-42 Exemple de courbe obtenue avec l'appareil d'analyse thermique différentielle. 109

3-43 Viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement (190 °C). 114

3-44 Viscosité des composites PEHD-mica et PEHD-noir de carbone (20% en poids de renfort, 190 °C). 116

3-45 Viscosité relative versus la fraction volumique reduite. 120

3-46 Courbes de fluage. 121

3-47 Temps caractéristique et déformation instantanée versus la contrainte imposée. 124

LISTE DES SYMBOLES ET ABRÉVIATIONS

C.I.L.	"Canadian Industries Limited".
C_p	capacité calorifique (J/g °C).
D.S.C.	"differential scanning calorimeter"
$\frac{dQ}{dt}$	quantité de chaleur absorbée ou dégagée par unité de temps (W).
$\frac{dUx}{dy}$	déformation en cisaillement γ_{yx}.
$\frac{dVx}{dt}$	vitesse de cisaillement $\dot{\gamma}_{yx}$ (s^{-1}).
$\frac{dx}{dt}$	vitesse (m/s).
é	épaisseur (m).
E	module d'élasticité ou d'Young (Pa).
E_C	module d'élasticité du composite (Pa).
E_F	module d'élasticité du renfort (Pa).
E_M	module d'élasticité de la matrice polymère (Pa).
F	force (N).
G	module d'élasticité en cisaillement (Pa).
G'	module de conservation (Pa).
G_M	module d'élasticité en cisaillement de la matrice.
K	facteur de proportionnalité.
l	largeur (m).
L	entrefer entre les disques (m).
L_c	longueur du capillaire (m).

l/é	rapport largeur/épaisseur.
L_0	longueur initiale des échantillons (m).
m	indice de consistance de la loi de puissance ($Pa.s^n$).
M	couple
M.R.F.	"Modulus reduction factor".
n	indice de comportement de la loi de puissance.
PEBD	polyéthylène base densité.
PEHD	polyéthylène haute densité.
Q	débit volumique à travers le capillaire (m^3/s).
r	rayon.
R	rayon des disques (m).
R_c	rayon du capillaire (m).
R.S.R.	rhéomètre à contrainte constante.
t	Temps (s).
t_1	temps caractéristique du modèle de viscosité de Carreau (s).
$W_é$	puissance électrique fournie au support échantillon du D.S.C. (W).
W_r	puissance électrique fournie au support référence du D.S.C. (W).
X_c	fraction en poids de l'échantillon se trouvant sous forme cristalline (%).
α	rapport largeur/épaiseur des paillettes.
$\dot{\gamma}_w$	vitesse de cisaillement à la paroi du capillaire (s^{-1}).

$\dot{\gamma}_{wA}$ vitesse de cisaillement aparente à la paroi du capillaire (s^{-1}).

γ_0 déformation instantanée extrapolée au temps zéro.

ΔH_f chaleur de fusion des polymères (J/g).

ΔH_f^* chaleur de fusion des polymères 100% cristallins (J/g).

ΔP perte de charge dans le fourreau du rhéomètre à capillaire (Pa).

Δx déplacement (m).

ϵ déformation en traction ou allongement (%).

ϵ_B allongement à la rupture (%).

η viscosité non newtonienne (Pa.s).

η' viscosité dynamique (Pa.s).

η_c viscosité du composite (Pa.s).

η_M viscosité de la matrice polymère (Pa.s).

η_R viscosité relative.

η_M^0 viscosité de la matrice polymère quand $\gamma \longrightarrow 0$.

θ angle de rotation (radians).

λ_M temps caractéristique de la matrice polymère (s).

λ_R temps caractéristique relatif.

λ_0 temps caractéristique du modèle de Maxwell (s).

μ viscosité newtonienne (Pa.s).

σ contrainte en traction (Pa).

σ_y contrainte au seuil d'élasticité (Pa).

τ_w contrainte de cisaillement à la paroi du capillaire

τ_{xy} contrainte de cisaillement (Pa).

τ^0 contrainte de cisaillement, constante (Pa).

$\tau_{1/2}$ paramètre du modèle de viscosité d'Ellis (Pa).

ϕ_F fraction volumique du renfort.

ϕ_m fraction volumique maximale d'empilement.

ψ_1 première contrainte normale (Pa).

INTRODUCTION

Les polymères sont des matériaux de plus en plus utilisés dans l'industrie grâce à leurs propriétés mécaniques, thermiques, électriques et leur faible masse volumique.

Les polymères thermoplastiques ont de plus l'avantage de pouvoir être mis en oeuvre facilement, et lorsque mélangés avec des charges renforçantes, leurs propriétés peuvent être modifiées selon un large éventail afin de les appliquer dans des domaines très différents.

En outre, l'intérêt de l'utilisation de certaines charges renforçantes réside dans leur faible coût, qui tout en conduisant à une amélioration des propriétés, permet aussi d'abaisser le prix de revient du matériau composite.

Le ratio largeur/épaisseur d'un renfort est un paramètre très important, puisqu'il est directement relié à la capacité pour transférer la contrainte appliquée de la matrice polymère au renfort. Le mica, avant l'année 1972, n'était pas considéré comme un renfort pour les plastiques, à cause de son faible ratio largeur/épaisseur. C'est grâce aux travaux de Woodhams et ses collaborateurs, à l'université de Toronto, que le mica est devenu un renfort intéressant (Leidner 1972). En effet ces derniers ont montré que du mica possédant un très grand ratio largeur/épaisseur pouvait être produit par délaminage aux

ultrasons. Le mica est un minerai qui, après extraction et délaminage, se présente sous forme de paillettes. Cette forme donne lieu à un renforcement bidimenssionnel, contrairement aux fibres (verre, carbone, etc.) qui, elles, donnent un renforcement unidirectionnel. D'où l'avantage d'utiliser le mica dans des matériaux sollicités dans le plan. Néanmoins, les travaux concernant son utilisation en tant que renfort ont jusqu'à présent été menés de façon indépendante en ce qui concerne les aspects morphologiques mécaniques et rhéologiques. Il était donc devenu nécessaire de réaliser une étude systématique et complète à propos de son effet en tant que renfort pour les thermoplastiques. Dans le cadre de cette étude le thermoplastique choisi comme matrice a été le polyéthylène haute densité, à cause de son utilisation très répandue dans l'industrie.

Objectifs:

Dans le contexte mentionné les objectifs spécifiques de ce travail de recherche sont:

- étudier le comportement mécanique en traction des composites polyéthylène haute densité - mica
- visualiser l'influence de la morphologie du renfort sur le comportement macroscopique des composites
- évaluer l'intérêt potentiel des paillettes de mica par comparaison avec d'autres paillettes disponibles sur le

marché

- étudier le comportement rhéologique des composites polyéthylène haute densité - mica à l'état fondu

Contenu

Le premier chapitre de ce mémoire présente quelques rappels théoriques nécessaires à la compréhension du sujet, particulièrement la littérature concernant les polyoléfines, les renforts, les polymères renforcés et les comportements mécanique et rhéologique des polymères et composites.

Le deuxième chapitre est consacré à la description de la démarche expérimentale suivie lors de la recherche effectuée.

La discussion des résultats obtenus se trouve au chapitre III, suivie par les conclusions tirées de cette étude.

1.0 APPROCHE THÉORIQUE

Ce chapitre sert à présenter la théorie relative au polymère et les renforts utilisés, le type de renforcement obtenu, et les essais réalisés.

1.1 LES POLYOLÉFINES

Les polymères qui résultent de la polymérisation de l'éthylène sont appelés polyoléfines. Au cours de la réaction, les hydrogènes présents dans l'éthylène ($CH_2=CH_2$) sont substitués par différents groupements hydrocarbonés (H, CH_3, C_2H_5, etc.), donnant ainsi le polyéthylène, le polypropylène, le polyisobutylène, etc.

$\vdash CH_2-CH_2 \dashv_n$ Polyéthylène

$\vdash CH_2-\underset{\underset{CH_3}{|}}{CH} \dashv_n$ Polypropylène

$\vdash CH_2-\overset{\overset{CH_3}{|}}{\underset{\underset{CH_3}{|}}{C}} \dashv_n$ Polyisobutylène

1.1.1 LES POLYÉTHYLÈNES

La polymérisation de l'éthylène gazeux produit différents types de polyéthylène, selon les conditions sous lesquelles le procédé est effectué.

Le procédé *"haute pression"* est historiquement le plus ancien (1933) (Trotignon 1982). Ce procédé de masse ou utilisant l'émulsion, nécessite la compression de l'éthylène gazeux à plus de 100 MPa. Cette méthode conduit à un polyéthylène comportant des ramifications et qui est difficilement cristallisable. Ce polyéthylène se nomme Polyéthylène Basse Densité (PEBD).

Les procédés *"basse pression"* (ex. ZIEGLER-NATTA) sont basés sur l'utilisation de catalyseurs et nécessitent des pressions faibles $\leq$ 5 MPa. Cette méthode permet d'obtenir des chaînes macromoléculaires linéaires, plus facilement cristallisables que dans le cas précédent. Ce polyéthylène ainsi obtenu est plus dense, et se nomme Polyéthylène Haute Densité (PEHD).

1.1.2 PROPRIÉTÉS PHYSIQUES

L'aspect des polyoléfines est blanc laiteux et de toucher cireux. A forte épaisseur, elles sont opaques alors que transparentes en couche mince.

Les polyéthylènes sont relativement perméables aux hydrocarbures. Leur perméabilité décroît lorsque le taux de cristallisation augmente, puisque le volume libre intermacromolécules diminue, limitant ainsi la pénétration du gaz qui diffuse.

1.1.3 PROPRIÉTÉS CHIMIQUES

Les polyoléfines possèdent une grande stabilité chimique. A des températures inférieures à 60°C, celles-ci sont pratiquement insolubles dans les solvants organiques. Dans l'eau, elles demeurent insolubles même sous forme de film. Les polyoléfines sont inattaquables par des substances acides, basiques, ou salines.

Les polyéthylènes sont sensibles à la fissuration sous contrainte et ce en présence de savon, alcool ou détergent. Mais, un polyéthylène refroidi lentement, et qui est par conséquent plus cristallin, sera moins perméable aux solvants.

Les polyoléfines à l'état naturel sont très sensibles à l'action des rayons ultra-violets en présence d'oxygène. Pour pallier à cet inconvénient, on les charge souvent de 2 à 3 % de stabilisants lumière, comme le noir de carbone.

1.1.4 PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES

A 25°C, ces matériaux partiellement cristallins sont au dessus de leur température de transition vitreuse. Leur phase amorphe est donc caoutchouteuse et affecte les propriétés mécaniques. Plus le niveau de cristallinité du polymère est élevée plus la phase amorphe est réduite. Donc, la sensibilité aux propriétés mécaniques diminue.

Les propriétés des polyoléfines sont très sensibles à l'orientation des chaînes moléculaires. Leurs propriétés mécaniques sont grandement améliorées si les macromolécules sont orientées dans le sens de l'effort. L'orientation des chaînes à l'état fondu peut aussi entraîner une augmentation de la cristallinité (Trotignon 1982).

1.2 LES RENFORTS

Dans le domaine des matières plastiques, le mot renfort désigne tout produit susceptible d'améliorer une ou plusieurs propriétés du polymère qui sert de matrice (c'est-à-dire qui enrobe le renfort). On distingue trois catégories des renforts:

Les fibres

organiques (polyamide aromatique, carbone), ou

incrganiques (verre, amiante)

Les paillettes (mica, verre)

Les compactes (bille de verre, graphite).

1.3 LES POLYMÈRES RENFORCÉS

On entend par renforcement l'augmentation de la résistance et de la rigidité d'un matériau plastique grâce à l'addition à ce dernier d'un composant plus dur et fort (Stepek 1986).

Le renforcement des polymères thermoplastiques avec des céramiques, métaux ou fibres polymères est de nos

jours très important. Cela est facile à réaliser et souvent le composite formé est moins couteux que la matrice polymère seule. Ces matériaux renforcés marient la rigidité des renforts avec la résistance au choc de la matrice thermoplastique. Les renforts seuls sont habituellement très cassants, leur robustesse et rigidité ne peuvent donc pas être utilisées au maximum. La matrice protège le renfort et lui transfère la force appliquée. Le résultat est un matériau qui associe les meilleures propriétés du renfort et de la matrice, améliorant ainsi la résistance et la rigidité du polymère seul. Ces matériaux composites peuvent très bien compétitionner avec les métaux, pour des applications dans l'industrie automobile, aéronautique et domestique (Clegg 1986). Les facteurs les plus importants pour le renforcement des polymères sont: la grandeur et la surface spécifique des renforts, la composition chimique de leur surface, leur facilité à former des chaînes ou agglomérés et le degré de dispersion des particules dans la matrice polymère (Parkinson 1957).

1.3.1 RENFORCEMENT DANS LE PLAN

Le principal désavantage du renforcement utilisant des fibres est que les propriétés mécaniques du matériau sont très influencées par leur direction dans la matrice (anisotropie). Ainsi, dans le but d'obtenir une rigidité et une résistance élevées dans plusieurs directions, le

concept de renforcement dans le plan a pris naissance. Il est obtenu avec des renforts comme les paillettes ou les rubans.

L'arrangement des fibres et des paillettes dans la matrice polymère est le même selon le plan 1-2, mais dans le plan 2-3, une paillette a deux voisins proches avec lesquels partager la contrainte appliquée tandis qu'une fibre en a six (figure 1-1).

Figure 1-1. Distribution des contraintes en fibres et paillettes. D'après Rayson (1986).

Une contrainte maximale a lieu sur un renfort où un élément adjacent se termine. Par conséquent, en ce qui à trait au renforcement fibreux, les six fibres voisines permettent, en moyenne, une contrainte plus élevée en chacune d'elles. Dans le cas du renforcement dans le plan, les deux paillettes voisines pourront prendre trois fois la quantité de force transmise, si on compare avec la situation présentée pour les fibres.

La théorie prédit qu'il devrait avoir une différence, au niveau de la rigidité, entre un matériau

renforcé avec des lamelles arrondies et un autre avec des lamelles carrées. La même relation s'applique entre deux matériaux, un qui présente un arrangement régulier comparé à un autre avec une disposition irrégulière du renfort dans le composite (Piggott 1980, Glavinchevski et Piggott 1973).

1.3.2 AVANTAGES DU RENFORCEMENT DANS LE PLAN

Les principaux avantages rencontrés avec l'utilisation de ce genre de renforcement sont:

1) Une meilleure résistance contre la pénétration des liquides et vapeurs à cause du passage long et difficile que ceux-ci rencontrent à travers la structure du composite.
2) Un pourcentage plus grand de renfort permettant une meilleure performance.
3) Un coût moins élevé pour produire les paillettes ou rubans, comparé aux fibres.

Ce genre de renforcement donne lieu à des composites dans lesquels on trouve une grande rigidité et résistance omnidirectionnelles, avec un poids faible. Pour ces raisons, ils sont utilisés dans des structures d'aviation à carcasses minces, les pales rotatives et les turbines.

1.4 MORPHOLOGIE DES POLYMÈRES ET COMPOSITES

La microstructure des thermoplastiques renforcés est

de loin plus complexe que celle du matériau non-renforcé. Cette complexité rend possible la diversité des composites. Ceci doit être ainsi, puisque c'est la microstructure qui détermine les propriétés mécaniques et rhéologiques. Celle-ci peut toutefois être manipulée pendant la formulation du matériau et durant la transformation du produit.

L'effet des paramètres de transformation sur le matériau qui forme la matrice peut être profond. L'orientation des chaînes peut varier, et pour des polymères semi-cristallins, le taux de cristallinité peut changer. Le poli en surface, l'orientation et les contraintes internes sont tous fonctions des variables du processus. L'orientation du renfort, encore plus que celle des molécules du polymère dans la matrice, est d'extrême importance (Clegg 1986).

1.4.1 POLYMÈRES SEMI-CRISTALLINS

Lorsqu'un certain nombre de conditions favorables sont réunies, les polymères peuvent donner lieu à une cristallisation partielle. Ils se présentent alors sous la forme d'une suspension de particules cristallines (les cristallites), dans une matrice amorphe.

Les deux phases sont liées entre elles, car certaines macromolécules ont des segments dans différentes cristallites et d'autres segments dans la phase amorphe.

Dans certains cas, les cristallites peuvent

s'organiser en superstructures à symétrie radiale (les sphérolites), dont le diamètre peut atteindre quelques dixièmes de millimètre.

Il faut cependant noter que la notion de cristallinité est plus floue dans le cas de polymères que dans celui de minéraux. On peut en effet observer tous les stades intermédiaires entre la phase amorphe et le monocristal parfait. Dans ces conditions, la définition du degré de cristallinité (fraction en poids ou en volume de l'échantillon se trouvant sous forme cristalline: X_c) est nécessaire pour la caractérisation des polymères semi-cristallins.

Un facteur important sur le plan du comportement mécanique est la taille des cristallites ou sphérolites. Celle-ci dépend essentiellement de l'histoire thermique et de la présence de germes de cristallisation, éventuellement incorporés au polymère.

Dans les pièces massives (épaisseur $\geq$ 1 mm), on peut s'attendre à une hétérogénéité plus ou moins marquée de la distribution spatiale, des degrés de cristallinité et des tailles des cristallites. Les refroidissements plus rapides en surface qu'au coeur, en raison de la faible conductivité thermique des polymères, conduisent à la formation de peaux très différentes des zones internes sur le plan morphologique.

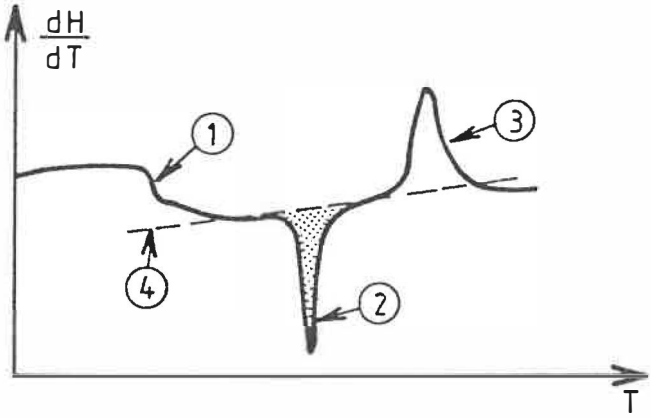
L'orientation des cristallites selon des directions

privilégiées jouera également un rôle important au niveau de l'anisotropie mécanique du matériau (Trotignon 1982).

1.4.2 ÉTUDE DE LA CRISTALLINITÉ

Parmi les méthodes d'étude permettant la détection et la mesure des phénomènes thermiques associés aux diverses transitions des polymères, l'analyse thermique différentielle constitue une technique de choix. Celle-ci permet de mesurer le dégagement ou l'absorption de chaleur subit par un échantillon placé dans un four à température programmée. Par voie indirecte, on peut connaître l'énergie échangée par l'échantillon avec le milieu à toute température. La courbe qui résulte est appelée thermogramme (Figure 1-2).

La fusion des cristallites se traduit par un pic endothermique relativement étroit, ce qui permet de localiser avec une bonne précision la température de fusion. La surface du pic, mesurée à partir d'une ligne de base tangente au thermogramme, est proportionnelle à l'énergie absorbée par la transformation (ΔH_f) (Prudhomme 1979). La mesure de cette grandeur pour une quantité connue de polymère permettra de déterminer le degré de cristallinité de l'échantillon, si l'on connaît à priori la chaleur de fusion (ΔH_f*) que l'on devrait mesurer si le polymère était complètement cristallin, puisque:



1. transition du 2e ordre. Ex. : transition vitreuse
2. transformation endothermique. Ex. : fusion
3. transformation exothermique. Ex. : combustion
4. ligne de base

Figure 1-2. Thermogramme

$$X_c = \Delta H_f / \Delta H_f^* \qquad (1\text{-}1)$$

1.5 COMPORTEMENT MÉCANIQUE DES POLYMÈRES

Ce que l'on recherche dans un matériau plastique, c'est une résistance mécanique intéressante à un coût raisonnable. Pour cette raison, les propriétés mécaniques occupent une place primordiale parmi les propriétés du polymère et ce pour la majorité des applications. Tous ceux qui travaillent avec ces matériaux ont besoin d'avoir une connaissance de leur comportement mécanique et de savoir comment ce comportement peut être modifié par des facteurs structuraux que l'on peut changer dans le polymère (Nielsen 1974).

Les méthodes pour améliorer les propriétés mécaniques des polymères et plus particulièrement des thermoplastiques sont selon Clegg (1986):

- la modification de l'architecture moléculaire,
- la copolymérisation,
- la cristallisation,
- la réticulation,
- le renforcement,
- l'expansion.

En plus des facteurs structuraux et moléculaires mentionnés ci-haut, quand on étudie le comportement mécanique des polymères, il faut tenir compte des variables

externes suivantes:

- Température,
- Temps, fréquence, ou taux d'extension,
- Pression,
- Contrainte et amplitude de déformation,
- Type de déformation: cisaillement, tension, etc.,
- Traitement ou histoire thermique,
- Nature de l'atmosphère environnante.

Le choix du test à utiliser pour étudier les propriétés mécaniques d'un matériau est passablement compliqué. La tâche est notamment simplifiée grâce à l'existence des méthodes normalisées. Les plus utilisées en Amérique du Nord sont celles reconnues par "the American Society for Testing & Materials" (ASTM). Toutefois, la méthode choisie doit être simple, uniforme, et générer l'information exigée par le sujet de recherche (Nielsen 1974).

1.5.1 TEST CONTRAINTE-DÉFORMATION

Les nombreux travaux réalisés, comme ceux de Lee et ses collaborateurs (1981), ont montré que le renforcement du PP et PEHD par le mica, et l'orientation de ce dernier dans la matrice, ont comme conséquence une grande augmentation de la résistance en traction, du module en flexion et de la résistance au choc.

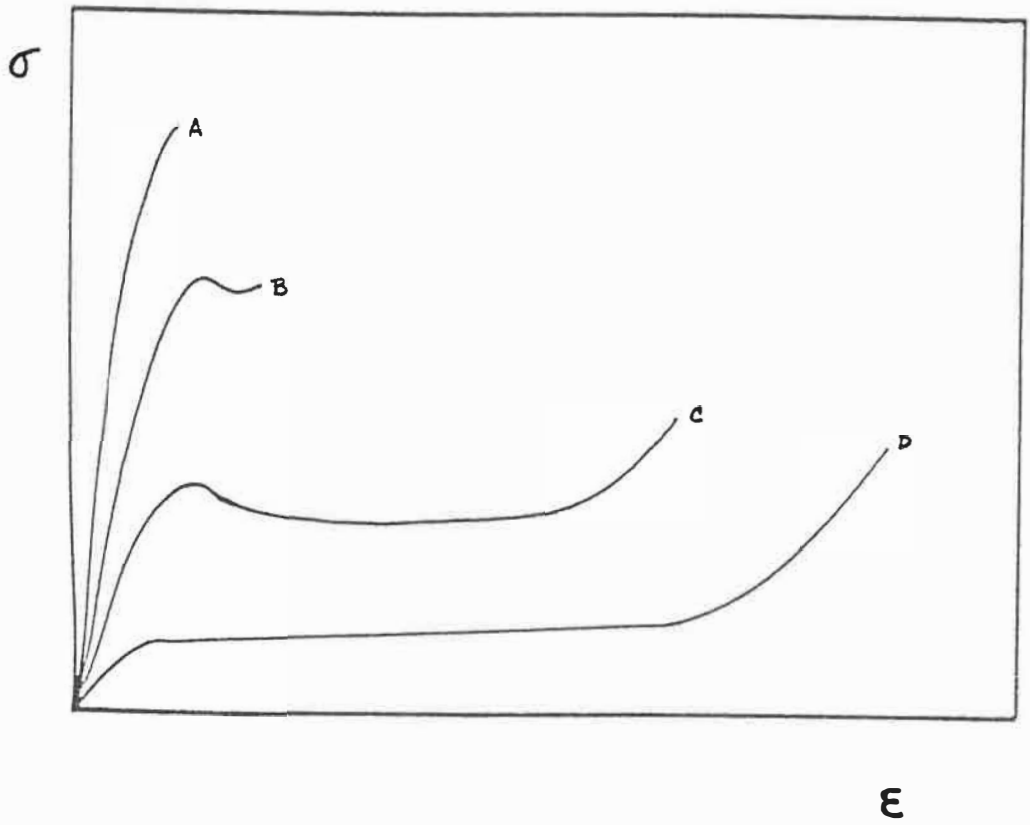
Nous avons choisi d'étudier un des trois effets résultants du renforcement du PEHD avec du mica, celui de la résistance en traction, pour évaluer la performance du matériau composite, la comparer avec celle des matériaux existants et trouver des applications potentielles.

Le test mécanique tel que l'enregistrement de la contrainte en fonction de la déformation est l'un des plus utilisés pour l'évaluation des propriétés en traction (Nielsen 1974).

Une machine de traction est constituée d'un cadre rigide comprenant un mords fixe et un système mobile destiné à appliquer la charge. Celle-ci est obtenue au moyen d'un vérin hydraulique ou d'un système mécanique de vis sans fin entrainées par un moteur.

L'éprouvette obtenue selon la norme choisie (ASTM, ACNOR, DIN, AFNOR), est fixée par ses extrémités à la machine d'essai et étirée à vitesse de déformation constante. L'enregistrement de la contrainte appliquée et la déformation de l'échantillon donnent la courbe: contrainte-déformation (σ-ϵ), caractéristique de l'essai, Figure 1-3.

Le pente de la partie initiale droite de la courbe est le *module d'élasticité* du matériau ou *module Young* "E". La *limite d'élasticité* devrait théoriquement correspondre à la valeur de la contrainte à partir de laquelle le matériau commence à se déformer plastiquement "σ_y".



A.- Matériau fragile

B.- Matériau ductile (fortement cristallin)

C.- Matériau ductile (semi-cristallin)

D.- Matériau amorphe (caoutchouc)

Figure 1-3. Courbe contrainte-déformation

L'*allongement à la rupture* est obtenu en mesurant la déformation de l'éprouvette après rupture "ϵ_B" (Palissy 1980).

1.5.2 COMPORTEMENT MÉCANIQUE DES POLYMÈRES RENFORCÉS

Avec l'évolution de la technologie des nouveaux matériaux, il est devenu impératif de pouvoir prédire les propriétés mécaniques du composite, en connaissant la matrice constituante, le renfort, la concentration et l'orientation du renfort. Il y a eu beaucoup de progrès dans l'analyse théorique et dans le dessin des matériaux composites. Ainsi, même les structures aérospatiales les plus importantes, peuvent être conçues avec l'assurance de rencontrer, de façon sécuritaire, les exigences requises pour les propriétés du matériau. Les nombreuses études théoriques et expérimentales (Nielsen 1970, Quemada 1972, Manson 1976), ont donné lieu à des modèles analytiques et des théories sur la défaillance mécanique, pour les différents types de composites. Dans le cas du renforcement avec des paillettes, on peut calculer le module d'élasticité avec la loi des mélanges modifiée, pour tenir compte de l'interaction entre les paillettes, ceci en utilisant la définition de "Modulus Reduction Facteur" M.R.F. (Padawer et Beecher 1970):

$$MRF = 1 - \frac{\ln (u + 1)}{u} \qquad u = \alpha \left[\frac{G_m \ \phi_f}{E_f \ (1-\phi_f)} \right]^{1/2} \qquad (1\text{-}2)$$

α: rapport largeur/épaisseur

G_m : module d'élasticité en cisaillement de la matrice

ϕ_f : fraction volumique des paillettes

E_f : module d'Young des paillettes.

et en supposant:

a.- des paillettes rectangulaires,

b.- pas de vide,

c.- paillettes sans imperfections,

d.- adhésion idéal matrice/paillette,

e.- distribution uniforme des paillettes.

La loi des mélanges modifiée avec l'introduction de la définition de M.R.F. donne (Rayson et McGrath 1986):

$$E_c = \phi_f E_f [MRF] + (1-\phi_f) E_m \qquad (1\text{-}3)$$

Bien que ces théories n'aient pas été développés pour le cas des paillettes de mica (non-rectangulaires), elles ont été appliquées avec succès par Lusis et ses collaborateurs (1973).

1.6 COMPORTEMENT RHÉOLOGIQUE

La rhéologie est une branche de la physique qui étudie la déformation et l'écoulement de la matière.

L'écoulement d'un fluide idéal soumis à une déformation en cisaillement simple est donné par la seconde loi de Newton (Bird 1960):

$$\tau_{yx} = - \mu \frac{dV_x}{dy}$$

Cette loi montre que le taux de cisaillement, dVx/dy, d'un fluide newtonien est proportionnel à la contrainte de cisaillement, τ_{xy}, et la constante de proportionnalité, μ, est appelée viscosité.

Il est bien connu que les polymères, qui n'obéissent pas à la loi de viscosité de Newton, présentent un rapport contrainte de cisaillement/taux de cisaillement non linéaire.

On peut définir la viscosité non-newtonienne par extension de la loi de Newton, en écoulement simple:

$$\eta \equiv - \frac{\tau_{yx}}{(dV_x/dy)} \qquad (1\text{-}4)$$

La viscosité joue un rôle essentiel en rhéologie. Sa connaissance suffit pour décrire l'écoulement simple en régime permanent. Il est clair que η (appelée également viscosité apparente) est une fonction de la température et de la pression, mais également, de la contrainte de cisaillement, τ_{xy}, ou encore, selon un point de vue tout à fait équivalent, de la vitesse de cisaillement dV_x/dy

(Couarraze 1983).

L'écoulement des polymères à travers les appareils de transformation peut être divisé en deux catégories: l'écoulement interne, celui qui se produit entre la vis et le baril ou les filets et les parties mobiles d'une extrudeuse, ou à cause des gradients de pression; c'est un mouvement de cisaillement. Le deuxième, l'écoulement externe, celui qui survient à la sortie des filières d'extrusion ou d'extrusion-gonflage, est de caractère élongationnel. Mais, c'est le premier qui est le plus important pour l'interprétation quantitative et l'analyse du comportement des polymères en écoulement (White 1986).

Les polymères fondus sont viscoélastiques, leur comportement s'apparente à la fois au comportement du solide élastique et à celui du liquide visqueux. Dans ce cas, les solutions classiques des phénomènes d'échanges ne peuvent pas être appliquées comme telles. Il faut tenir compte du comportement rhéologique et remplacer la loi de viscosité de Newton par une loi plus adéquate.

La viscosité de la plupart des polymères à l'état fondu n'est pas constante, celle-ci décroît lorsque le cisaillement augmente. Ce comportement appelé couramment "rhéofluidifiant", peut être défini de façon simple et satisfaisante par une loi de puissance (Lafleur 1987)

$$\eta = m \, |\dot{\gamma}|^{n-1} \qquad (1\text{-}5)$$

n = indice de comportement.

m = indice de consistance.

Cette loi prédit que la viscosité tend vers l'infini quand la vitesse de cisaillement tend vers zéro, ce qui est physiquement inacceptable. D'autres modèles plus récents: Ellis (1960), Cross (1968) et Carreau (1972), donnent une très bonne description de la viscosité des polymères:

Modèle de Ellis:

$$\eta = \frac{\eta_0}{1+|\tau_{21}/\tau_{1/2}|^{\alpha-1}} \qquad (1\text{-}6)$$

η_0 = viscosité limite lors que $\tau \longrightarrow 0$

α = paramètre sans dimension relié à la pente dans la région de la loi de puissance

$\tau_{1/2}$ = valeur de $|\tau_{21}|$ quand $\eta = 1/2\ \eta_0$

Modèle de Cross:

$$\eta = \frac{\eta_0}{1+|t_1\ \gamma|^p} \qquad (1\text{-}7)$$

t_1 = temps caractéristique

p = 1-n.

Modèle de Carreau:

$$\eta = \frac{\eta_0}{|1+(t_1\ \gamma)^2|^s} \qquad (1\text{-}8)$$

$s = (1-n)/2$

Un avantage de ce modèle par rapport au deux autres, est que la variable indépendante est la vitesse de cisaillement ainsi, les paramètres d'ajustement sont très faciles à obtenir.

1.6.1 VISCOÉLASTICITÉ LINÉAIRE

Tous les matériaux présentent un comportement linéaire, à condition que les contraintes et les déformations auxquelles ils sont soumis demeurent suffisamment faibles.

Le comportement linéaire est évidemment relié à l'aptitude du matériau à supporter des déformations, sans modification de sa structure microscopique. A cet égard, on peut considérer que l'étude des propriétés viscoélastiques linéaires permet de caractériser la structure "au repos". Au contraire, la transition vers un régime non-linéaire (à partir d'un certain seuil de déformation) s'accompagne, le plus souvent, d'une modification structurelle.

Les fonctions fluage et relaxation sont des fonctions essentielles en viscoélasticité linéaire. La connaissance de la fonction fluage ou de la fonction relaxation d'un matériau, permet de déterminer toutes les propriétés viscoélastiques du matériau (Nielsen 1977).

1.6.2 MODÈLE DE MAXWELL

Le modèle viscoélastique le plus simple est rattaché aux travaux de Maxwell. Il est une combinaison des équations obtenues en cisaillement simple pour un fluide et pour un solide.

Considérant l'écoulement simple entre deux plaques parallèles, pour un fluide, la loi de viscosité nous donne

$$\tau_{yx} = -\eta \frac{dV_x}{dy} \qquad (1\text{-}9) \qquad \eta \text{ : viscosité cte.}$$

relation entre la contrainte et la vitesse de cisaillement.

Le modèle mécanique correspondant à ce comportement est l'amortisseur, pour lequel la force appliquée peut être reliée à la vitesse par la relation:

$$F = K \frac{dx}{dt} = KV \qquad (1\text{-}10)$$

où K est un facteur de proportionnalité.

Considérons maintenant le cisaillement dans un solide, la loi de Hooke pour des déplacements très faibles nous donne:

$$\tau_{yx} = -G \frac{dU_x}{dy} \qquad (1\text{-}11)$$

où G est le module d'élasticité en cisaillement et dU_x/dy est la déformation.

Le modèle mécanique correspondant est le ressort

linéaire pour lequel la force est proportionnelle au déplacement:

$$F = K\Delta x$$

La déformation de cisaillement dU_x/dy est mieux connue sur la forme γ_{yx}, et la vitesse de cisaillement dV_x/dy comme $\dot{\gamma}_{yx} = \partial\gamma_{yx}/\partial t$.

Le comportement des polymères en régime permanent pour de faibles vitesses de déformation est de type newtonien, et pour des écoulements soudainement accélérés ou décélérés on observe le comportement d'un solide élastique. Alors, en combinant l'amortisseur (modèle mécanique correspondant au fluide) et le ressort linéaire (modèle mécanique correspondant au solide) on obtient le modèle de Maxwell, qui étudie le comportement des substances viscoélastiques soumises à des déformations très faibles.

On a:

$$V = V_A + V_R = \frac{F}{K_A} + \frac{1}{K_R}\frac{dF}{dt}$$

$_A$: pour amortisseur

$_R$: pour ressort

Soit:

$$F + \frac{K_A}{K_R}\frac{dF}{dt} = K_A V$$

que l'on écrit en cisaillement simple, utilisant des paramètres rhéologiques:

$$\tau_{yx} + \lambda \frac{\partial}{\partial t}\tau_{yx} = -\eta\,\dot{\gamma}_{yx} \qquad (1\text{-}12)$$

où $\lambda = \eta/G$ temps caractéristique.

1.6.3 FLUAGE

L'expérience de fluage consiste à appliquer soudainement et à maintenir sur le matériau une contrainte (de cisaillement ou d'élongation).

En cisaillement simple, durant le fluage, la vitesse de cisaillement s'accroît d'abord lentement pour atteindre une valeur constante à l'équilibre (Figure 1-4).

Le comportement en fluage peut être expliqué qualitativement à l'aide de simples modèles mécaniques, comme le modèle de Maxwell (vu antérieurement).

A partir de l'équation (1-12):

$$\tau_{yx} + \lambda \frac{\partial}{\partial t} \tau_{yx} = - \eta \dot{\gamma}_{yx}$$

nous trouvons la relation qui représente le comportement d'un fluide de Maxwell soumis au fluage:

$$\gamma_{yx} = \gamma_0 \; [1 + t/\lambda_0] \qquad (1\text{-}13)$$

où $\gamma_0 = \dfrac{\tau_o \; \lambda_0}{\eta}$

Malgré une déformation instantanée au temps zéro, ce modèle simple décrit relativement bien le comportement des polymères (Carreau 1987).

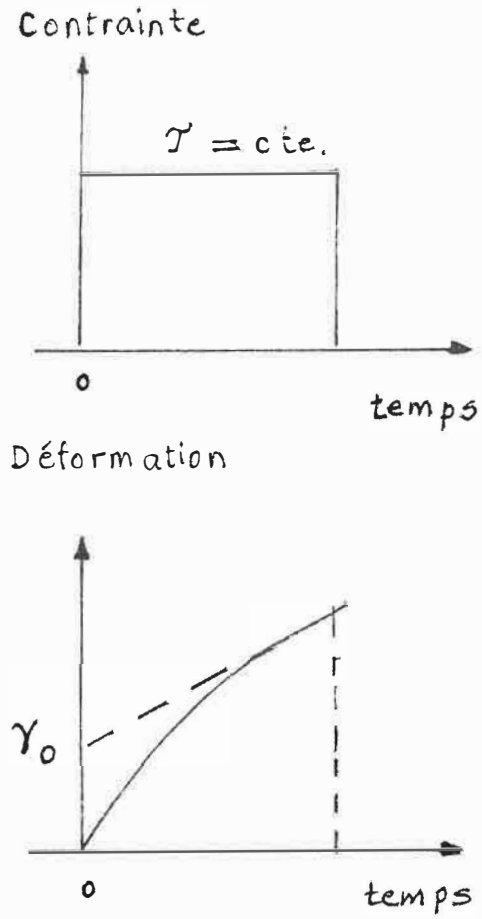


Figure 1-4. Expérience de fluage

1.6.4 COMPORTEMENT RHÉOLOGIQUE DES POLYMÈRES RENFORCÉS

L'ajout des charges de renfort aux matrices polymères permet d'améliorer les propriétés mécaniques et thermiques du produit final. Mais cette incorporation de particules solides peut altérer de façon critique les propriétés rhéologiques du matériau. Principalement, la viscosité en cisaillement, η, la première contrainte normale, ψ_1, la viscosité dynamique, η', et le module de conservation, G'. Ces fonctions rhéologiques donnent des informations à propos de la structure interne du matériau et doivent être mesurées pour le polymère renforcé ainsi que pour la matrice polymère (Poslinski 1988, Kitano 1981). Pour les raisons mentionnées ci-haut, il est très important, dans l'analyse et le contrôle de la plupart des opérations de transformation, de faire une recherche systématique des propriétés rhéologiques du polymère renforcé à utiliser, en fonction de la vitesse de cisaillement, la fraction volumique de renfort et les propriétés de la matrice.

Dans le cas de nombreuses études sur les propriétés rhéologiques des polymères chargés (Han 1981, Metzner 1985, Kamal 1985), les résultat obtenus correspondent généralement à ceux des études faites avec des suspensions de particules dans un fluide newtonien. Les systèmes qui renferment des billes de verre de grande taille et des

fibres, présentent une viscosité newtonienne à faible vitesse de cisaillement et à haut taux de cisaillement, la viscosité diminue comme dans le cas des polymères fondus sans renfort (Keentok 1982, Jarzebski 1981, Mewis 1975).

Polinski et al. (1988) ont étudié le comportement rhéologique des thermoplastiques renforcés avec des billes de verre. Ils ont trouvé que le modèle de Carreau, donné par l'équation (1-8), pouvait être modifié pour donner une bonne prédiction de la viscosité en cisaillement de ces systèmes (équation 1-14):

$$\eta_C = \eta_M \circ \eta_R [1+(\lambda_M \lambda_R \dot{\gamma})^2]^{(n-1/2)}$$

et ils l'on adapté au modèle de Kitano et al. en évaluant η_C et η_M à la même contrainte de cisaillement (τ):

$$\eta_R = \left[\frac{\eta_C}{\eta_M} \right]_\tau = [\ 1-\phi/\phi_m\ ]^{-2} \qquad (1\text{-}15)$$

2.0 MÉTHODE EXPÉRIMENTALE

Dans ce chapitre on trouve les matériaux et la démarche expérimentale utilisés dans cette étude.

2.1 PRODUITS UTILISÉS

2.1.1 POLYMÈRE

Le polymère utilisé dans ce travail de recherche est le Polyéthylène Haute Densité (PEHD) DGDY-6098, de la compagnie Union Carbide. Les spécifications de la résine de base S2K-4910 qui représente le constituant majeur du DGDY-6098 se trouvent à l'annexe A.

2.1.2 RENFORTS

Dans le but d'améliorer les propriétés mécaniques du polyéthylène employé, nous avons utilisé les deux sortes des paillettes disponibles sur le marché, à savoir celles de mica et de verre type "C".

Notre intérêt est porté sur les composites à base de paillettes de mica. Celles-ci présentent des avantages par rapport aux paillettes de verre, surtout pour le Canada, qui possède la plus grande source mondiale de mica phlogopite en opération. Il s'agit de la mine Bédard, au Lac Letondal dans le nord du Québec: elle contient près de 30 millions de tonnes de mica avec une pureté de 88 à 96 %,

et elle st exploitée depuis 1973. Ce minerai est purifié et délaminé à Boucherville par Suzorite Mica Products Inc..

Mica est le terme générique que l'on donne à la famille de phyllosilicates constitués principalement de potassium.

Les compositions chimiques des principales configurations de mica sont:

Muscovite $K_2Al_4(Al_2Si_6O_{20})(OH)_4$

Phlogopite $K_2(Mg,Fe)_6(Al_2Si_6O_{20})(OH,F)_4$

Biotite $K_2(MgFe^{2+})_4(Al_2Si_6O_{20})(OH)_4$

Fluorphlogopite $K_2Mg_6(Al_2Si_6O_{20})F_4$

L'énergie de surface des paillettes de mica est très grande. Ceci empêche une bonne mouillabilité lorsqu'on utilise une matrice polymère avec un caractère hydrophobe, comme le polypropylène, le polyéthylène ou les styréniques. Les propriétés en tension et en flexion de ces composites, quand on n'utilise pas d'agents de couplage, sont du même ordre de grandeur que celles des composites préparés avec du talc ou du carbonate de calcium. Lorsqu'on utilise un agent de couplage approprié, les propriétés en tension et en flexion des composites sont nettement améliorées. Les agents de couplage les plus utilisés avec les polyoléfines sont: les silanes, les hydrocarbures chlorés, les polyoléfines modifiés et les monomères.

Jusqu'à récemment, le mica n'était pas considéré comme un renfort pour les plastiques, à cause de son faible

rapport largeur/épaisseur. C'est grâce aux travaux de Woodhams et de ses étudiants à l'Université de Toronto (Kauffman 1974), qui ont montré que du mica avec un très haut ratio l/é pouvait être obtenu avec délaminage par ultrasons, que le mica est devenu un renfort intéressant. L'intérêt d'utiliser des paillettes de mica comme renfort réside dans le fait qu'elles confèrent leurs propriétés aux composites obtenus, selon la loi des mélanges, proportionnellement à la fraction volumique de mica utilisé (Milewski 1987).

Ces propriétés particulièrement intéressantes sont:

une grande rigidité,

un coefficient d'expansion thermique faible,

une haute conductivité thermique,

une bonne résistance aux hautes températures,

une solubilité dans l'eau faible,

une bonne résistance chimique,

un coefficient de friction bas,

une dureté faible.

Toute l'information sur les paillettes de mica utilisées: Suzorite mica 200-HK, provenant de Suzorite Mica Products Inc., est placée à l'annexe A.

Nous avons utilisé à titre de comparaison les paillettes de verre, renfort employé largement avant le

mica.

Les paillettes de verre utilisées provenaient de la compagnie Owens/Corning Fiberglas, produit sous le code 74X58195. Les renseignements les concernants se trouvent à l'annexe A.

2.1.3 ANTIOXYDANT

L'antioxydant utilisé pour éviter la dégradation thermique du polymère pendant la mise en oeuvre est l' Irganox 1010 de la compagnie Ciba-Geigy. Très recommandé pour l'usage avec les polyoléfines, notamment le PEHD, et déjà présent dans la composition du DGDY-6098. (voir spécifications à l'annexe A).

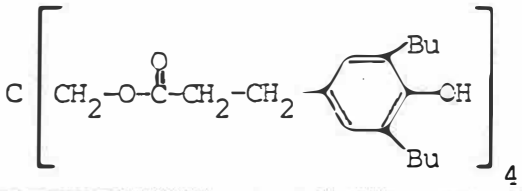
tetra tris methylene-3-(3',5'-di-ter-butyl-4'-hydroxy phenyl) propionate methane		Irganox 1010 (CIBA-Geigy)

Figure 2-1. Antioxydant "Irganox 1010"

2.2 MANIPULATIONS ET APPAREILS

2.2.1 MISE EN OEUVRE DES COMPOSITES

2.2.1.1 LE MÉLANGEAGE

Pour comparer les effets de deux mélangeurs sur la composition finale, nous avons utilisé deux appareils de la

compagnie C. W. BRABENDER: le malaxeur à tête de mélange interne (Plasticorder torque Rheometer) et le laminoir à rouleaux parallèles (Laboratory Prep-Mill). Les caractéristiques de ces appareils sont montrés à l'annexe B.

Des compositions contenant respectivement 0, 20, 30, 40 et 50 % en poids de paillettes de mica ou de verre ont été réalisées avec les deux mélangeurs. Dans un premier temps les paillettes n'étaient pas tamisées. Elles l'étaient par la suite, et seule la fraction retenue par le tamis 200 mailles a été utilisée dans les mélanges.

Spécifications pour le laminoir à rouleaux:

- température des rouleaux: 170 ± 2°C
- vitesse de rotation: 30 rpm
- espacement entre les rouleaux: 0.5 mm
- temps de mixage: 600 ± 60 s
- volume total de mélange: 30 ml.

En premier lieu l'antioxydant est ajouté à la résine de façon à obtenir un composé de 0.1 % massique en antioxydant. Ce mélange est placé sur les rouleaux chauds, immobiles. Après deux minutes, quand le polymère commence à fondre on fait tourner les rouleaux et le mélange est homogénéisé. A ce moment on commence à ajouter les paillettes de façon graduelle pour éviter des pertes et assurer une bonne dispersion. Après refroidissement à

l'air libre, les feuilles obtenues sont concassées pour préparer les plaques qui vont donner lieu aux échantillons.

Spécifications pour le malaxeur à tête de mélange interne:

- température de la chambre de mélange : 170 ± 2 °C
- vitesse des rotors: 50 rpm
- temps de mixage: 600 ± 60 s
- volume total de mélange: 30 ml.

Comme pour le laminoir, l'antioxydant est ajouté à la résine en proportion massique de 0.1 %. Ce mélange est introduit dans la chambre de mélange du malaxeur, les rotors arrêtés. Une fois que le polymère est fondu, on fait tourner les rotors et on alimente graduellement en paillettes. Lorsque le mélange est homogène, il est extrait promptement du mélangeur et il est coupé en petits morceaux pendant qu'il est chaud (pour son utilisation postérieure), pour en faire des plaques et à partir de celles-ci des échantillons.

2.2.1.2 LE MOULAGE PAR COMPRESSION

Sous l'effet conjugué de la température et de la pression, le mélange obtenu est écrasé dans un moule de laiton placé dans une presse hydraulique (WABASH HYDRAULIC PRESS). La forme et les dimensions du moule varient selon le

type d'échantillon que l'on veut obtenir.

Pour les tests mécaniques, les éprouvettes utilisées sont découpées sur des plaques obtenues avec un cadre rectangulaire de 11 cm par 7 cm et de 0.5 mm d'épaisseur.

Pour les tests rhéologiques, les échantillons sont obtenus directement à l'aide d'un moule qui renferme plusieurs cavités de 25 mm de diamètre et 1.6 mm d'épaisseur.

La procédure utilisée dans les deux cas est la même: on dépose une quantité suffisante de mélange à l'intérieur du moule, ce dernier est placé entre deux plaques de laiton recouvertes de feuilles d'aluminium et le tout est introduit dans la presse préalablement chauffée à 170 °C. On laisse fondre le mélange sans presser pendant 600 s, après quoi on augmente la pression à chaque 100 s, en 4 intervalles égaux jusqu'à la pression finale, pour un temps total de 1000 s. En dernier lieu l'ensemble du moule est refroidi par trempe à l'eau froide.

Pour les tests de calorimétrie, les échantillons étaient préparés avec ce qui restait des plaques après avoir coupé les éprouvettes pour les tests mécaniques. Par conséquent, l'histoire thermique des échantillons utilisés pour les test de traction et calorimétrie est la même.

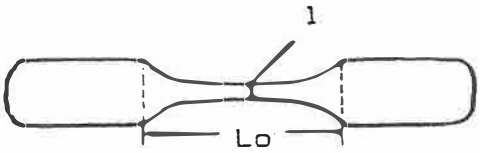
2.2.2 LES ESSAIS DE TRACTION

A partir de la méthode ASTM D882, les propriétés mécaniques des échantillons en tension ont été déterminées à l'aide d'une machine de traction de la compagnie "INSTRON" modèle 4201.

Les éprouvettes sont découpées dans les plaques produites par compression (section 2.2.1.2), sous une petite presse, avec un emporte-pièce normalisé. Les plaques sont réchauffées à 60°C pour permettre un meilleur découpage et une meilleure qualité des échantillons. Leurs dimensions sont indiquées à la figure 2-2.

L'épaisseur des éprouvettes était mesurée avec un micromètre pour permettre de calculer la section transversale (St) de chacune d'elles. Les essais s'effectuaient à une température constante de 23 ± 2 °C. La distance entre les mâchoires était fixée à 27 mm. Chaque éprouvette était étirée jusqu'à sa rupture à une vitesse constante de 20 mm/min. La contrainte appliquée et la déformation sont enregistrées par l'appareil et une courbe contrainte-déformation est produite en même temps que l'essai.

Le module d'Young (E) est obtenu par la mesure de la pente de la courbe contrainte-déformation dans la partie linéaire à l'origine (un exemple de calcul est placé à l'annexe C).



longueur initiale "Lo" = 27 mm

largeur "l" = 3.22 mm

Figure 2-2 Dimensions des éprouvettes utilisées pour les essais de traction.

Les autres valeurs, soient la contrainte au seuil d'élasticité et les allongements au seuil d'élasticité et à la rupture, sont lues directement sur la console de l'appareil. La précision de l'appareil ainsi que les spécifications se trouvent à l'annexe B.

2.2.3 CALORIMÉTRIE DIFFÉRENTIELLE À BALAYAGE

L'étude de la cristallinité des polymères est généralement effectuée à l'aide d'un microcalorimètre à balayage, comme celui que nous avons utilisé: modèle 910 "DIFFERENTIAL SCANNING CALORIMETER" (D.S.C.) de la compagnie DuPont. Le principe de base de cet appareil est l'analyse thermique différentielle, que nous avons présenté à la section 1.4.2.

Les quatre éléments principaux qui composent le microcalorimètre à balayage sont les suivants:

- un dispositif comprenant deux supports identiques: l'un servant à porter la cellule échantillon, l'autre la cellule de référence. Les deux supports sont munis d'un capteur de température et d'une résistance chauffante.

- un dispositif électronique permettant le chauffage des supports à une vitesse linéaire prédéterminée. Ce dispositif ajuste automatiquement les puissances électriques $W_é$ et W_r des éléments chauffants du support échantillon et du support référence, de sorte que les températures des deux supports soient identiques et égales

à la température prédéterminée.

- un dispositif électronique permettant la mesure de la différence de puissance $W_é - W_r$ nécessaire pour annuler la différence de température entre les deux supports. Cette grandeur est proportionnelle à la quantité de chaleur dQ/dt absorbée ou dégagée par unité de temps et par unité de masse d'échantillon. Elle permet de mesurer tout effet thermique se produisant au niveau de l'échantillon, incluant les changements de capacité calorifique C_p.

- un ordinateur permettant l'enregistrement d'un signal proportionnel à dQ/dt en fonction de la température. Puisque celle-ci varie linéairement avec le temps selon le taux prédéterminé (q=dT/dt), l'échelle de temps peut facilement être convertie en échelle de température. Un logiciel permet d'effectuer l'analyse de la courbe obtenue et notamment l'intégration du pic de fusion qui fournit ainsi la chaleur de fusion ΔH_f.

Le D.S.C. mesure la différence de puissance de chauffe qui existe entre une cellule échantillon et la cellule de référence, qui permet de maintenir les deux cellules à la même température.

L'échantillon à analyser est d'environ 10 mg, et il est serti hermétiquement dans une capsule d'aluminium (coupelle et disque). Comme référence, on utilise une capsule d'aluminium vide. Les pesées des échantillons

doivent être précises au centième de milligramme.

Pour exprimer les résultats en valeur absolue, un étalonnage de l'appareil s'impose. Ce dernier est généralement effectué à l'aide de substances dont les propriétés thermiques sont parfaitement connues (étalons), comme dans notre cas l'indium: T_f=156.6°C, ΔH_f=6.79 cal/g.

La mesure du pic de fusion de la substance étalon sert à fixer l'échelle de température de l'appareil à la vitesse de chauffe utilisée (Prudhomme 1979).

Nous avons analysé au moins quatre échantillons de chaque composition, à une vitesse de chauffe linéaire de 10°C par minute dans l'intervalle de température de 40 à 170°C. Un thermogramme est montré comme exemple à l'annexe D.

2.2.4 DÉTERMINATION DES PROPRIÉTÉS RHÉOLOGIQUES

Les essais rhéologiques ont été réalisés à l'aide de deux rhéomètres: le R.S.R. (Rheometrics Stress Rheometer) et le "C.I.L. high shear viscometer" (Canadian Industries Limited).

2.2.4.1 RHÉOMÈTRE À CONTRAINTE CONSTANTE (R.S.R.)

Un rhéomètre de type rotatif plateau/plateau est constitué de deux disques parallèles, de même axe "Oz", de rayon "R" et distants de "L" (entrefer entre les deux

plateaux). L'un des disques est maintenu au repos, l'autre étant soumis à un couple "M". Ce rhéomètre est montré à la figure 2-3.

Sous l'effet du couple, la substance à étudier se décompose en couches circulaires, parallèles aux disques solides. Pour un matériau linéaire, la contrainte et la déformation de cisaillement ne dépendent pas de la hauteur "z" de la couche considérée, mais de la distance "r" à l'axe de rotation:

$$\tau(r) = \frac{2rM}{\pi R^4} \qquad (2\text{-}1)$$

$$\gamma(r,t) = \frac{r\theta(t)}{L} \qquad (2\text{-}2)$$

pour r=R:

$$\tau = \frac{2M}{\pi R^3} \qquad (2\text{-}3)$$

$$\gamma(t) = \frac{R\theta(t)}{L} \qquad (2\text{-}4)$$

Le R.S.R. est un appareil très sensible et précis qui permet d'étudier le comportement viscoélastique des polymères fondus à des faibles taux de cisaillement (10^{-4} à 10^{-2} s^{-1}). Il a été utilisé pour étudier le comportement en fluage des mélanges PEHD-mica avec 0, 20 et 40 % en poids de mica.

Les essais consistaient à imposer à un instant donné

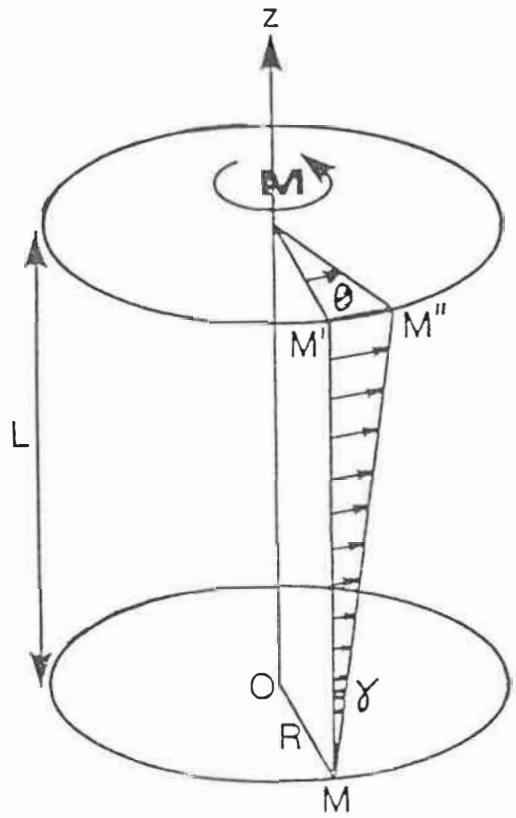


Figure 2-3. Interprétation géométrique de la déformation pour r = R (matériau linéaire).

une contrainte constante (τ) connue, mesurer la déformation de cisaillement correspondante (γ) et d'en suivre l'évolution dans le temps.

La courbe caractéristique obtenue pour les thermoplastiques est représentée à la figure 2-4 (Rheometrics, Inc.). La pente de la partie linéaire de la courbe de fluage donne la vitesse de cisaillement ($\dot{\gamma}$). La viscosité est déterminée tout simplement en prenant le rapport de la contrainte appliquée sur la pente de la courbe de fluage.

Les manipulations de l'appareil et le traitement des données sont réalisés par l'intermédiaire d'un micro-ordinateur avec une table traçante et une imprimante.

Les essais ont été réalises à 190°C avec des disques de 12.5 mm de rayon espacés de 1.4 mm pour donner place aux échantillons préparés par moulage par compression à une température de 170°C et une pression de 35 MPa (5000 psi).

Pour étudier le caractère rhéofluidifiant des thermoplastiques, les expériences de fluage furent réalisées pour au moins 10 valeurs de $\dot{\gamma}$ différentes.

2.2.4.2 RHÉOMÈTRE CAPILLAIRE (C.I.L.)

Le viscosimètre C.I.L. utilise la pression d'un gaz (généralement l'azote) appliquée au réservoir alimentant un capillaire. La figure 2-5 montre les éléments composant l'appareil (Dealy 1982).

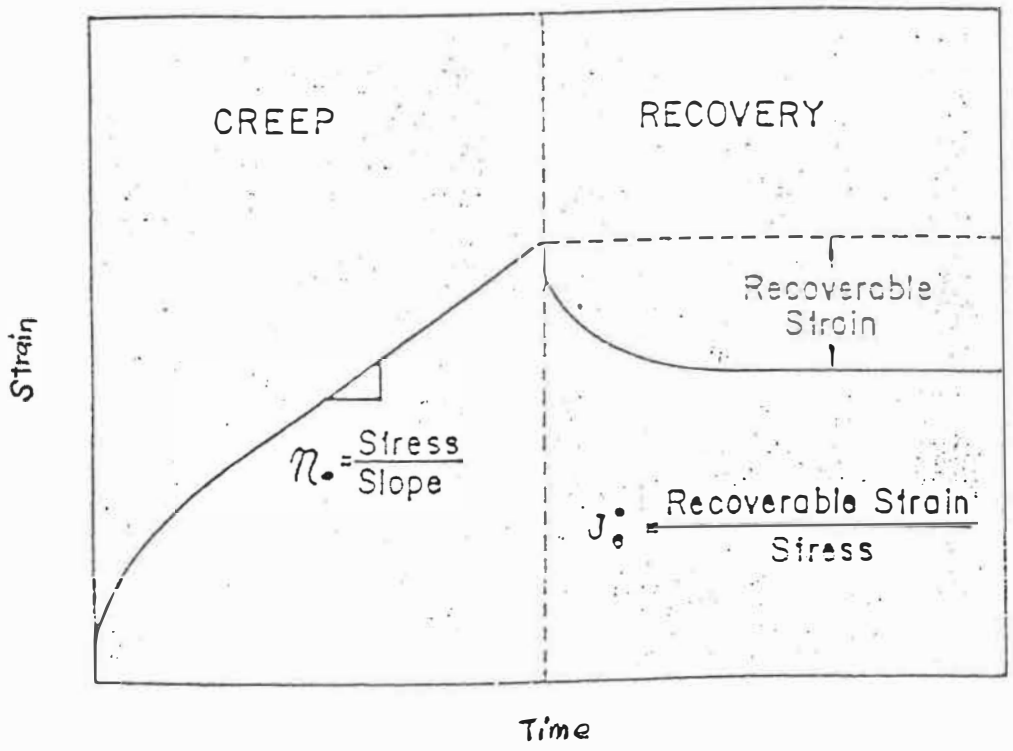
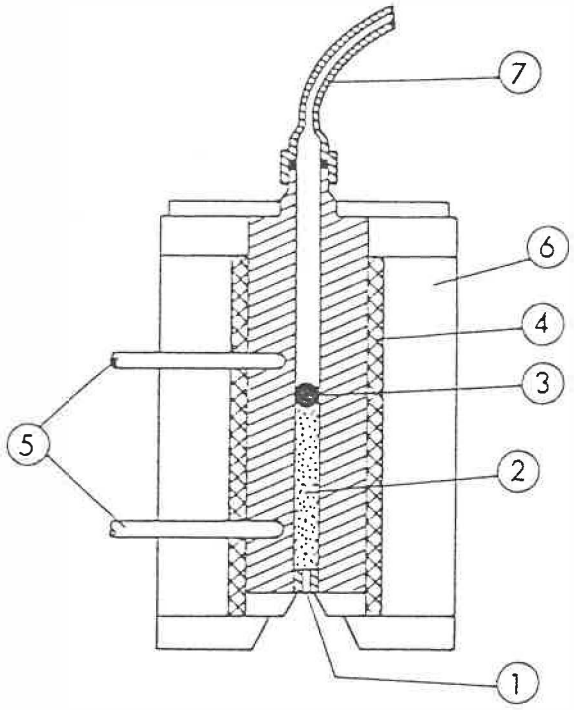


Figure 2-4. Courbe caractéristique du fluage, pour un matériau thermoplastique



1 Capillaire

2 Polymère

3 Piston

4 Eléments chauffants

5 Thermocouples

6 Isolation thermique

7 Tuyau haute pression

Figure 2-5. Viscosimètre C.I.L. (éléments composants)

La viscosité est obtenue en mesurant le temps nécessaire pour recueillir un certain poids de polymère pour une pression d'azote appliquée. Ces données obtenues ne permettent pas une mesure immédiate de la viscosité. On doit proposer d'abord un modèle mathématique (comportement newtonien, loi de puissance ou autre), ou utiliser la relation de Rabinowitsch.

Le développement de Rabinowitsch donne, avec les équations pour un fluide newtonien, écoulement laminaire, rampant et unidirectionnel, à l'intérieur d'un capillaire:

$$\tau_W = \frac{\Delta P \; R_c}{2 \; L_c} \qquad \text{contrainte à la paroi} \qquad (2\text{-}5)$$

et

$$\dot{\gamma}_{WA} = \frac{4 \; Q}{\pi \; R_c^{\,3}} \qquad \text{vitesse de cisaillement à la paroi} \qquad (2\text{-}6)$$

où:

L_c : longueur du capillaire

R_c : rayon du capillaire

Q: débit volumique.

Pour un fluide non-newtonien on a:

$$\dot{\gamma}_W = \frac{3}{4} \; \dot{\gamma}_{WA} + \frac{\dot{\gamma}_{WA}}{4} \left[\frac{d \ln \dot{\gamma}_{WA}}{d \ln \tau_W} \right]$$

et la viscosité:

$$\eta = \frac{\tau_w}{\dot{\gamma}_w}$$

Les dimensions du capillaire utilisé sont:

R = 0.1 cm.

L = 6.0 cm.

Comme pour le rhéomètre R.S.R., les essais ont été réalisés à 190°C et les mélanges PEHD-mica testés étaient: 0, 20, et 40 % en poids de mica. Le mélange à étudier coupé en petits morceaux, été introduit dans le fourreau de l'appareil préchauffé à la température voulue. La pression d'azote utilisée allait de 0.7 à 9.0 MPa, nous permettant ainsi de couvrir une grande plage à haute vitesse de cisaillement (de $3x10^{-2}$ à 3 s^{-1}).

2.2.5 MICROSCOPE ÉLECTRONIQUE À BALAYAGE

La morphologie des paillettes, de certains échantillons des tests mécaniques et des plaques a été examiné à l'aide d'un microscope à balayage: le "JOEL SCANNING ELECTRON MICROSCOPE" (JSM-820). Pour voir la dispersion dans les mélanges, les compositions PEHD-mica et PEHD-verre obtenus avec le laminoir ou le malaxeur à tête de mélange interne, ont été examinées.

Les échantillons des tests de traction ont été

examinés après rupture (sur le plan où ils s'étaient cassés).

3.0 RÉSULTATS ET DISCUSSION

Cette section est divisée en quatre parties. En premier lieu, la morphologie des échantillons est montrée, à l'aide des photos prises lors d'études microscopiques. Ensuite, les résultats des tests mécaniques de traction sont présentés et analysés. La troisième partie expose les résultats sur la cristallinité d'échantillons de différentes compositions. En dernier lieu, nous discuterons du comportement rhéologique des mélanges PEHD-mica.

3.1 ÉTUDE MICROSCOPIQUE

Les observations au microscope électronique à balayage nous ont servi à mieux comprendre le comportement macroscopique des composites étudiés.

3.1.1 RENFORTS

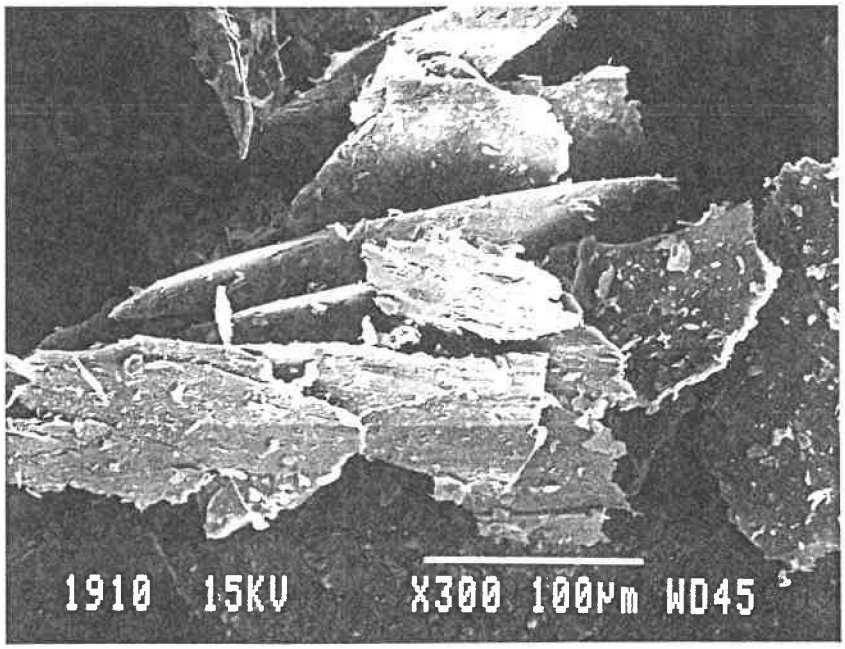
La figure 3-1 montre les photos des deux genres de paillettes utilisées dans notre projet. Les différences observées entre les deux renforts sont montrées au tableau 3-1. On remarque dans le cas des paillettes de mica que leur grandeur varie beaucoup et qu'il y a un grand nombre des particules de petites dimensions. C'est pour ces raisons que nous avons décidé de tamiser les paillettes. La figure 3-2 montre les photos des paillettes tamisées. Nous avons

	MICA	VERRE
forme des paillettes	ellipsoïdale	rectangulaire
surface	rugueuse	lise
largeur moyenne (μm)	45	81
épaisseur moyenne (μm)	2.1	6.2

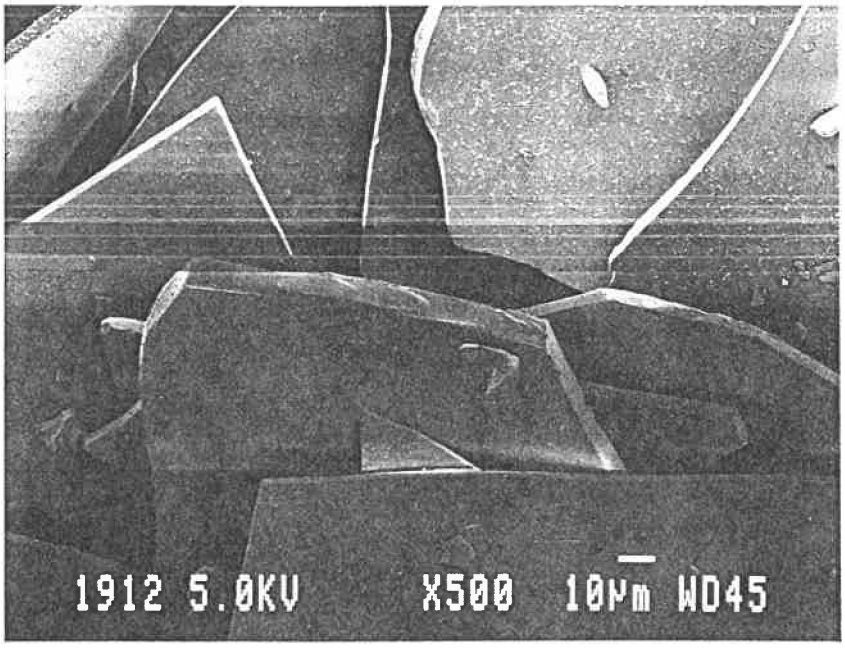
Tableau 3-1. Différences rencontrées entre les deux types de paillettes.

PAILLETTES	MICA	VERRE
	non-tamisées	
largeur moyenne (μm)	45	81
épaisseur moyenne (μm)	2.1	6.2
rapport l/é	22	13
	tamisées	
largeur moyenne (μm)	55	89
épaisseur moyenne (μm)	2.1	6.2
rapport l/é	27	14

Tableau 3-2. Dimensions des paillettes avant et après tamisage.

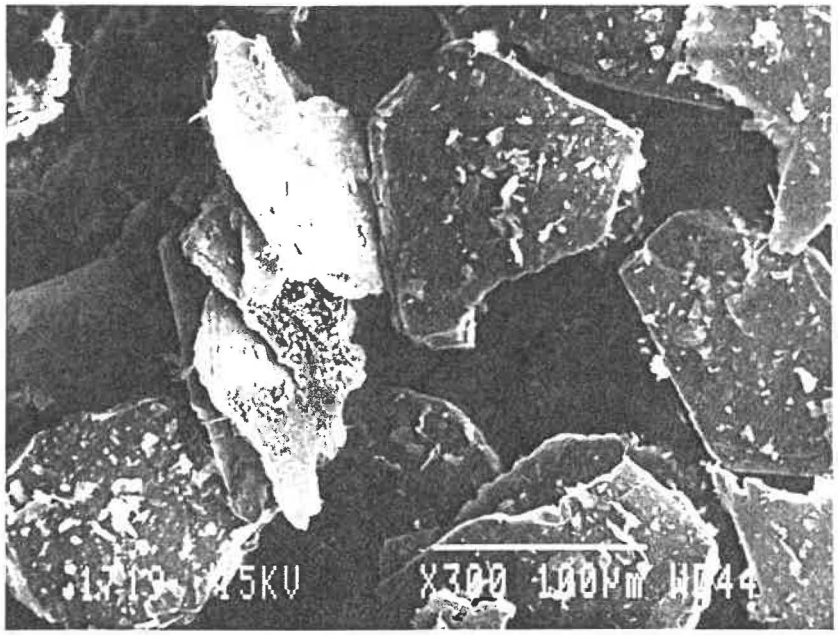


a)

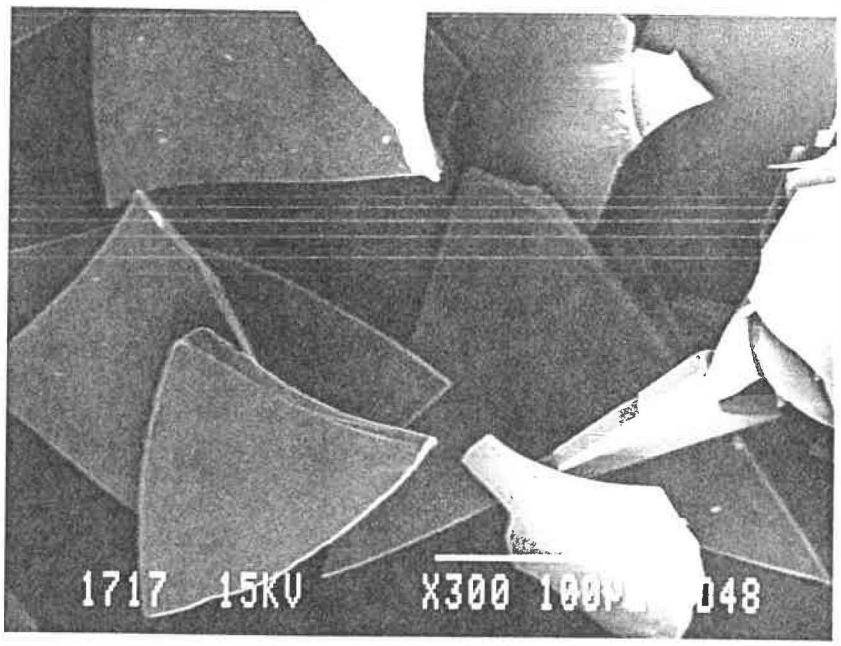


b)

Figure 3-1. Renforts utilisés: a) paillettes de mica
b) paillettes de verre



a)



b)

Figure 3-2. Paillettes tamisées: a) mica
b) verre

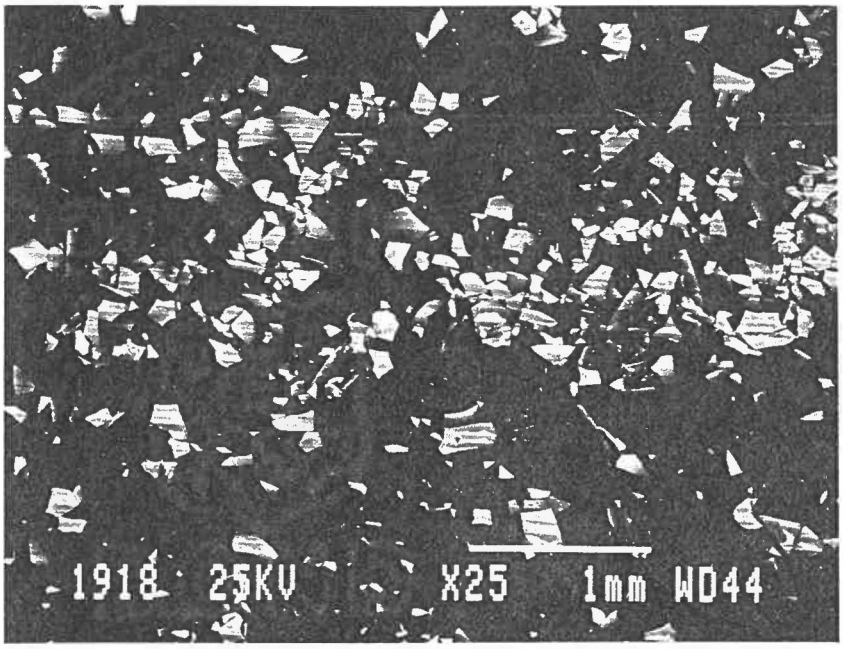
comparé leur dimension avant et après le tamisage tableau 3-2. Le tamisage a une influence très marquée sur les paillettes de mica. Les paillettes tamisées présentent une grandeur plus uniforme (fig. 3-2 b) par rapport a celles non-tamisées (fig. 3-2 a), et une diminution dans le nombre de particules de petites dimensions. Ce qui donne comme conséquence une augmentation de la largeur moyenne des paillettes, mesurée d'après les photos.

3.1.2 DISPERSION

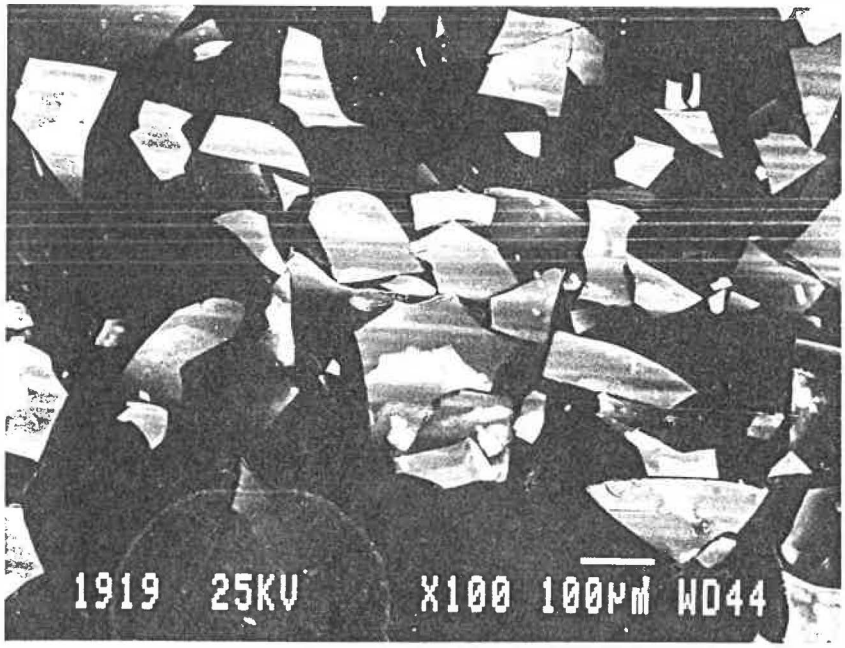
Il est important de noter que la dispersion des paillettes présente des légères variations entre les deux composites étudiés.

La figure 3-3 a) montre la dispersion pour une concentration de 20% en poids de verre, quand le mélange est réalisé avec le laminoir. On observe une concentration des paillettes plus haute par endroits, et des espaces où il n'y a pas des paillettes. Si on regarde en détail (fig. 3-3 b), on constate qu'il y a un regroupement de particules de grandes dimensions. Si on observe la même composition réalisée avec le malaxeur (fig. 3-4), on remarque:

1) une dispersion des paillettes des différents grandeurs sur toute la surface,
2) un léger regroupement des paillettes à l'occasion
3) une diminution des espaces vides, causé par la présence des petites particules.



a)



b)

Figure 3-3. Dispersion pour le mélange PEHD-verre réalisé avec le laminoir (20% en poids de verre)

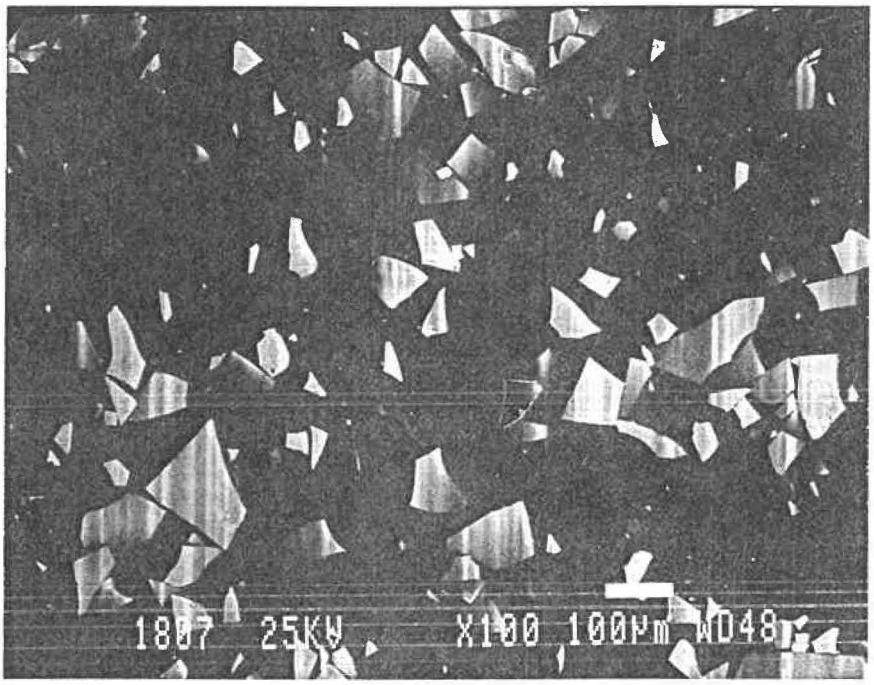


Figure 3-4. Dispersion pour le mélange PEHD-verre réalisé avec le malaxeur (20% en poids de verre)

On pourrait penser que ces petites particules, qui ne sont pas très évidentes dans la fig. 3-3 b), se produiraient par le bris des paillettes plus grandes. Il ne semble pas être le cas, car la dimension des paillettes est semblable, peut importe le mélangeur utilisé, comme le montrent les figures 3-5 (pour la composition réalisée avec le laminoir) et 3-6 (pour le malaxeur).

La dispersion des paillettes de mica, lorsque le mélange est réalisé avec le laminoir, est montrée à la figure 3-7. La situation observée est presque la même que pour les paillettes de verre. On remarque une concentration de paillettes plus élevée par endroits, et des régions de concentration beaucoup plus faible. Mais, dans cettes régions de faible concentration, on retrouve des particules de très petite taille, qui n'étaient pas présentes dans le mélange PEHD-verre. La figure 3-8 montre la dispersion pour le composite PEHD-mica, lorsque la composition a été réalisée avec le malaxeur. On remarque une dispersion uniforme des paillettes sur toute la surface.

Compte tenu de ces observations, nous pouvons affirmer que le laminoir donne une mauvaise dispersion des paillettes, et que les paillettes de verre sont plus difficiles à disperser que celles de mica.

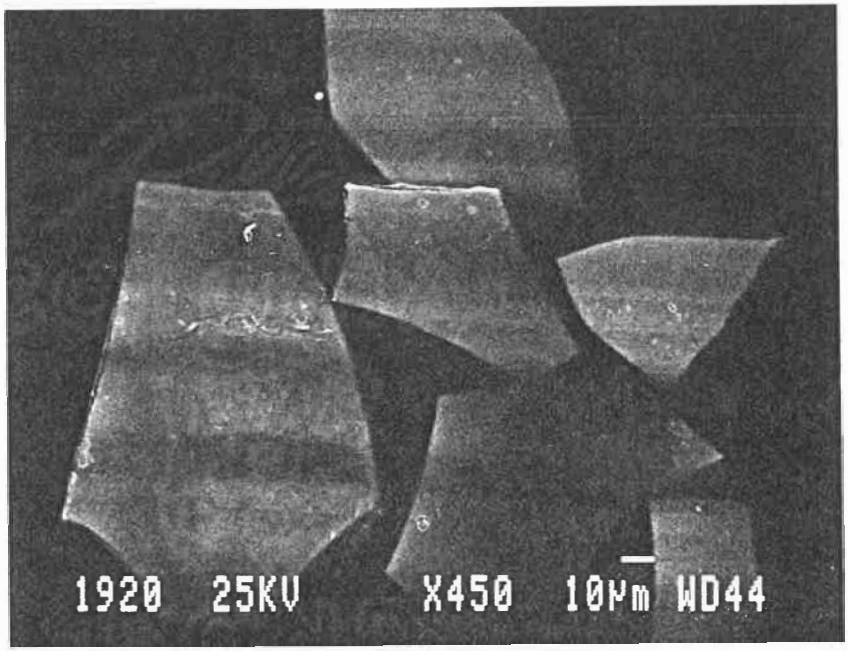


Figure 3-5. Mélange réalisé avec le laminoir

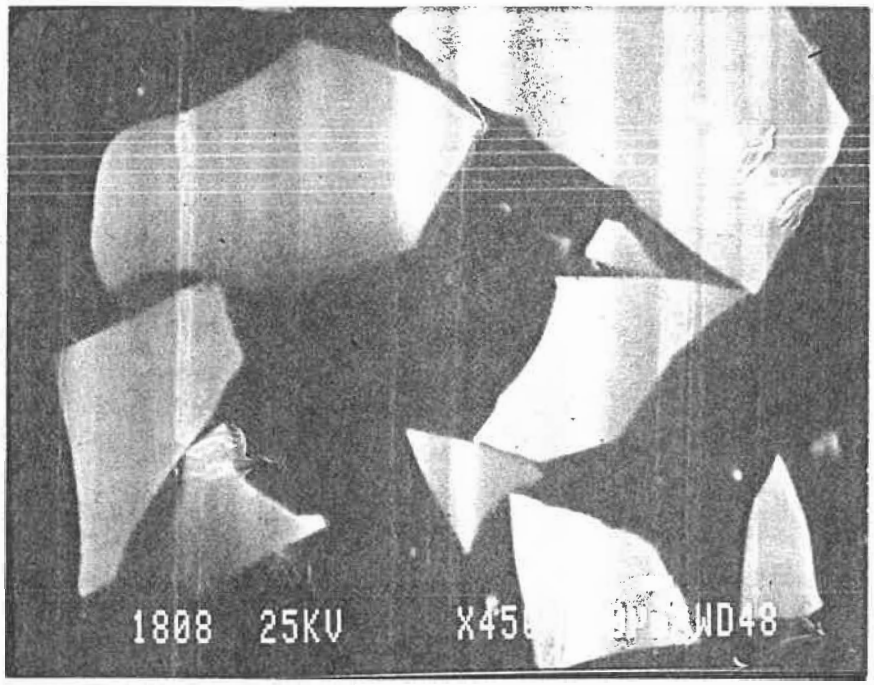


Figure 3-6. Mélange réalisé avec le malaxeur

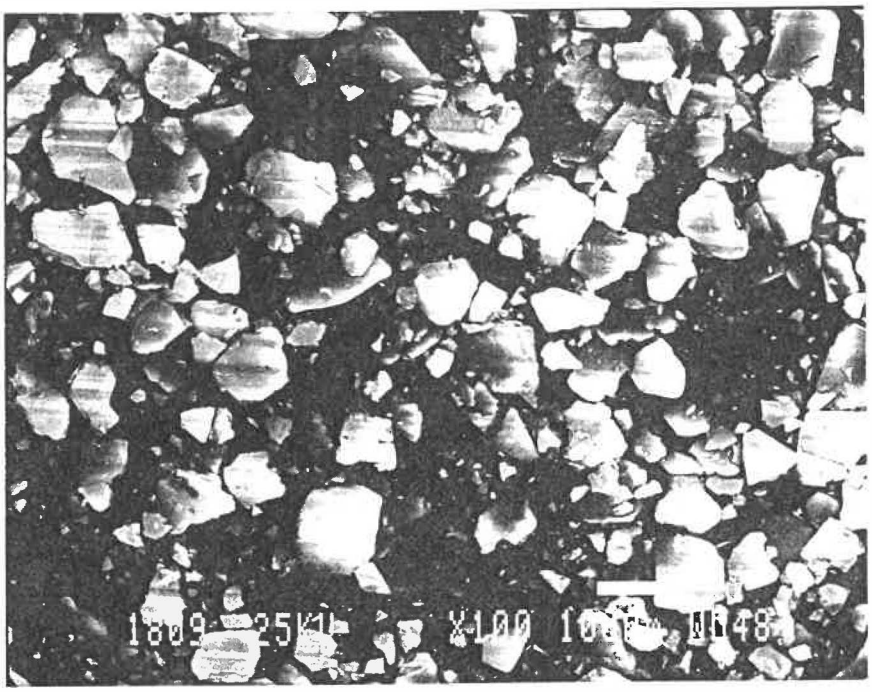


Figure 3-7. Dispersion pour le mélange PEHD-mica réalisé avec le laminoir (20% en poids de mica)

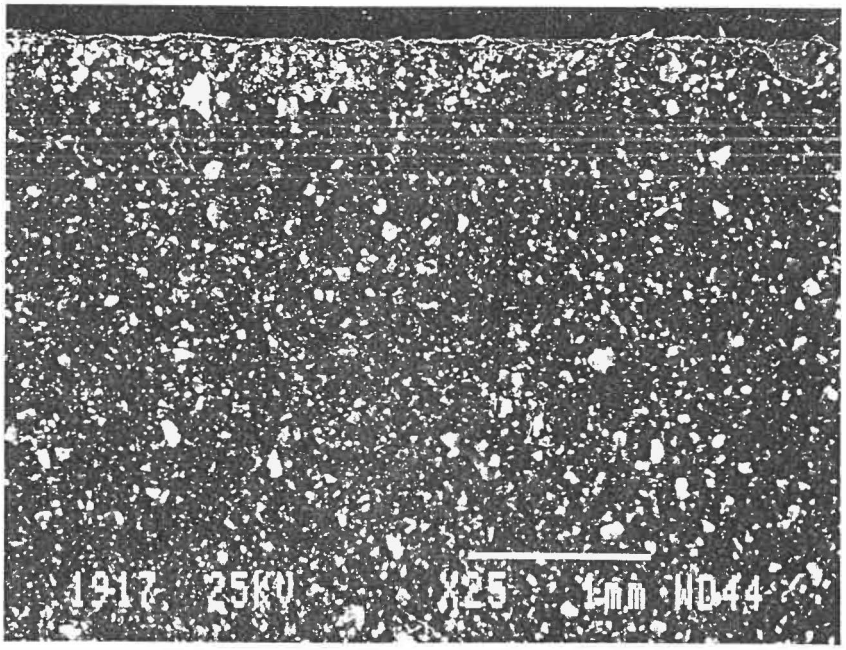


Figure 3-8. Dispersion pour le mélange PEHD-mica réalisé avec le malaxeur (20% en poids de mica)

3.1.3 INTERACTION MATRICE-RENFORT

Quelques échantillons déformés et cassés lors des essais de traction ont été examinés au microscope. On constate que lorsque le taux de renfort est faible, la matrice polymère est très déformée et la cassure des échantillons présente une multitude de filaments (fig. 3-9). Ces conditions rendent très difficile l'observation de la distribution polymère-renfort dans l'échantillon. Au contraire, pour les échantillons où la concentration de renfort était de 50% en poids, la matrice est légèrement déformée et on voit très bien la distribution des paillettes dans la matrice. La figure 3-10 montre la répartition des paillettes sur l'épaisseur de l'échantillon. On remarque une bonne orientation des paillettes, ainsi qu'un bon partage entre le renfort et la matrice.

En ce qui a trait l'interaction PEHD-paillettes, on peut voir les deux cas (mica et verre) exhibés aux figures 3-11 et 3-12 respectivement. Tout d'abord, on remarque l'adhésion PEHD-mica; même si la matrice est déformée, elle reste attachée sur une bonne partie de la surface des paillettes. Pour le composite PEHD-verre, le polymère qui entoure les paillettes est déformé et détaché des paillettes, les laissant découvertes. L'adhésion est plus importante dans le cas des paillettes de mica, probablement à cause de leur faible épaisseur et de la

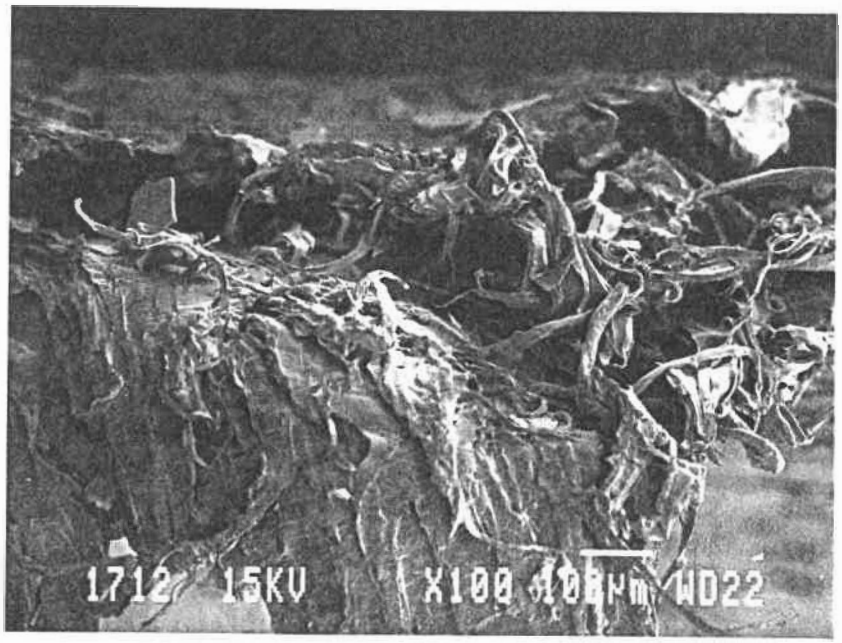


Figure 3-9. Matrice polymère très déformée lors des essais de traction (20% en poids de renfort)

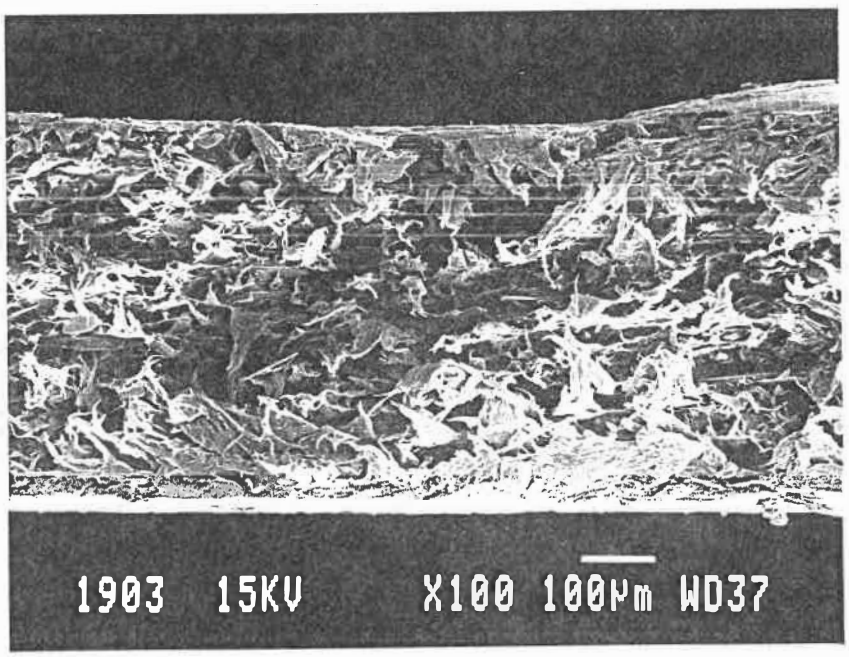


Figure 3-10. Distribution polymère-renfort dans une éprouvette étirée et cassée lors des essais de traction (50% en poids de renfort)

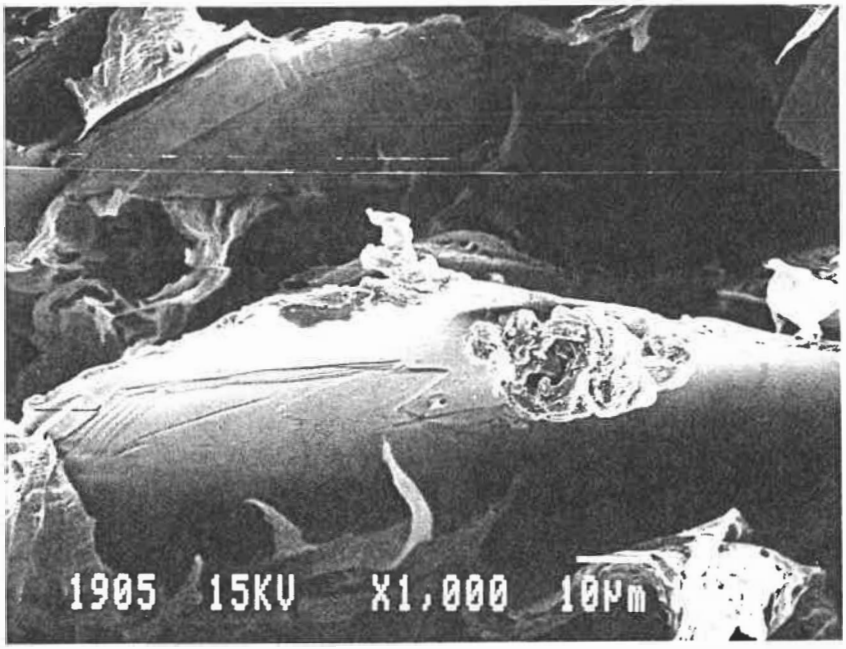


Figure 3-11. Interaction PEHD-paillettes de mica

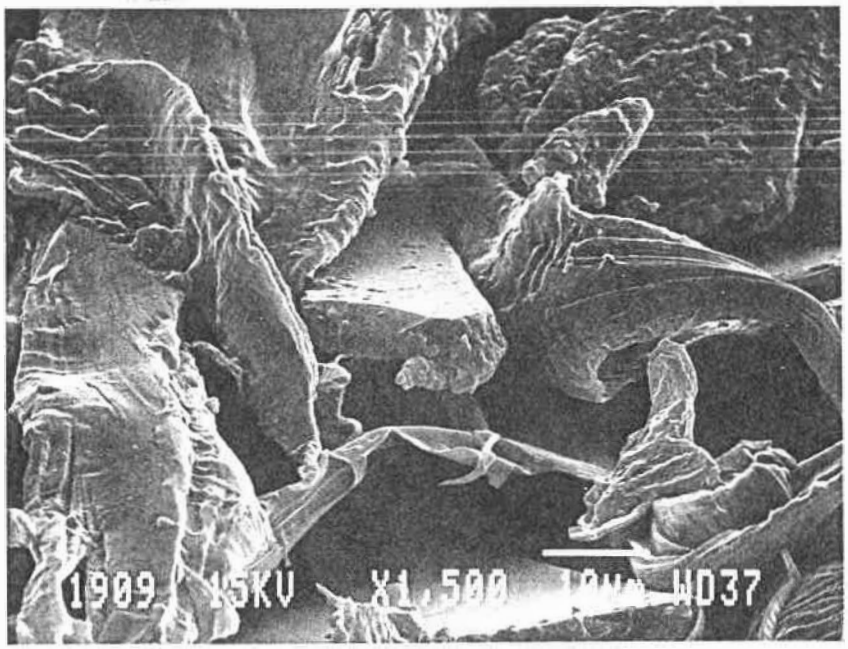


Figure 3-12. Interaction PEHD-paillettes de verre

rugosité de leur surface, comparées aux paillettes de verre.

La figure 3-13 montre un grossissement de la surface cassée d'une éprouvette du composite PEHD-mica (50% en poids de mica). On observe la déformation de la matrice, laissant les paillettes au découvert approximativement sur la moitié de leur surface. Pour le composite PEHD-verre la situation est différente, on retrouve des paillettes détachées complètement et libres sur la surface (fig. 3-14). Pour certains échantillons (fig. 3-15), toutes les paillettes ont été arrachées laissant des espaces vides.

Nous avons vérifié, grâce à cette étude microscopique, que les deux composites examinés présentent des différences de morphologie importantes, ce qui peut expliquer des comportement très différents au niveau de l'interaction matrice-renfort.

3.2 PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES

Le comportement en tension des composites PEHD-paillettes de mica a été étudié en fonction de la concentration de renfort. Les propriétés mesurées furent: le module d'élasticité, la contrainte au seuil d'élasticité, et les allongements au seuil d'élasticité et à la rupture.

Les résultats ont été calculés à partir des données provenant d'au moins dix éprouvettes. La moyenne et

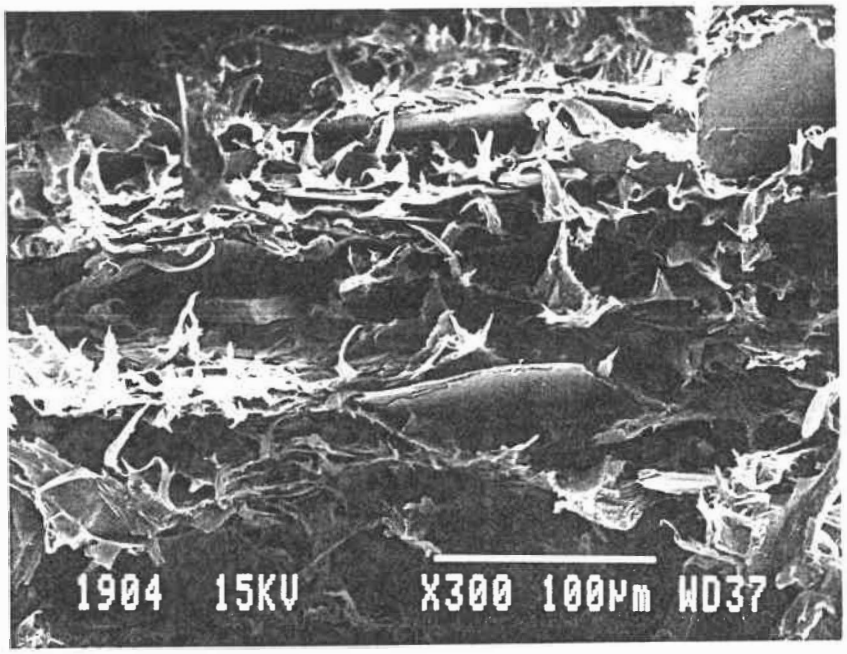


Figure 3-13. Composite PEHD-mica. Déformation de la matrice

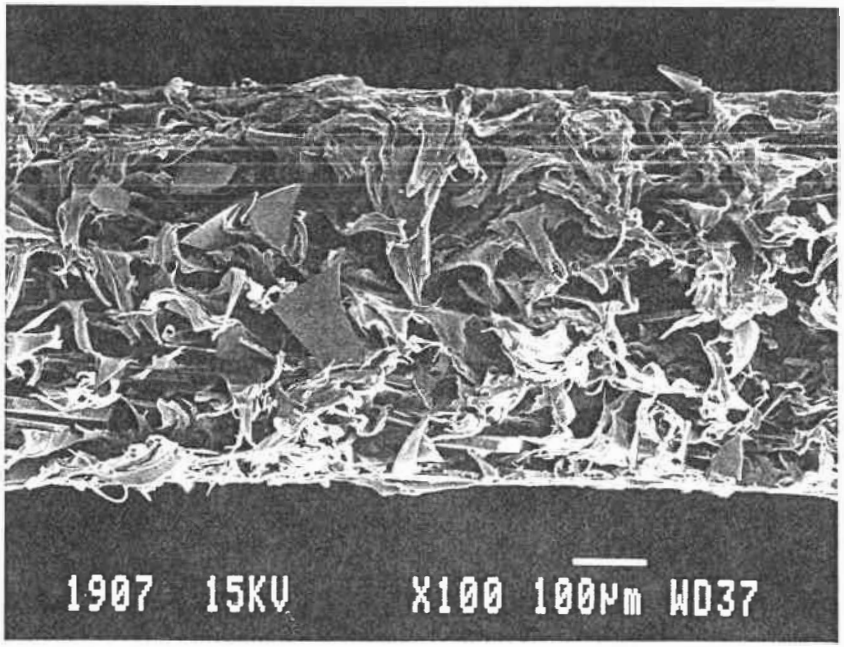


Figure 3-14. Composite PEHD-verre. Déformation de la matrice

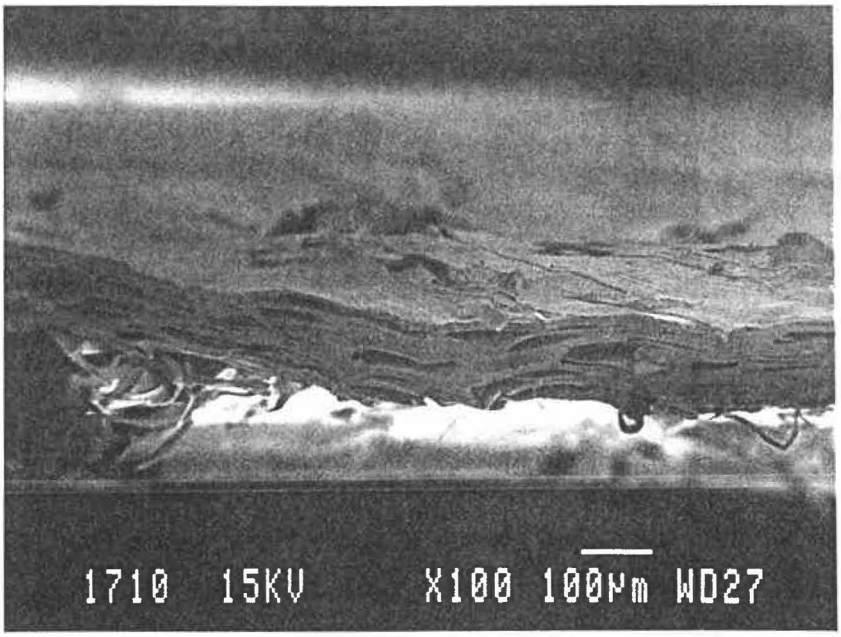


Figure 3-15. Composite PEHD-verre. Manque d'adhésion, espaces vides laissés par les paillettes arrachées

l'écart type pour chaque série de données sont présentés sous forme de tableaux à l'annexe E.

L'allure de la courbe contrainte-déformation obtenue pour le PEHD (figure 3-16) correspond parfaitement a celle d'un polymère semi-cristallin (Tager 1978). L'ajout de mica au PEHD change considérablement cette allure. On observe une augmentation significative de la rigidité, une légère diminution de la limite d'élasticité et une diminution substantielle de l'allongement au seuil d'élasticité et à la rupture.

Dans le but de faciliter la compréhension et l'analyse des effets étudiés sur chacune de ces propriétés, les résultats sont présentés sous forme d'histogramme, et l'écart type des valeurs est représenté par une bande de déviation.

3.2.1 EFFET DE LA CONCENTRATION DE RENFORT

La figure 3-17 montre l'effet du taux de renfort sur le module d'élasticité du composite. L'incorporation de mica au PEHD produit une augmentation du module qui varie de 75 % pour une concentration de mica de 20 % jusqu'à 190% d'augmentation pour 50 % en poids de mica. Ces résultats confirment le pouvoir de renforcement que le mica peut conférer à la matrice polymère, même en absence d'agent de couplage. Les résultats obtenus sont en accord avec ceux publiés pour d'autres polyoléfines, notamment le

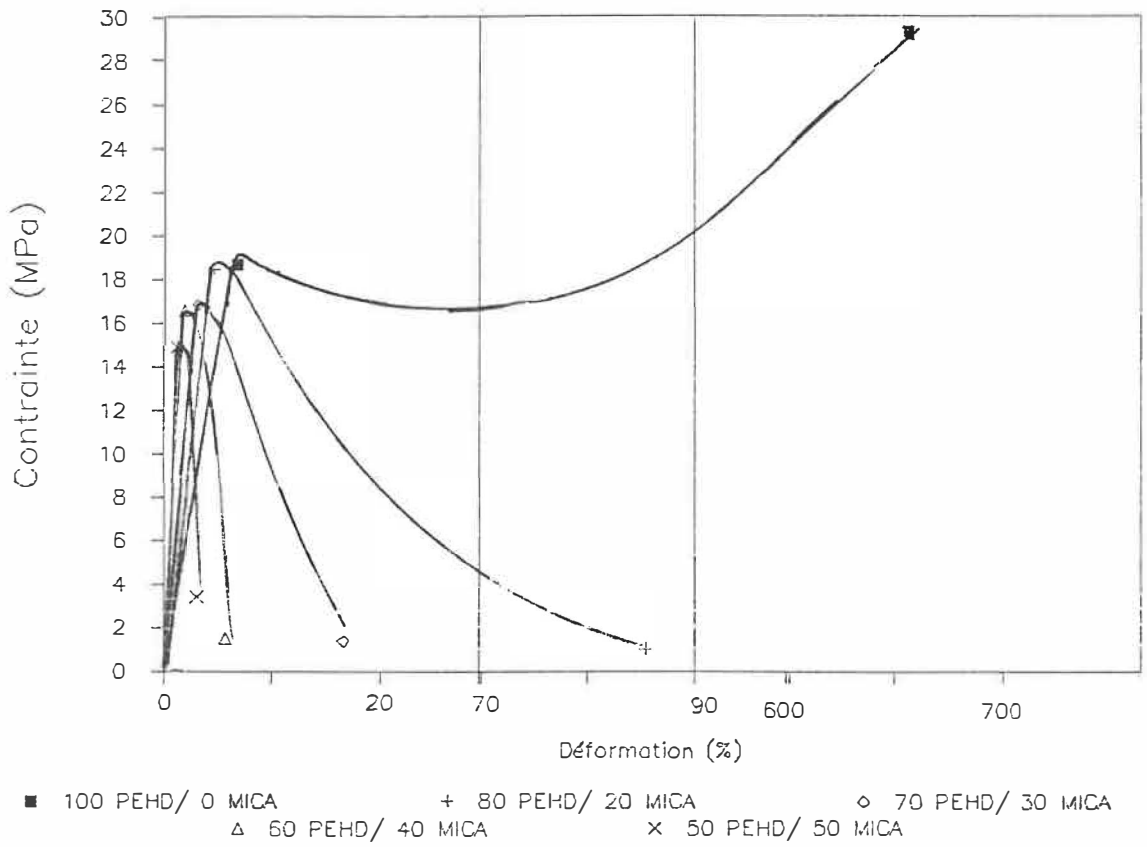


Figure 3-16. Allure des courbes contrainte-déformation des composites PEHD-mica

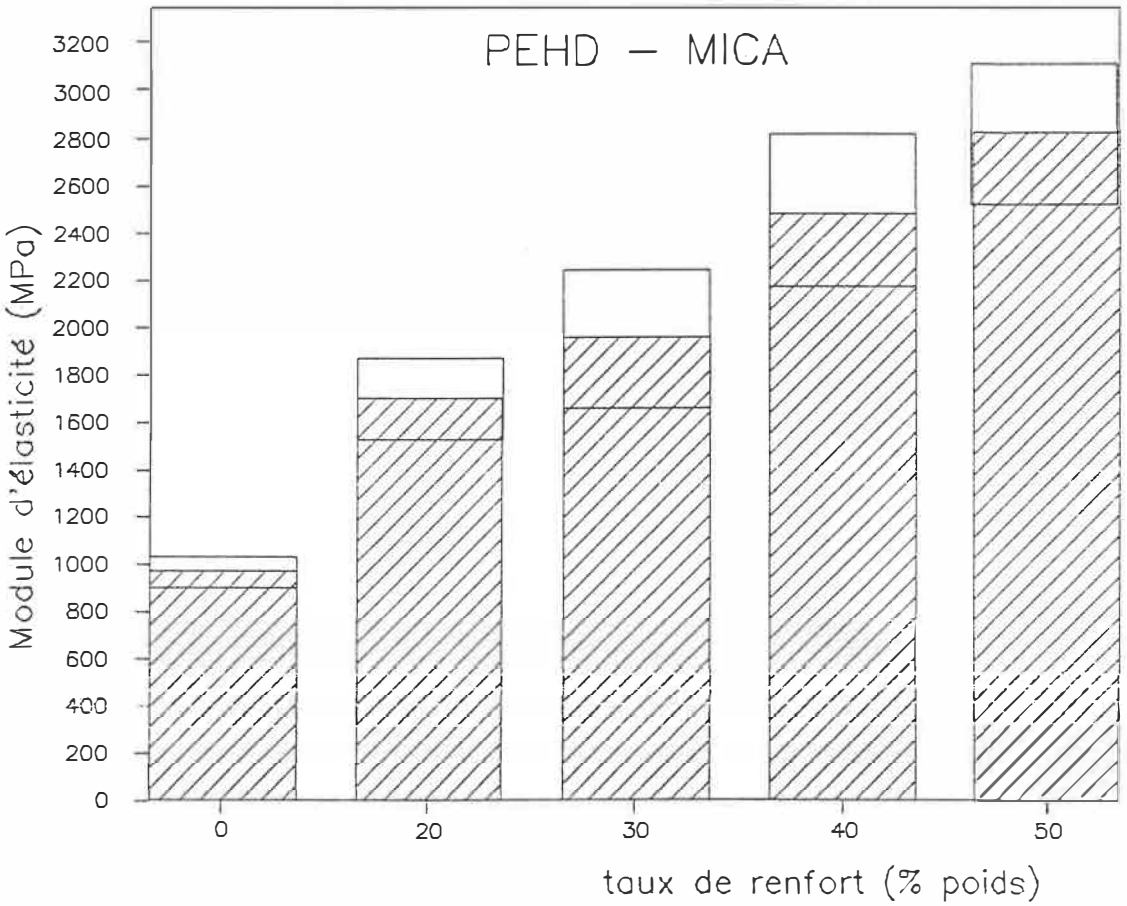


Figure 3-17. Variation du module d'élasticité avec la concentration de mica

polypropylène (Vu-Khanh 1985).

L'effet de la concentration de mica sur la contrainte au seuil d'élasticité est montré à la figure 3-18. On remarque pour une concentration de 20% de mica que la contrainte mesurée est plus grande que celle du PEHD. Mais, pour 30, 40 et 50% de mica la limite d'élasticité diminue légèrement avec la concentration. Cependant, pour les concentrations de 20, 30 et 40% de mica, les variations observées sont du même ordre de grandeur que l'écart type rencontré lors de la détermination de ces valeurs.

Une diminution de la contrainte au seuil d'élasticité avec l'ajout des renforts est possible quand la force appliquée n'est pas transférée de la matrice au renfort. Cette propriété peut être améliorée par l'utilisation d'un agent de couplage, mais, seulement pour des concentrations de plus de 30 % en poids de renfort, comme le montrent les résultats de Newman (1980) pour le composite polypropylène-mica.

Pour l'allongement au seuil d'élasticité (figure 3-19), l'addition de mica au PEHD se traduit en une réduction très marquée avec l'augmentation du taux de renfort. Quand on ajoute 30% en poids de mica l'allongement diminue de 50% et pour une concentration de 50% de mica, la diminution atteint 80%.

De la même façon que pour le cas précédent, l'allongement à la rupture diminue considérablement avec

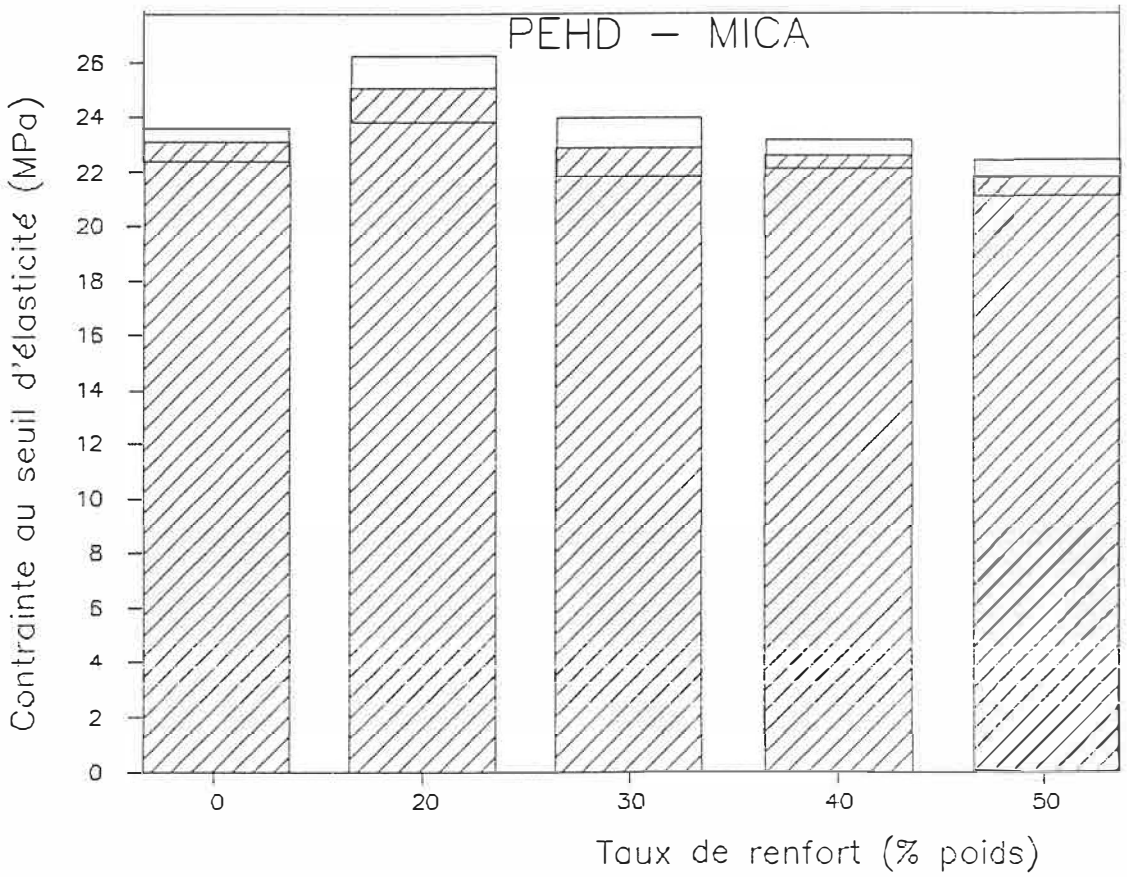


Figure 3-18. Variation de la contrainte au seuil d'élasticité avec la concentration de mica

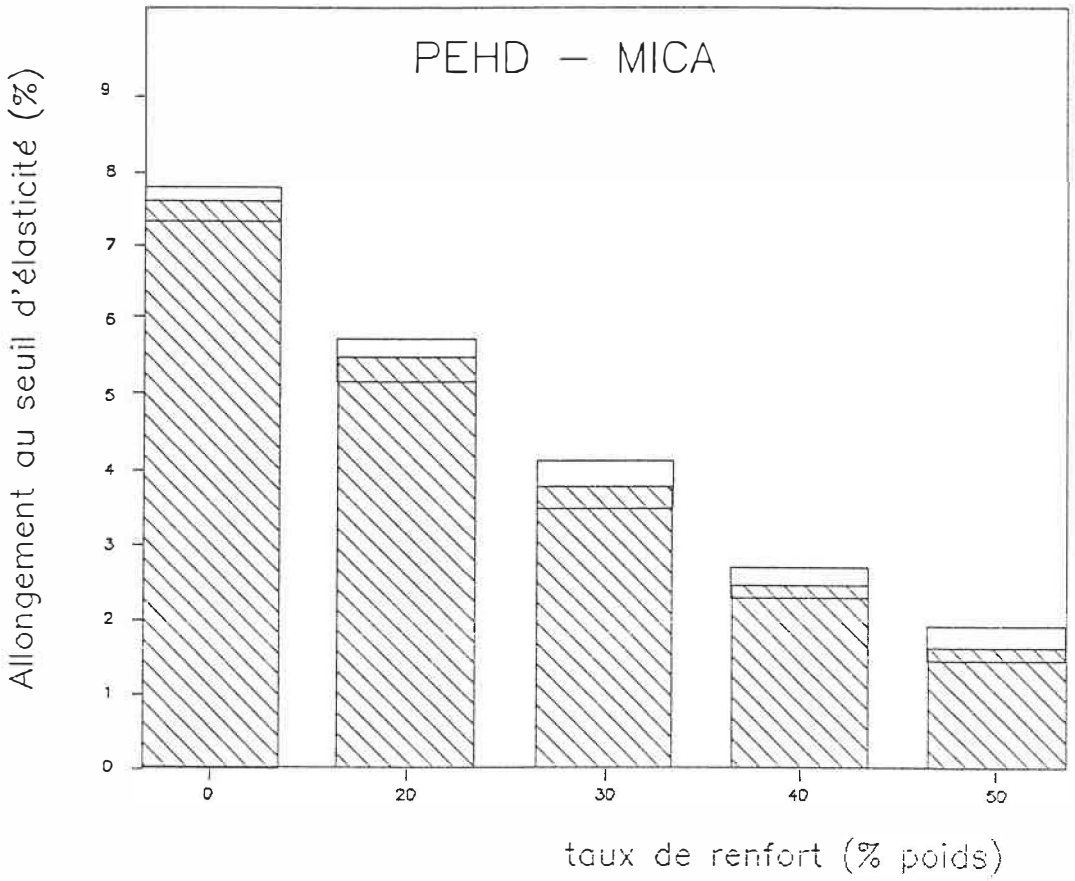


Figure 3-19. Variation de l'allongement au seuil d'élasticité avec la concentration de mica

l'augmentation de la concentration de renfort (fig. 3-20). Toutefois, la diminution est plus marquée, pour 30, 40 et 50% en poids de mica. Ces résultats indiquent que l'ajout de mica au PEHD rend le matériau plus fragile. Ce comportement a été observé pour le polypropylène renforcé avec du mica non-traité (Vu-Khanh 1985). Pour un renfort rigide tout l'allongement provient de la déformation du polymère.

La détermination de l'allongement à la rupture est très imprécise, la cassure des échantillons dans certains cas n'étant pas nette. Des fils de polymère restent attachés, donnant une fausse valeur de l'allongement à la rupture. Cette situation rend la détermination de cette propriété, par la machine de traction, très difficile et parfois impossible. Dans ces circonstances, l'imprécision obtenue sur les résultats peut représenter jusqu'à 94 %. Pour cette raison, les résultats relatif à cette propriété ne sont pas pris en considération pour la discussion des effets étudiés.

3.2.2 EFFET DE LA PRESSION LORS DU MOULAGE PAR COMPRESSION

Les propriétés mécaniques des polymères renforcés avec du mica dépendent grandement de l'orientation des paillettes dans la matrice. Idéalement, ces dernières devraient être arrangées en plans parallèles, une à côté de l'autre et superposées, pour obtenir les meilleurs

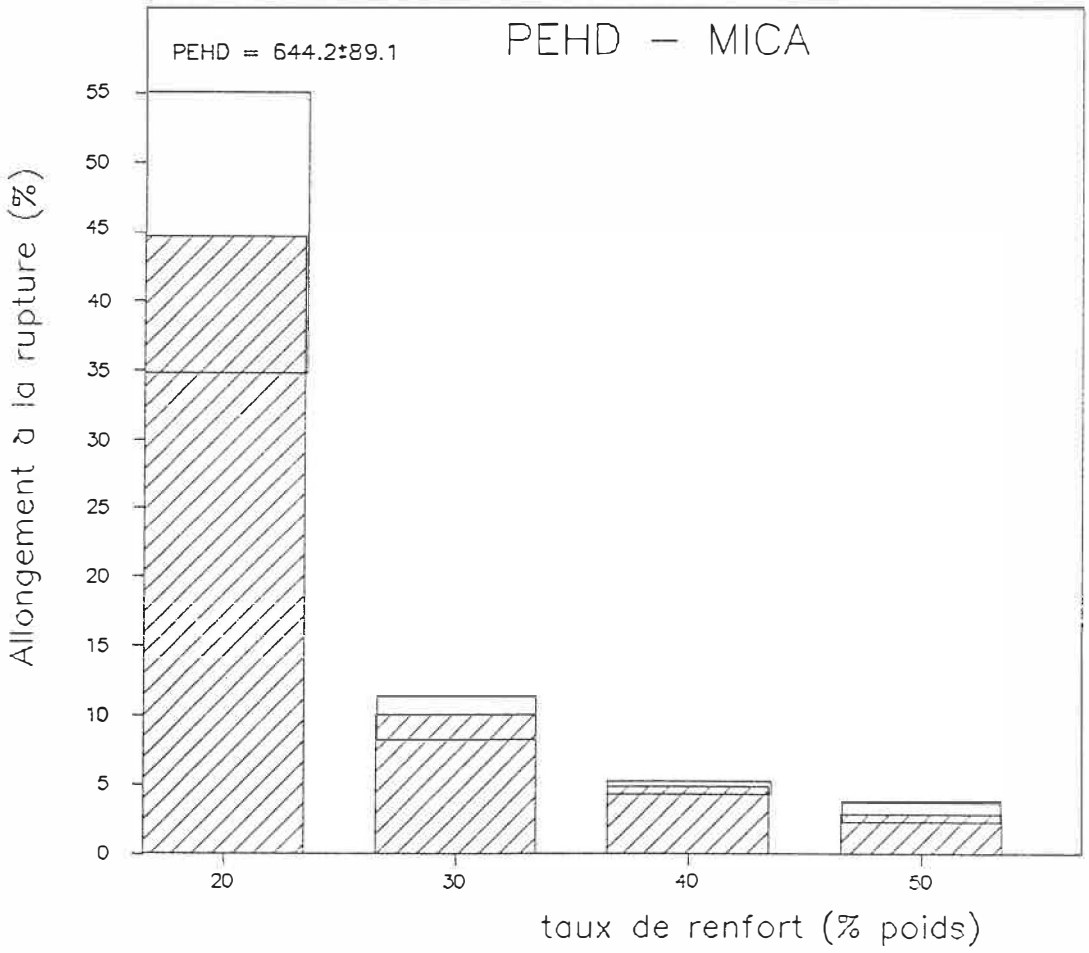


Figure 3-20. Variation de l'allongement à la rupture avec la concentration de mica

résultats. Mais, pendant la préparation des composites, les paillettes sont orientées selon les conditions d'opération et non de façon optimale. Les travaux de Malik et al. (1986) montrent que les facteurs qui contrôlent l'orientation du mica dans les composites sont: 1) la pression lors du moulage par compression; et 2) la dimension des paillettes. Ils ont observé que dans ce type de composite, pour des plaques de 2 à 3 mm d'épaisseur, les paillettes sont orientées de façon parallèle en surface mais pas au centre, comme le montre la figure 3-21 tirée de leur publication. Pour vérifier ces résultats, nous avons utilisé trois pressions lors du moulage et nous avons fait les plaques le plus minces possible, réduisant ainsi la partie centrale, qui est moins orientée.

La figure 3-22 montre l'effet des trois pressions utilisées sur le module d'élasticité. Tout d'abord, on constate que l'utilisation des pressions de 17 ou 35 MPa lors du moulage par compression donne des résultats semblables. Par contre, l'utilisation d'une pression plus faible, 9 MPa, donne des résultats moins bons pour les concentrations de 20 a 40% de mica. Toutefois, il faut signaler le grand écart type que présentent les valeurs obtenues avec les pressions de 9 et 17 MPa par rapport à celui trouvé avec 35 MPa, qui est dans certains cas trois fois plus petit. Par ailleurs, cette imprécision ne peut pas être attribuée à l'ajout du renfort, parce que le PEHD

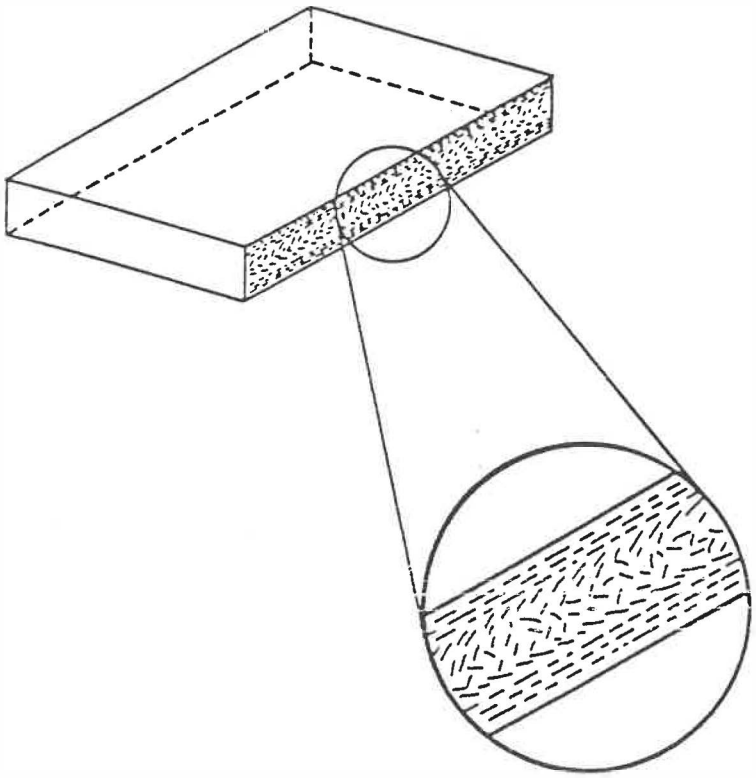


Figure 3-21. Schéma de l'orientation des paillettes de mica dans un composite

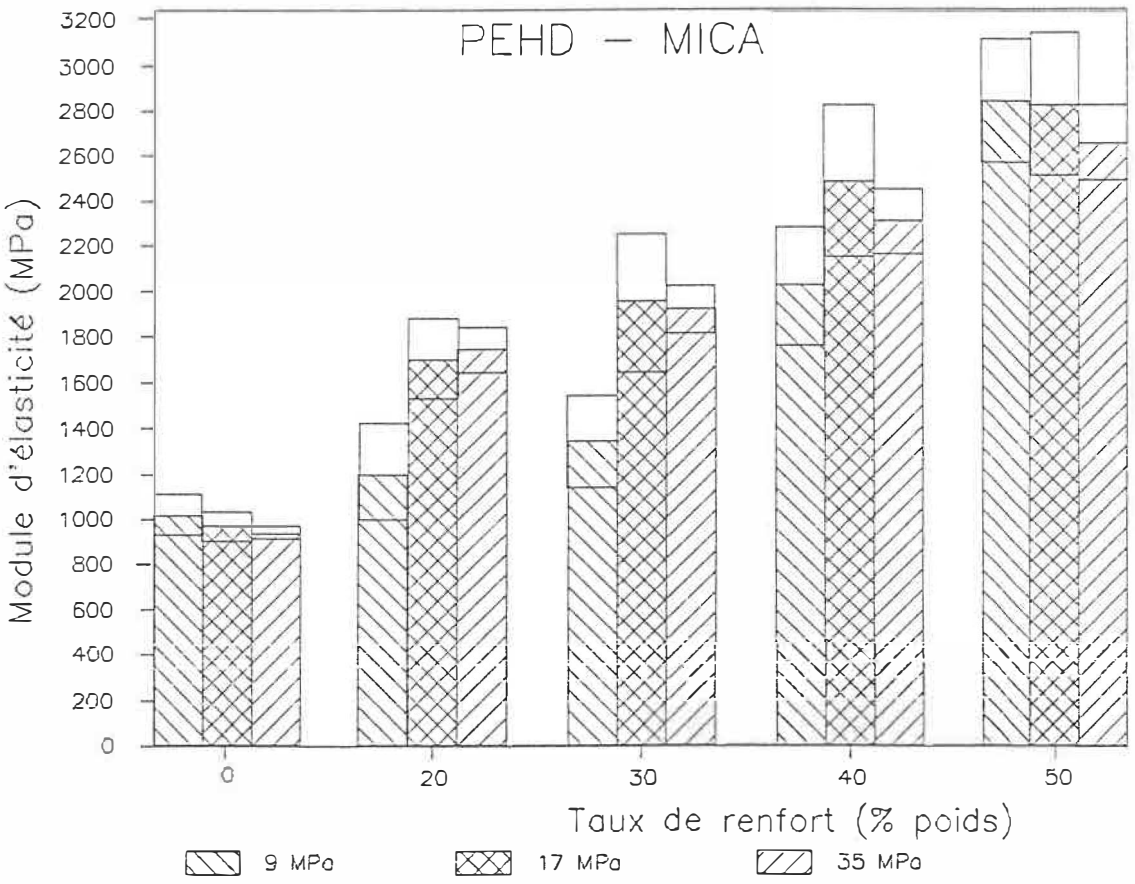


Figure 3-22. Effet de la pression, lors du moulage par compression, sur le module d'élasticité

seul présente la même situation.

En ce qui a trait à la contrainte au seuil d'élasticité, on observe (fig. 3-23) une différence marquée pour les valeurs du PEHD non-renforcé et pour le composite avec 20% de mica. Parmi les trois valeurs observées, une est plus faible que les deux autres. Pour le PEHD c'est la valeur à 35 MPa et pour le composite (20%) c'est à 9 MPa. En deuxième lieu on observe que les écarts type sont environ les mêmes d'une pression à l'autre.

Pour cette propriété la pression a une légère influence à des concentrations de renfort faibles (20%) et pour le PEHD non-renforcé. Mais l'effet n'est pas le même dans les deux cas, ce qui est difficile à expliquer. Si on regarde l'allongement au seuil d'élasticité montré à la figure 3-24 (cette propriété est mesurée au même moment que la contrainte, durant le test contrainte-déformation), les valeurs trouvées sont toujours légèrement plus faibles à 35 MPa.

La légère diminution de l'allongement rencontrée pour les différentes concentrations ne dépasse pas l'écart type lié a ces résultats. Alors, cette propriété n'est pas influencée par la pression utilisée lors du moulage par compression.

Après cette première série d'expériences, nous avons décidé de garder la pression de la presse à 35 MPa pour étudier l'influence des autres paramètres. La raison de

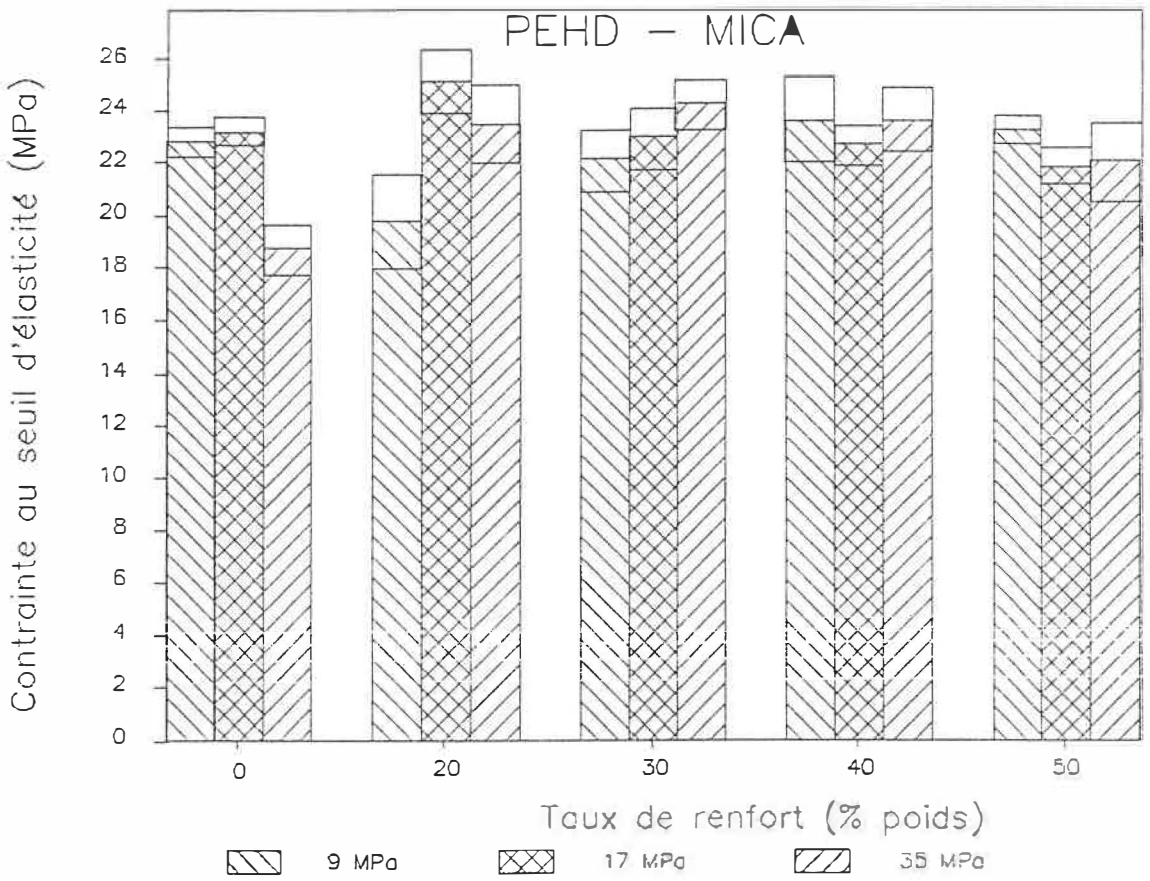


Figure 3-23. Effet de la pression, lors du moulage par compression, sur la contrainte au seuil d'élasticité

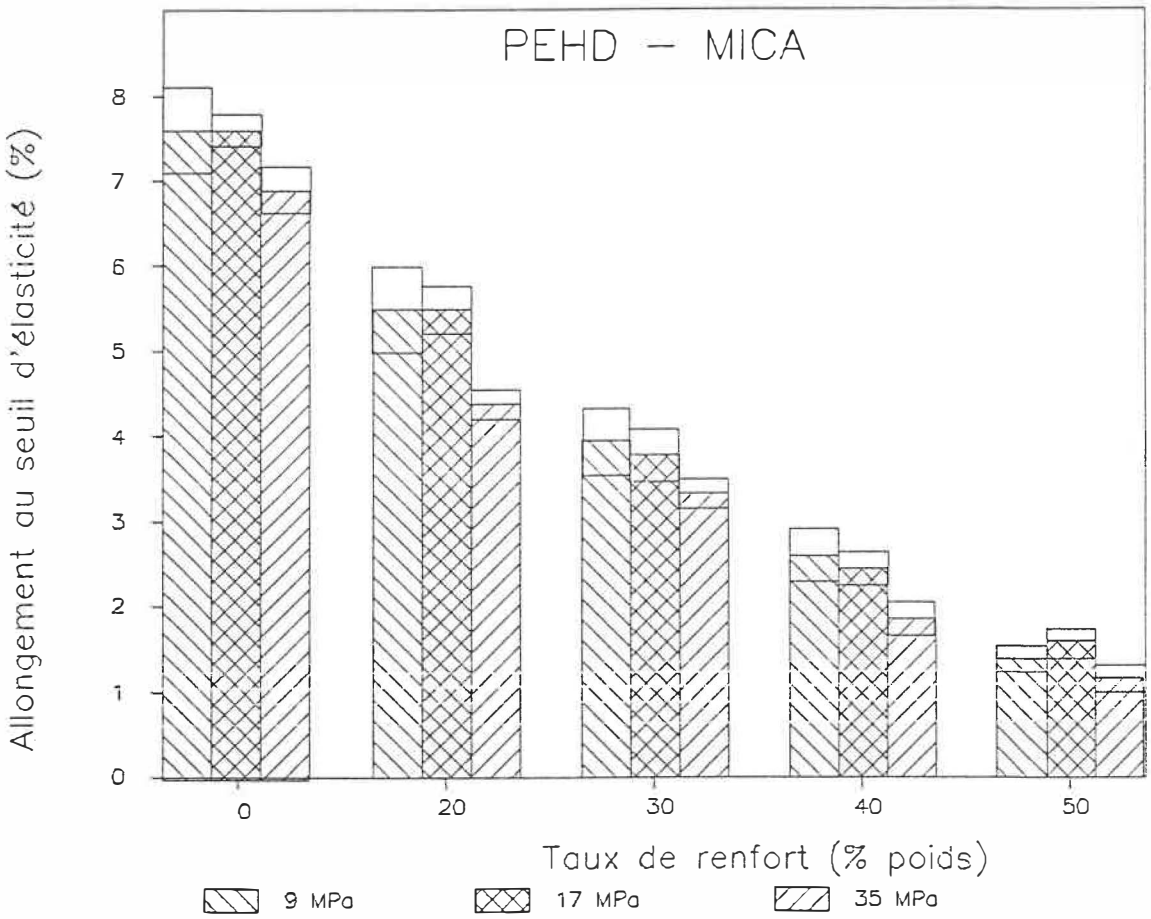


Figure 3-24. Effet de la pression, lors du moulage par compression, sur l'allongement au seuil d'élasticité

ce choix est que les résultats obtenus, pour l'ensemble des propriétés étudiées, présentent, en général, un écart type inférieur.

3.2.3 EFFET DU PLIAGE DES PLAQUES

Un autre moyen d'orienter les paillettes est de plier les plaques obtenues lors du moulage par compression, et de les presser à nouveau. Les plaques qui ont été pressées une fois présentent une orientation semblable à celle montrée à la figure 3-21. De cette façon, quand la plaque est repliée, on double le patron d'orientation déjà existant, comme le montre la figure 3-25. Et lorsqu'on presse pour réduire l'épaisseur et fusionner les plaques, les parties centrales, moins orientées, seront diminuées. Cette supposition n'a pas pu être vérifiée lors de l'étude microscopique. Cependant, Malik et al. (1986) ont observé à l'aide de rayons X, une augmentation de l'orientation sur des plaques repliées et pressées plusieurs fois, pour le composite polystyrène-mica.

En ce qui concerne le module d'élasticité, une amélioration est apporté pour les concentrations de 40 et 50 % dans le cas où les plaques sont repliées (figure 3-26). Cette influence du pliage des plaques croît avec la concentration de renfort. Des augmentations de 9 et 21 % ont été observées pour 40 et 50 % de mica respectivement. Lorsque la concentration de mica est faible, le pliage des

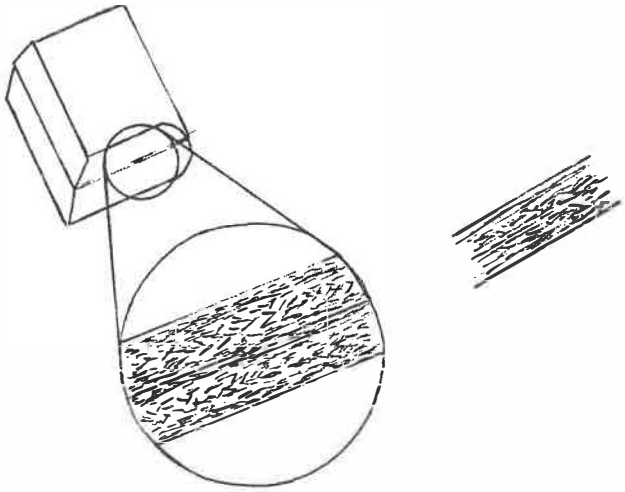


Figure 3-25. Schéma de l'orientation des paillettes de mica lorsque les plaques sont repliées

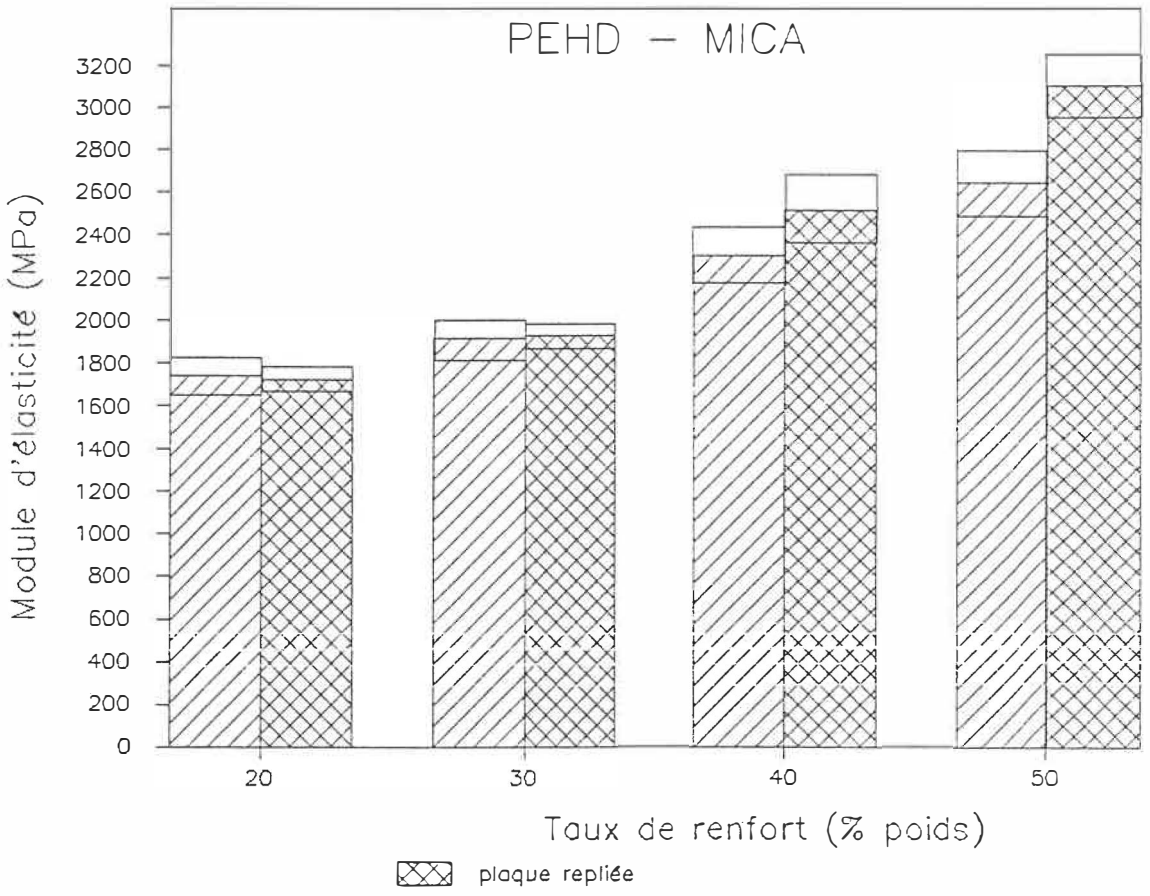


Figure 3-26. Effet du pliage des plaques sur le module d'élasticité

plaques n'a pas d'influence sur les résultats.

Quant à la contrainte au seuil d'élasticité, le comportement observé est différent; le pliage des plaques a un effet négatif (figure 3-27). Pour un taux de 20% de mica, on trouve une diminution de la contrainte de 20% et pour les autres concentrations (30, 40 et 50%) la réduction est environ de 30%.

L'allongement au seuil d'élasticité ne présente pas de différence marquée entre les plaques ayant subi des plis ou pas (fig. 3-28). Alors, le pliage des plaques n'a pas d'influence sur cette propriété.

3.2.4 EFFET DU TYPE DE MÉLANGEUR

L'objet d'utiliser un malaxeur à rouleaux parallèles (laminoir), pour la préparation des mélanges, était de diminuer le bris des paillettes lors de la préparation des composites et ainsi obtenir des propriétés mécaniques améliorées. Cependant, lors des observations au microscope à balayage, nous nous sommes aperçus d'un problème de dispersion du renfort dans la matrice, lors qu'on utilise le laminoir. Ce problème est relié au principe de fonctionnement de l'appareil. Le polymère fondu et le renfort sont entraînés par les deux rouleaux, les faisant passer par l'ouverture laissée entre eux. La force résultante n'est pas suffisante pour disperser de façon uniforme les particules solides dans la matrice (Tadmor et

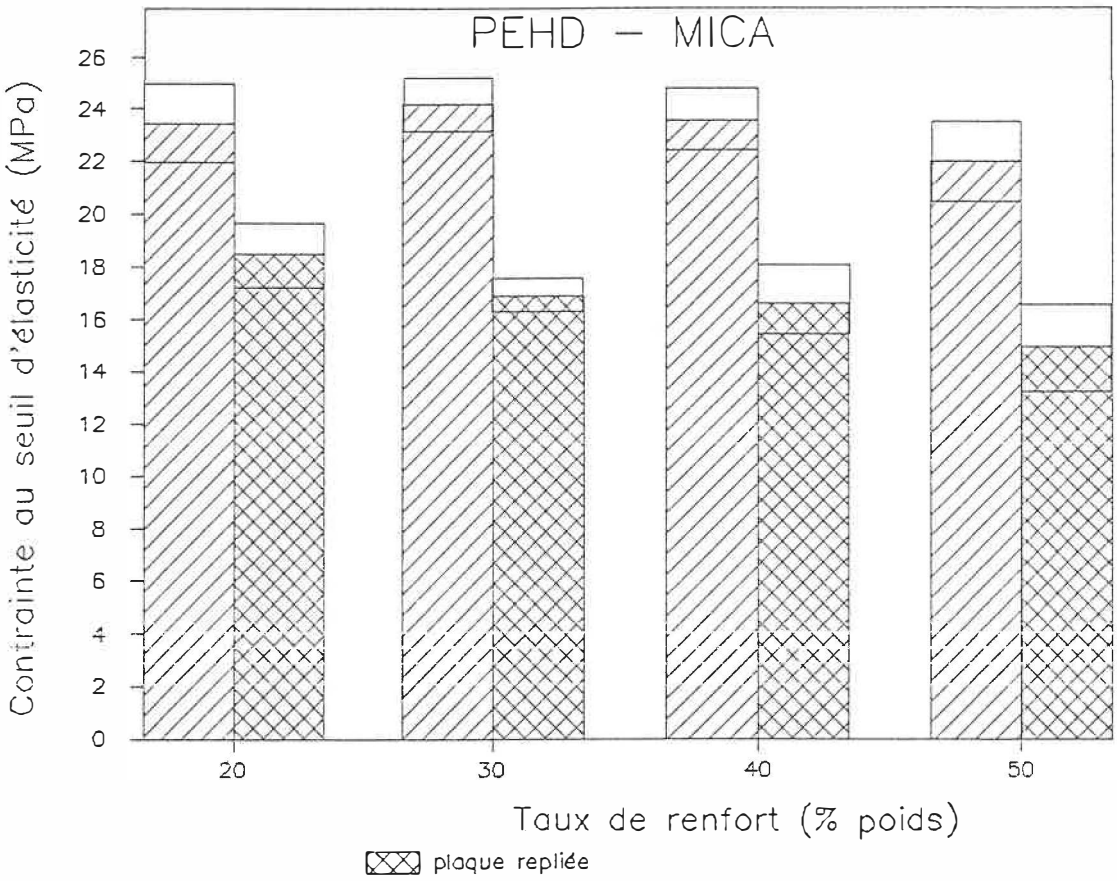


Figure 3-27. Effet du pliage des plaques sur la contrainte au seuil d'élasticité

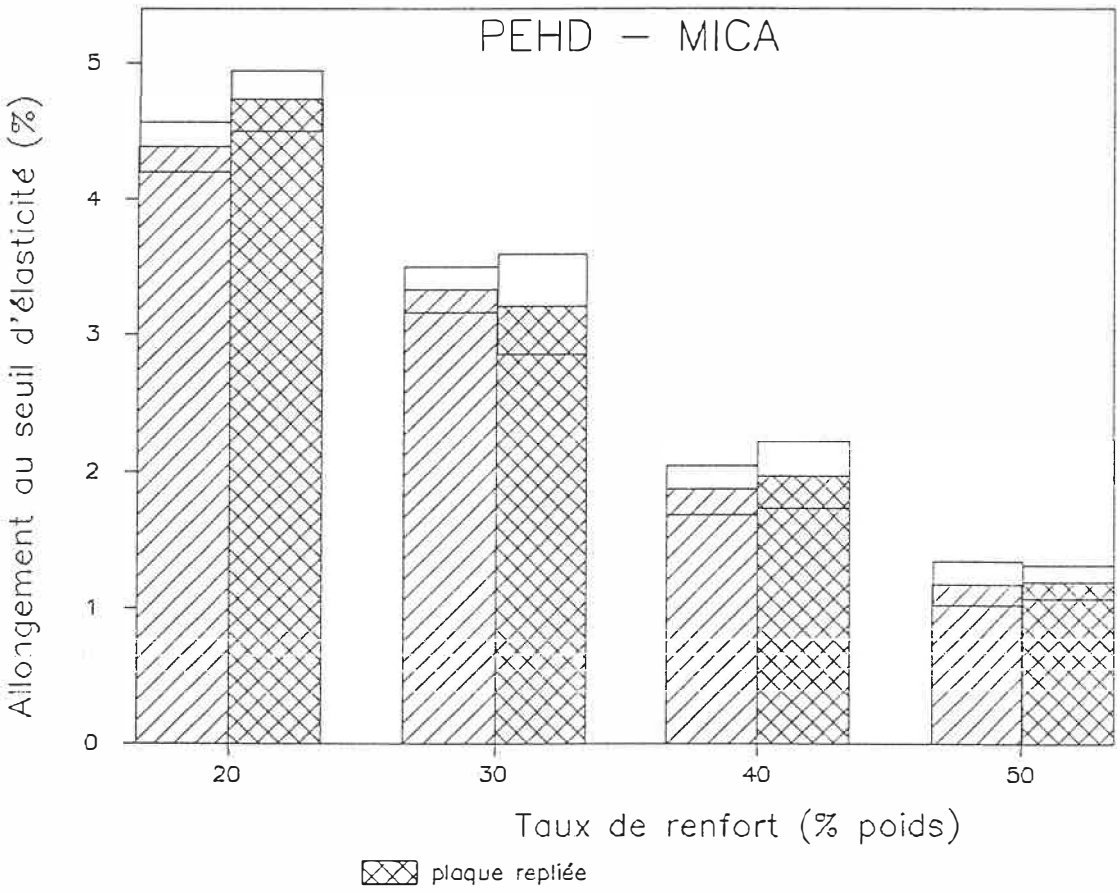


Figure 3-28. Effet du pliage des plaques sur l'allongement au seuil d'élasticité

Gogos 1973), donnant ainsi des concentrations locales plus élevées que dans le reste du matériau. Cette difficulté pour disperser les paillettes augmente avec leur concentration et rend plus difficile l'interprétation des résultats.

La figure 3-29 montre les résultats obtenus pour le module d'élasticité des composites préparés avec le laminoir et avec le malaxeur à chambre de mélange interne. On constate que les mélanges contenant 40 et 50% de mica réalisés avec le laminoir ont des modules significativement plus élevés (≈40%). Mais, pour les concentrations de 20 et 30% il n'y a pas de différence significative.

La contrainte au seuil d'élasticité rapportée à la figure 3-30 montre une différence entre les deux mélangeurs seulement pour les composites contenant 50% de mica. La contrainte est d'environ 20% inférieure pour le composite préparé avec le laminoir.

En ce qui concerne l'allongement au seuil d'élasticité (fig. 3-31), la seule différence rencontrée c'est pour le composite contenant 40% de mica. A notre avis, la mauvaise dispersion du renfort, en utilisant le laminoir, plus importante pour les composites contenant 40 et 50% de mica, est responsable de la différence entre les résultats.

L'influence du bris des paillettes sur les propriétés mécaniques na pas pu être vérifiée, à cause que

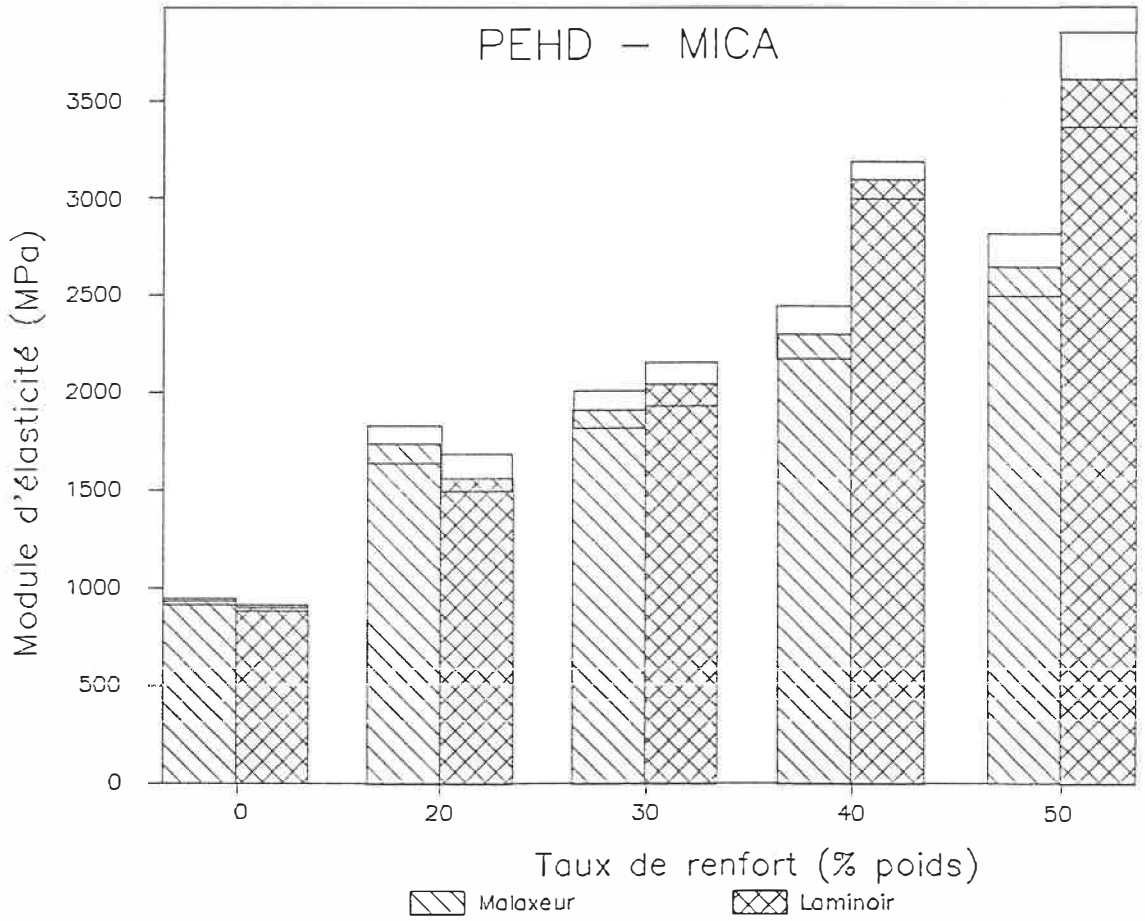


Figure 3-29. Effet du type de mélangeur utilisé sur le module d'élasticité

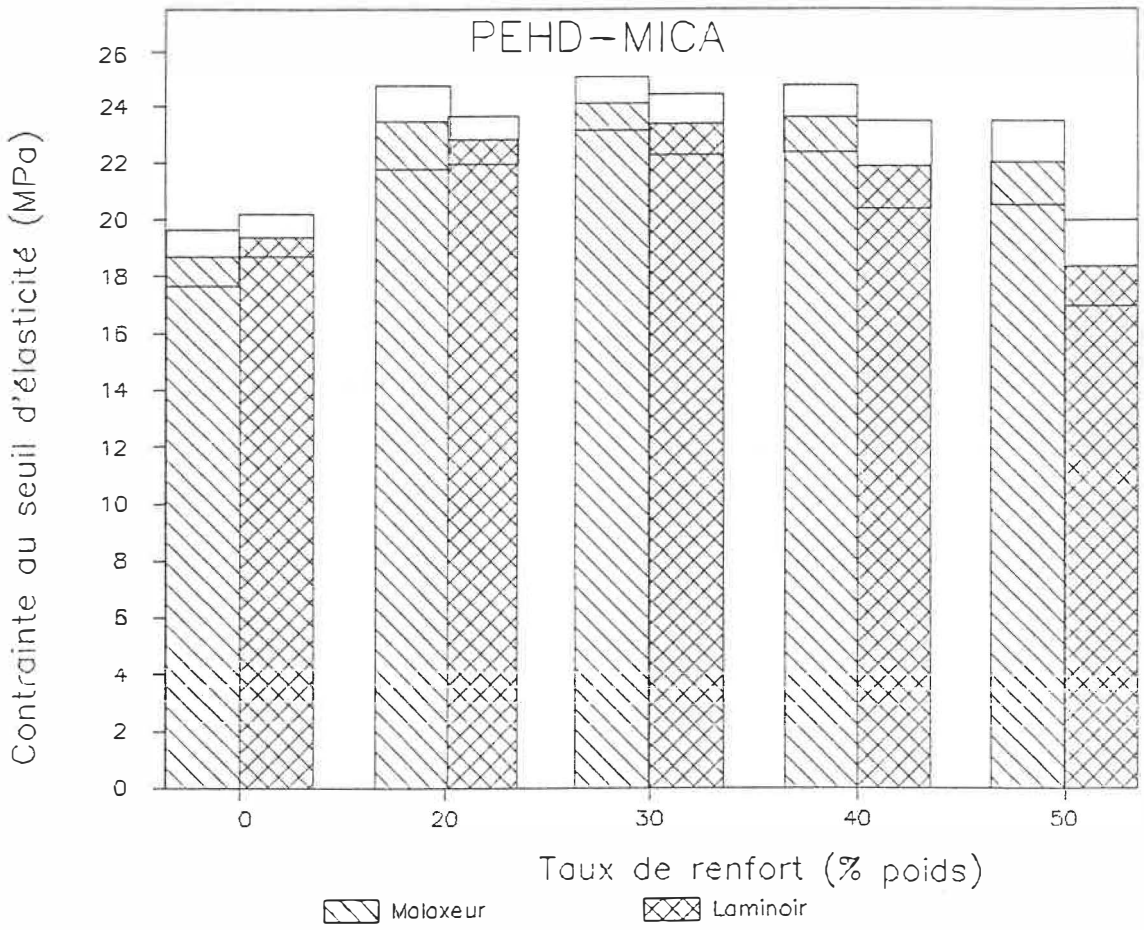


Figure 3-30. Effet du type de mélangeur utilisé sur la contrainte au seuil d'élasticité

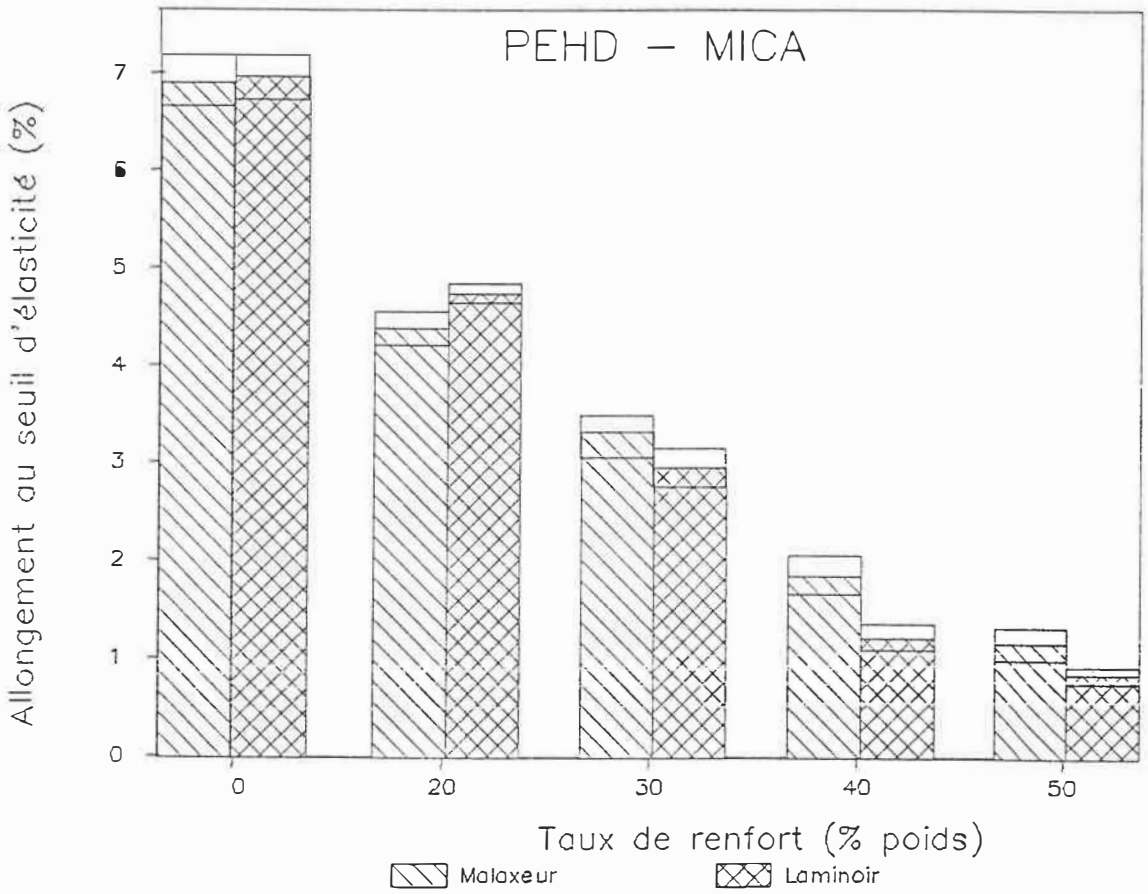


Figure 3-31. Effet du type de mélangeur utilisé sur l'allongement au seuil d'élasticité

la mauvaise dispersion a un effet sur les résultats.

Il est important de noter que les résultats que nous allons montrer dans les sections suivantes sont ceux de composites préparés au malaxeur.

3.2.5 EFFET DU TAMISAGE DES PAILLETTES

Lors de l'étude microscopique, nous avons constaté que les paillettes de mica utilisées avaient des grandeurs très différentes. Pour cette raison, nous avons décidé de tamiser les paillettes et d'utiliser seulement la fraction la plus volumineuse, c'est à dire celle retenue par le tamis retenue par le tamis de 200 mailles (75 μm).

Les résultats pour le module d'élasticité sont présentés à la figure 3-32. Pour les concentrations de 20, 30 et 40 % de mica, l'utilisation des paillettes tamisées n'a pas d'influence sur le module. Cependant, pour le composite contenant 50 % de mica, on observe une augmentation du module de 18%.

La différence entre les paillettes tamisées et non-tamisées (selon l'étude microscopique) est que les premières présentent un rapport largeur/épaisseur plus élevé, ainsi qu'une distribution des grandeurs plus serrée (autour de 55 μm). D'après les travaux de Busigin et al. (1983), pour le polypropylène renforcé avec du mica, le module d'élasticité doit s'accroître en même temps que le ratio l/é. Ce qui nous laisse croire que les concentrations

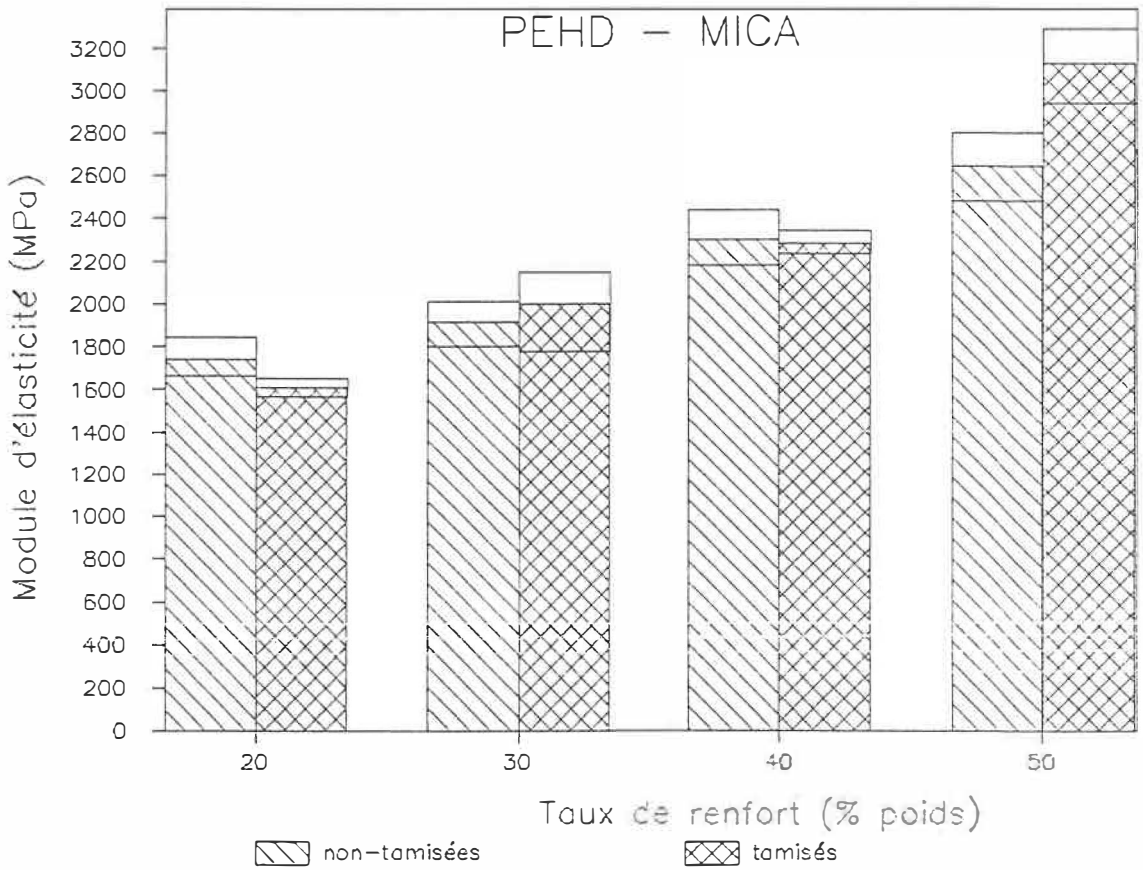


Figure 3-32. Effet du tamisage des paillettes sur le module d'élasticité

de 20, 30 et 40 % devraient se comporter de la même façon que celle de 50 %.

Ces mêmes chercheurs (Busigin et al.) en travaillant avec des paillettes de mica de plusieurs dimensions, ont trouvé que la limite d'élasticité du composite était influencée par la grandeur des paillettes et non pas par le rapport l/é. De plus, lorsqu'ils utilisaient des petites particules (30 μm), ils obtenaient une meilleure résistance en tension. Ce comportement est en accord avec nos résultats présentés à la figure 3-33. La contrainte au seuil d'élasticité est plus faible lorsqu'on a utilisé des paillettes tamisées, pour n'importe quelle concentration. Cette diminution de la contrainte est due à l'élimination de petites particules lors du tamisage. Ces particules de petites dimensions étant très utiles pour distribuer la contrainte appliquée au matériau, donnant ainsi une limite d'élasticité plus élevée.

Qu'on utilise des paillettes tamisées ou non, l'allongement au seuil d'élasticité n'est pas affecté comme le montre la figure 3-34. Alors, cette propriété ne semble pas influencée par la dimension des paillettes utilisées.

3.2.6 COMPARAISON AVEC AUTRE TYPE DE PAILLETTES

Nous avons comparé le comportement mécanique des deux composites réalisés: 1) avec des paillettes de mica et 2) avec des paillettes de verre.

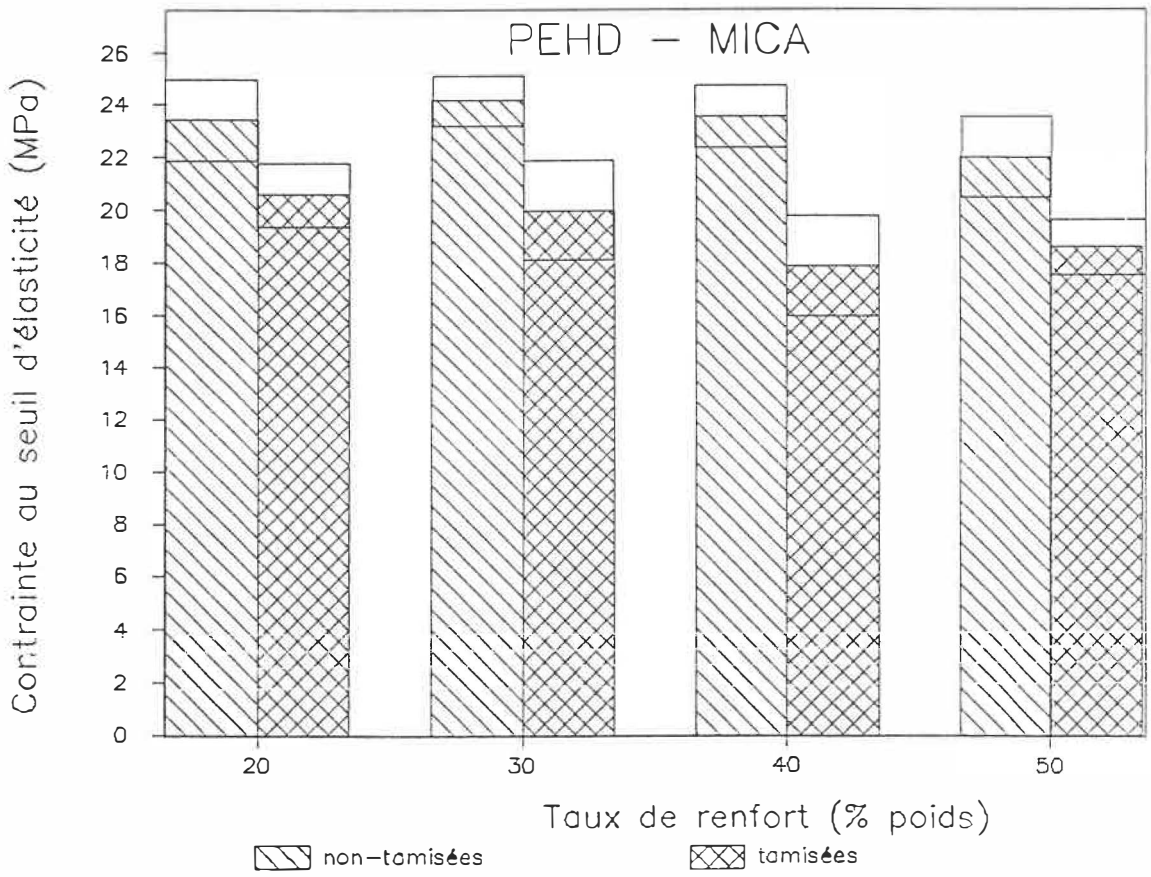


Figure 3-33. Effet du tamisage des paillettes sur la contrainte au seuil d'élasticité

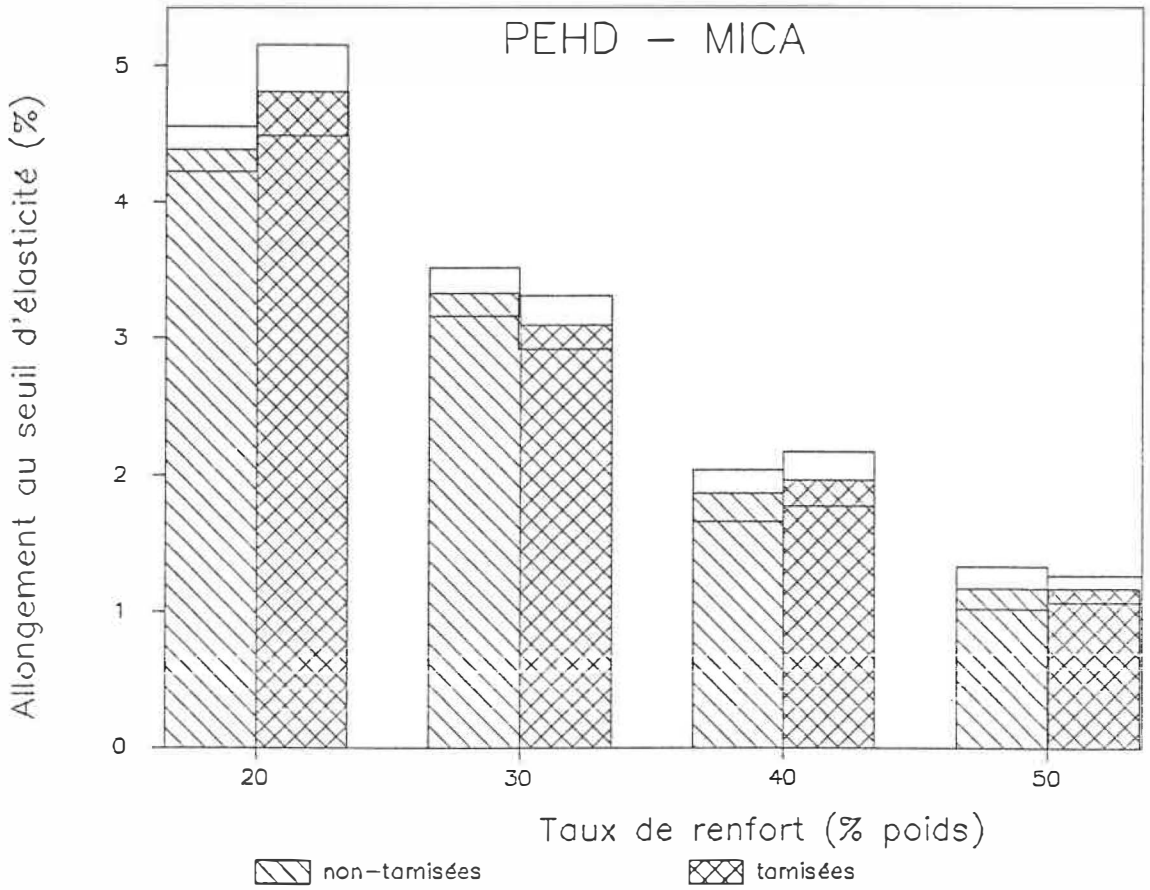


Figure 3-34. Effet du tamisage des paillettes sur l'allongement au seuil d'élasticité

De façon générale, d'après les résultats rencontrés, les paillettes de verre ont une capacité plus faible que celles de mica pour renforcer la matrice polymère.

Pour le module d'élasticité (figure 3-35), les valeurs pour le composite PEHD-verre sont de 25% (en moyenne) plus faibles que celles obtenues pour les paillettes de mica. La rigidité des paillettes de mica et leur rapport largeur/épaisseur plus élevés que ceux des paillettes de verre en sont les causes.

La limite d'élasticité est aussi considérablement (≈23%) plus faible pour les composites PEHD-verre (figure 3-36), et la diminution est amplifiée avec la concentration Cette différence est causée par la géométrie des pailletes, le rapport l/é plus faible et la mauvaise adhésion (manque de mouillabilité) entre les paillettes de verre et le PEHD (montrées à la section 3.1).

Quant à l'allongement au seuil d'élasticité, la réponse pour cette propriété est en accord avec les deux autres (figure 3-37). On observe un allongement plus grand pour le composite PEHD-verre (86% en moyenne), quelque soit la concentration de renfort. Lorsque la matrice n'est pas très attachée au renfort, le polymère se déforme sous l'effet de la contrainte appliquée et cette dernière n'est pas transférée au renfort.

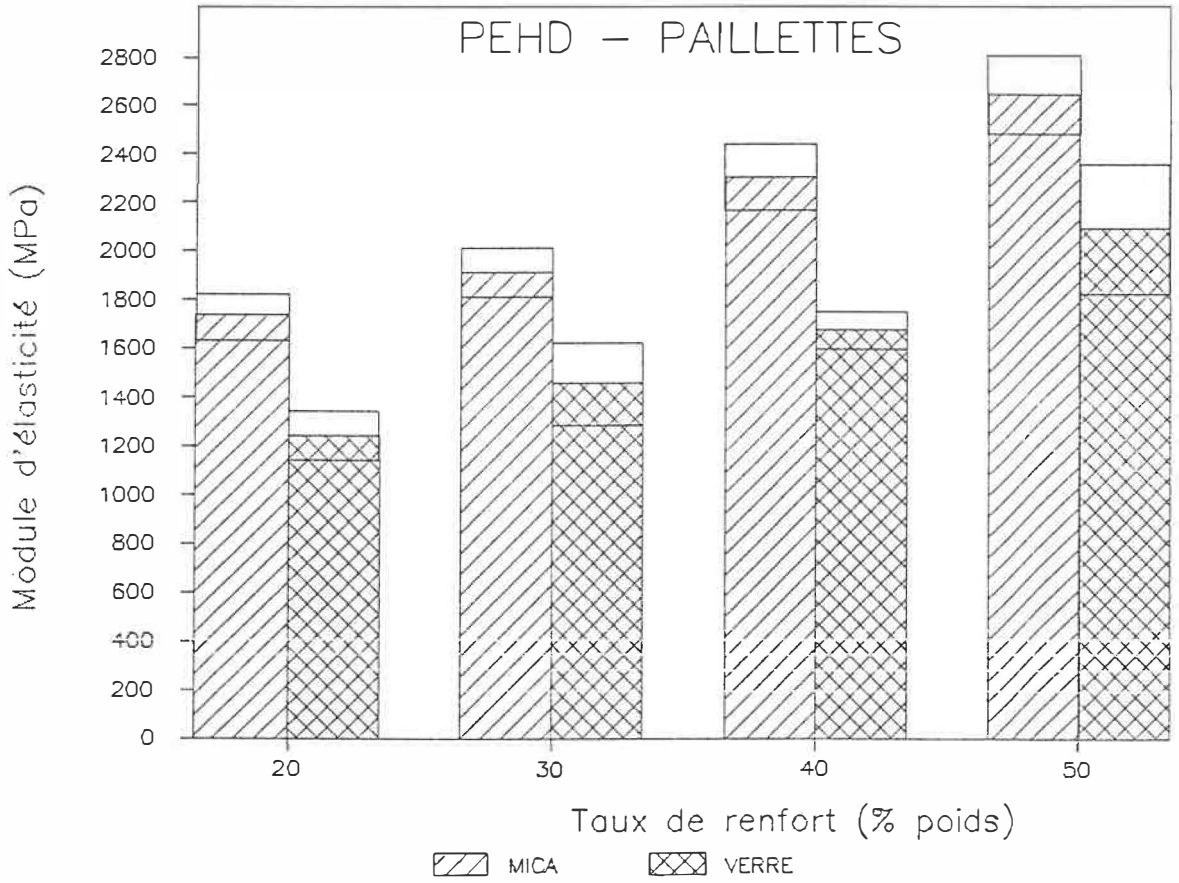


Figure 3-35. Module d'élasticité des composites réalisés avec des paillettes de mica ou de verre

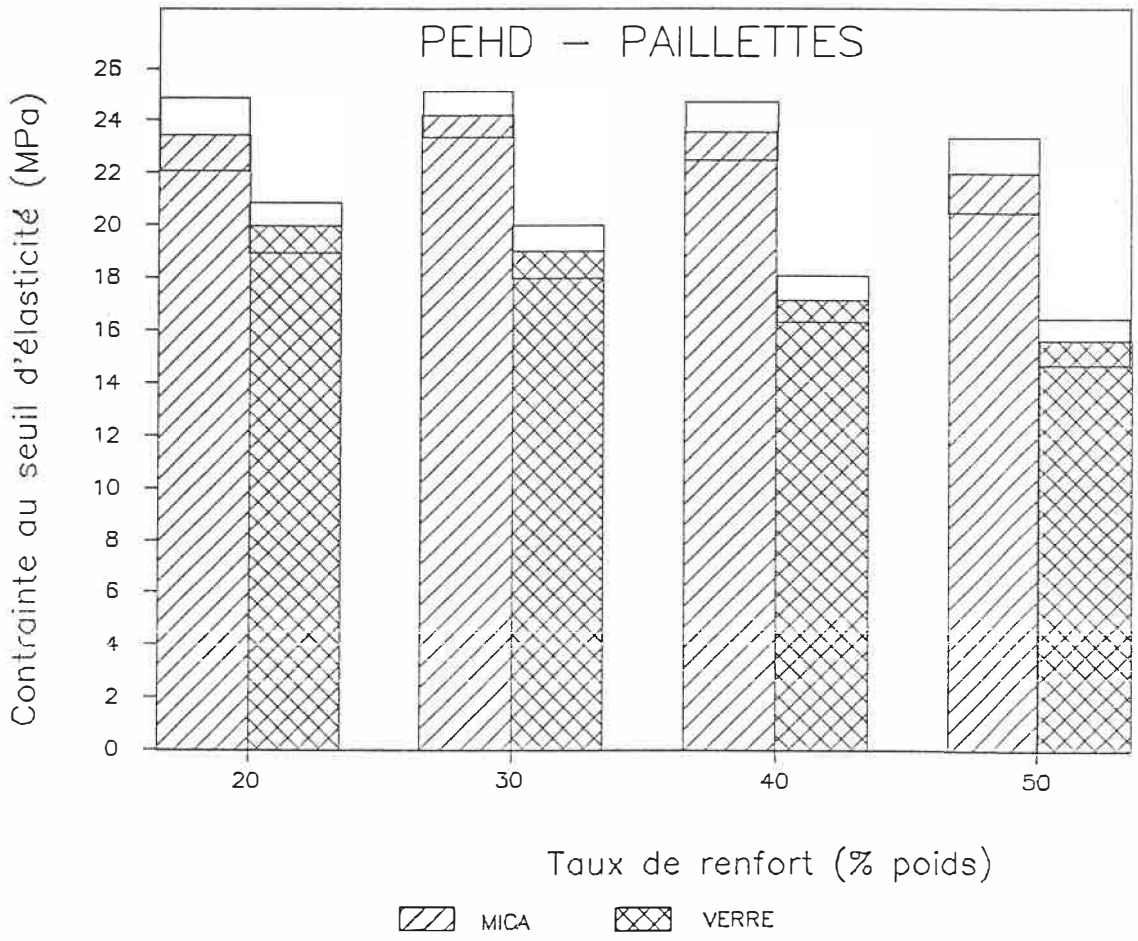


Figure 3-36. Contrainte au seuil d'élasticité des composites réalisés avec des paillettes de mica ou de verre

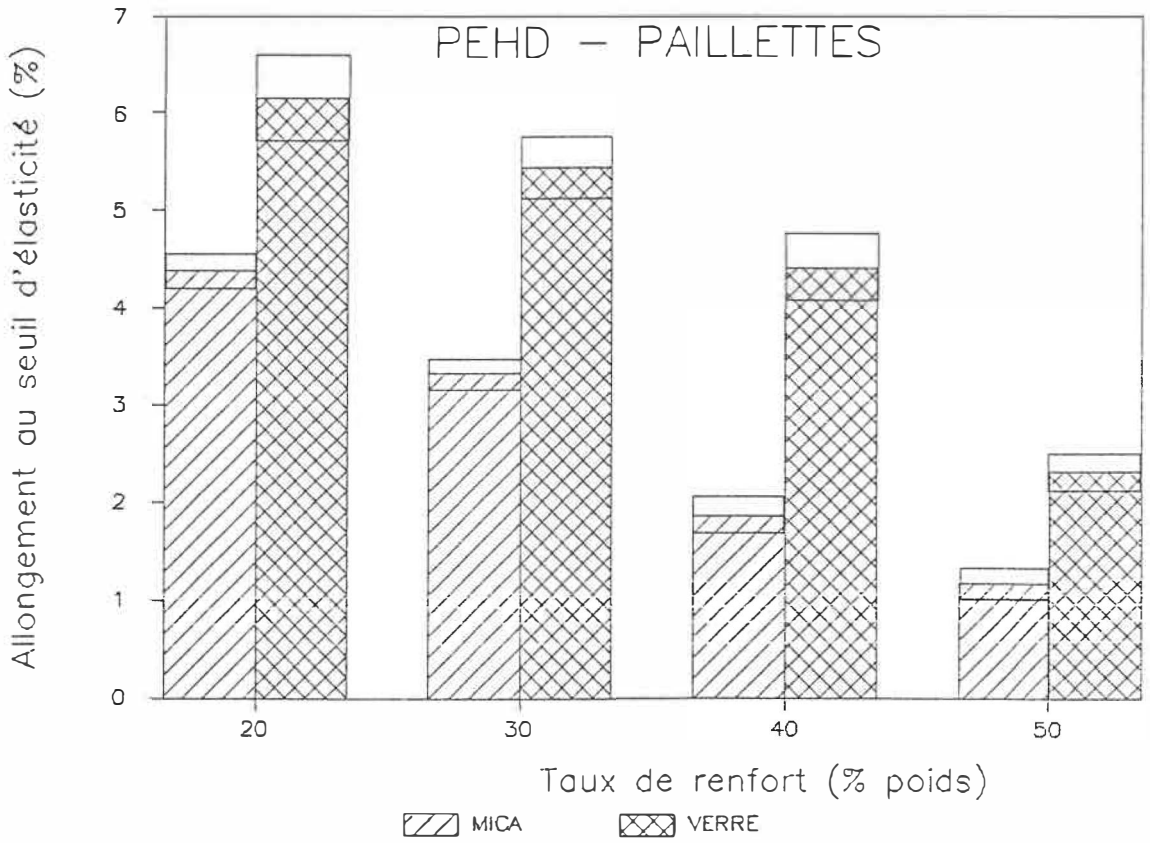


Figure 3-37. Allongement au seuil d'élasticité des composites réalisés avec des paillettes de mica ou de verre

3.2.7 RÉCAPITULATION DES EFFETS

Il serait intéressant de voir maintenant, pour chacune des propriétés étudiées, tous les effets observés.

On observe à la figure 3-38 une augmentation considérable du module d'élasticité avec la concentration de renfort pour tous les cas étudiés. Pour les concentrations de 20, 30 et 40% de renfort, les résultats obtenus en pressant les plaques a 9 MPa de pression sont inférieurs au reste des valeurs observées. Lorsque la concentration de renfort est de 40 ou 50%, les conditions utilisées: pression de travail, dimensions des paillettes (tamisage), pli des plaques, ont plus d'effet sur le module d'élasticité

La rigidité du composite PEHD-mica peut être améliorée par le tamisage des paillettes ou le pliage des plaques. Sans hésiter, nous choisirions le tamisage des paillettes. Il s'agit d'une méthode plus simple, facile à réaliser en grandes quantités, qui donne presque les mêmes résultats que le pliage des plaques.

L'effet le plus remarquable lorsqu'on utilise des renforts est l'augmentation de la rigidité du matériau. Cet effet a été très étudié (Lewis 1970, Rexer 1970, Nielsen 1973) mais, sa prédiction n'est pas facile, à cause des nombreux facteurs qui rentrent en jeu. Nous avons utilisé le modèle proposé par Padawer et Beecher (vu à la section

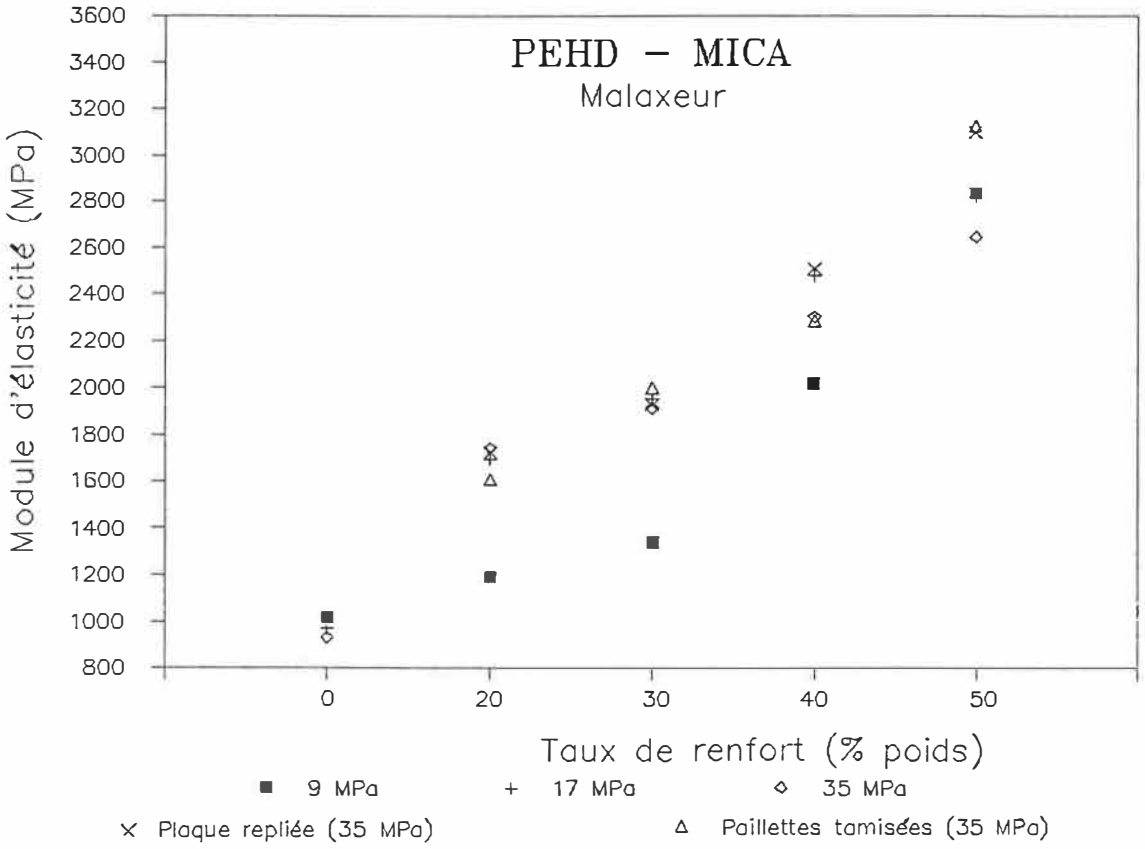


Figure 3-38. Module d'élasticité du composite PEHD-mica

1.5.2), qui est le plus approprié dans le cas du renforcement dans le plan, pour comparer les valeurs prédites à celles que nous avons obtenues. Le tableau 3-3 montre cette comparaison. Dans le cas du mica, les valeurs prédites sont beaucoup plus grandes que celles trouvées expérimentalement Cette différence s'accroît avec le taux de renfort. Pour les paillettes de verre, le modèle est plus près de la réalité. Il faut noter que ce modèle a été développé pour des paillettes rectangulaires, ce qui est le cas pour les paillettes de verre. Les différences entre les valeurs prédites par le modèle et les résultats expérimentaux demeurent importants et augmentent aussi avec le taux de renfort.

Le modèle de Padawer et Beecher est basé sur des hypothèses d'adhésion parfaite entre la matrice et le renfort, et d'une distribution uniforme des paillettes. Ce qui explique les différences rencontrées entre les valeurs prédites et expérimentales.

La contrainte au seuil d'élasticité (fig. 3-39) présente peut de tendances claires. On observe d'abord une influence importante de la pression de pressage pour le PEHD non-renforcé. Pour les composites il y a peut d'influence de la pression sur cette propriété. Dans le cas où on a utilisé des paillettes tamisées ou les plaques ont été pliées, la contrainte au seuil d'élasticité diminue avec l'ajout du renfort.

concentration de renfort % en poids	module d'élasticité E (MPa) expérimentale	module d'élasticité E (MPa) modèle
	MICA	
20	1742	2513
30	1913	3814
40	2302	6194
50	2645	9540
	VERRE	
20	1242	1499
30	1461	2261
40	1674	3221
50	2091	4564

Tableau 3-3. Module d'élasticité des composites, valeurs expérimentales et prédites par le modèle de Padawer et Beecher (1970).

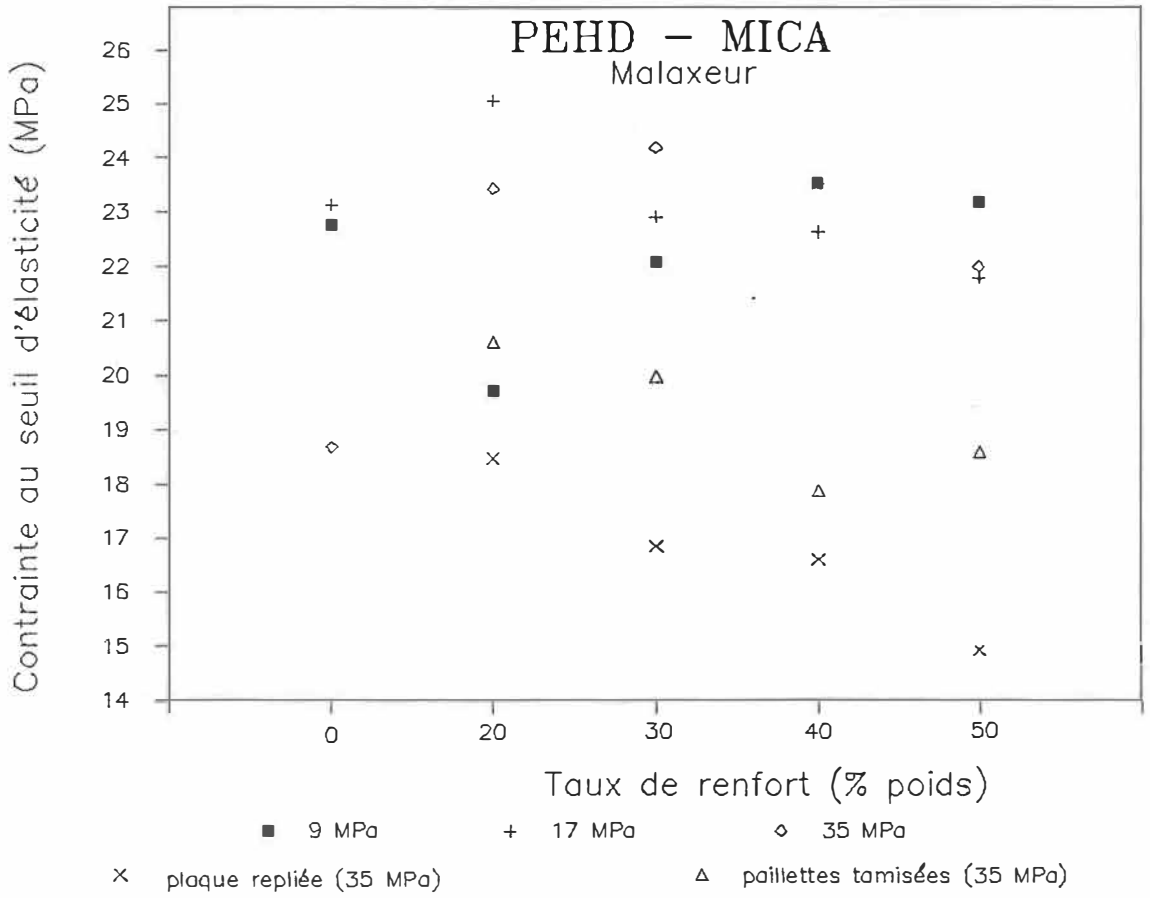


Figure 3-39. Contrainte au seuil d'élasticité du composite PEHD-mica

Quant à l'allongement au seuil d'élasticité (fig. 3-40), les résultats ne varient pas beaucoup pour les cinq cas présentés. Donc, cette propriété n'est pas influencée par la pression utilisée lors du moulage par compression, ni par les dimensions des paillettes, ni par l'orientation que peut donner le pliage des plaques. La tendance générale observée est une diminution de l'allongement au seuil d'élasticité avec l'addition du renfort. L'utilisation du renfort a un effet négatif sur cette propriété.

Finalement, l'allongement à la rupture est présenté à la figure 3-41. Comme nous l'avons mentionné auparavant (section 3.2.1), ces résultats sont très imprécis. On peut remarquer la diminution marquée de cette propriété avec l'ajout du mica pour tous les cas étudiés. L'allongement obtenu à 20% en poids de mica varie beaucoup selon les conditions utilisés (pression, tamisage, pli des plaques), mais, pour les concentrations de 30, 40 et 50% il n'y a pas d'effet significatif.

3.3 CRISTALLINITÉ

Le degré de cristallinité et la morphologie des cristallites ont un effet très important sur les propriétés mécaniques des matériaux polymères (Nielsen 1974).

Nous avons fait une brève étude de la cristallinité

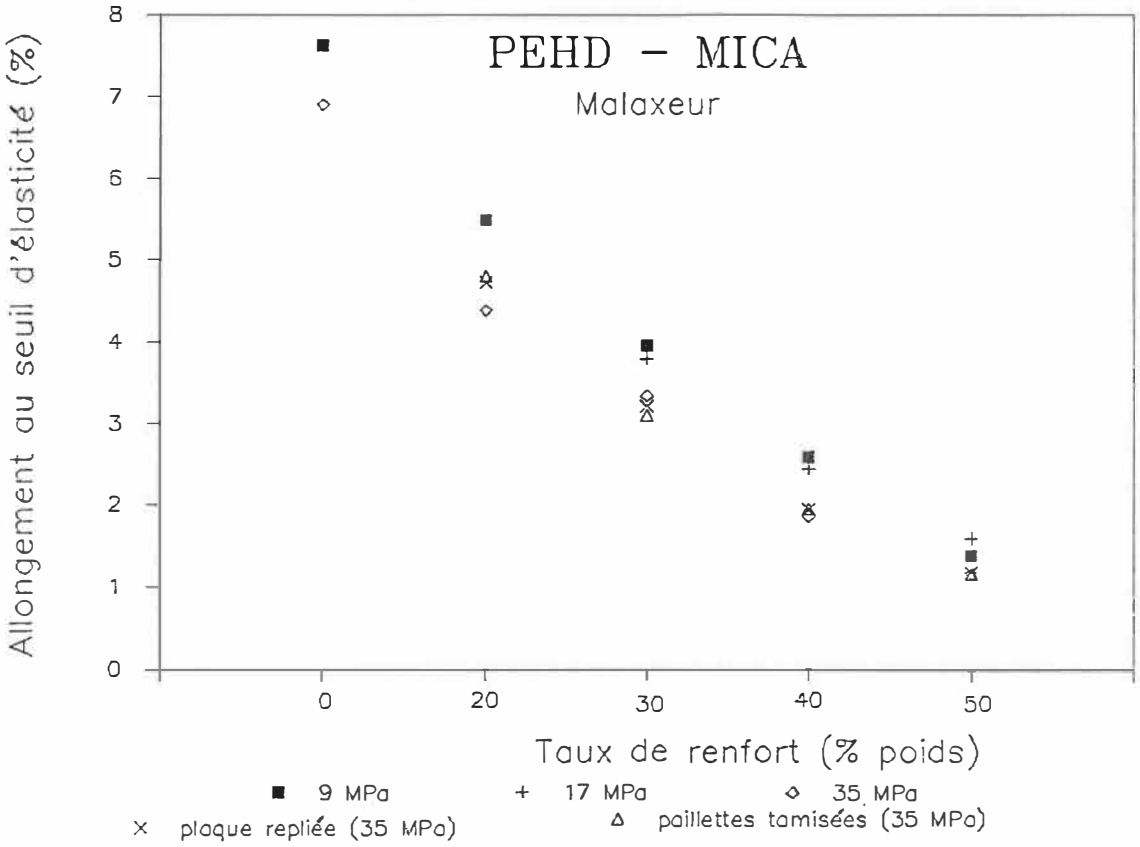


Figure 3-40. Allongement au seuil d'élasticité du composite PEHD-mica

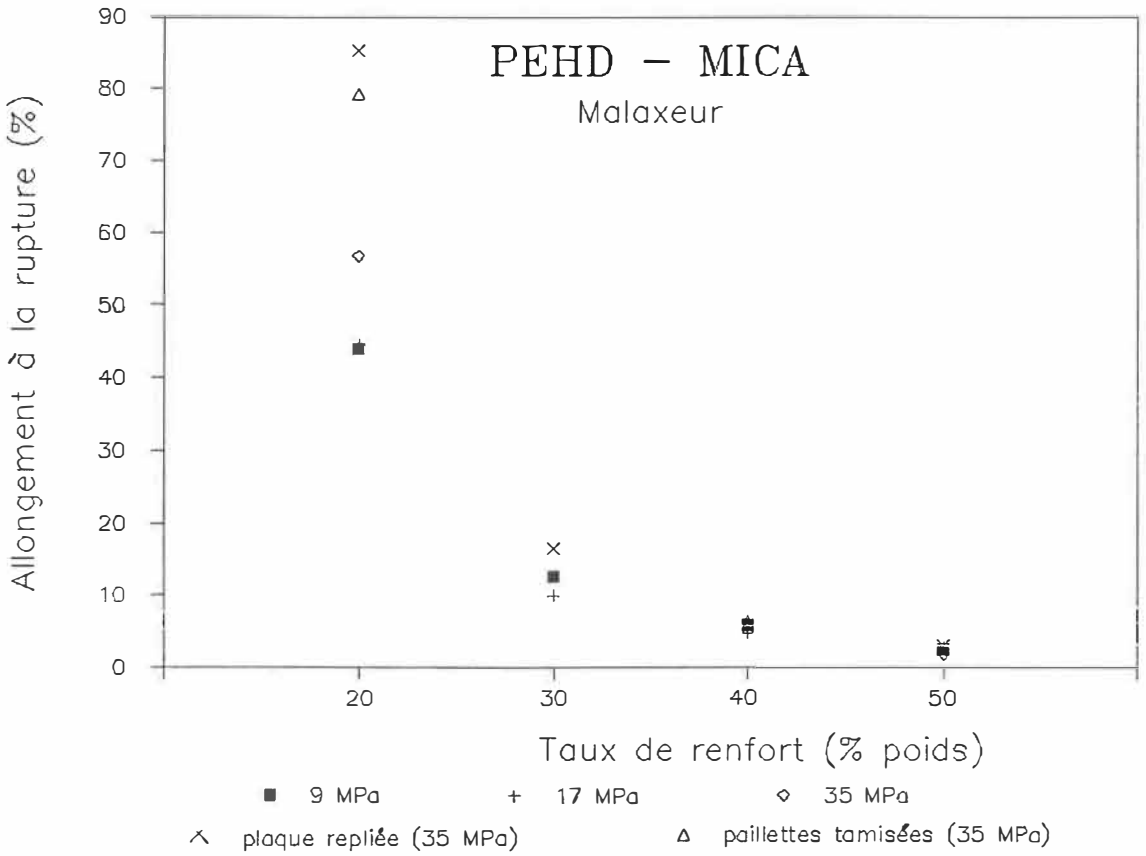


Figure 3-41. Allongement à la rupture du composite PEHD-mica

dans le but de voir si l'ajout du renfort affectait le degré de cristallinité de la matrice polymère.

La figure 3-42 montre le type de courbes obtenues avec l'appareil d'analyse thermique différentielle. Le taux de cristallinité étant calculé à partir de l'équation 1-1:

$$X_c = \frac{\Delta H_f}{\Delta H_f^*} \qquad \text{où } \Delta H_f^* = 285 \text{ J/g (Prudhomme 1979).}$$

Le tableau 3-4 montre le taux de cristallinité des deux composites étudiés (PEHD-mica, PEHD-verre) et de la matrice polymère (PEHD), pour les compositions réalisées au malaxeur à tête de mélange interne. Chaque valeur est la moyenne des résultats de quatre expériences et s'étale dans une fourchette d'incertitude de 0.32 à 0.62 %.

Il est important de signaler que touts les mélanges ont été examinés. Mais, nous n'avons pas observé de différence significative sur le taux de cristallinité, selon que l'on a utilisé des paillettes tamisées ou non et si la composition a été réalisée au malaxeur à tête de mélange interne ou au laminoir.

Le fait qu'on utilise des échantillons de 10 mg. donne lieu à des imprécisions dans les mesures du taux de cristallinité, parce que les plaques ne sont pas homogènes sur toute la surface. Pour palier à cet inconvénient, nous avons pris soin de choisir des échantillons à différents endroits de la plaque et nous avons éliminé les valeurs qui

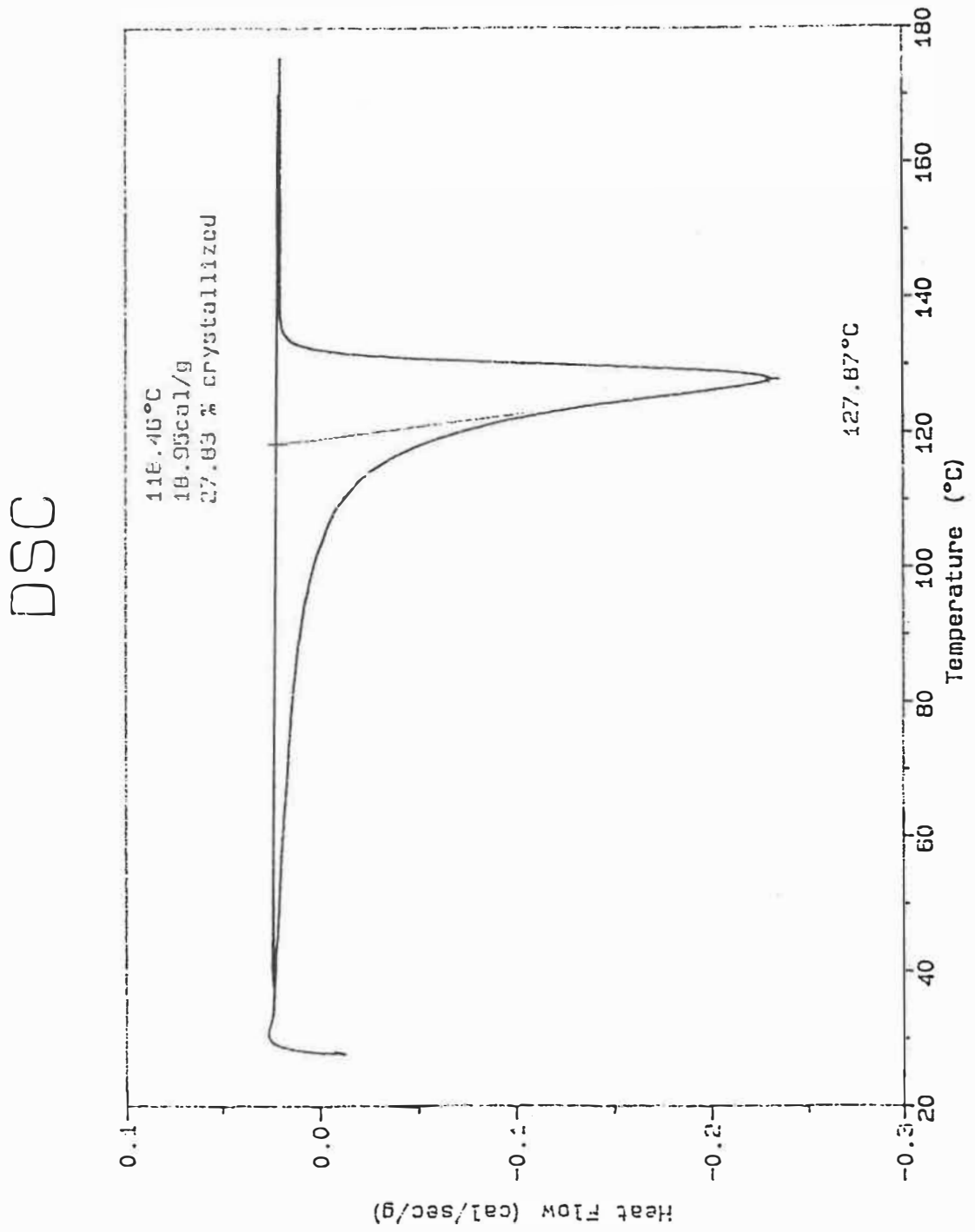


Figure 3-42. Exemple de courbe obtenue avec l'appareil d'analyse thermique différentielle.

concentration de renfort % en poids	taux de cristallinité (%)
MICA	
0	55.81 (± 0.55)
20	60.77 (± 0.49)
30	62.33 (± 0.53)
40	63.92 (± 0.33)
50	63.80 (± 0.62)
VERRE	
0	55.81 (± 0.55)
20	61.49 (± 0.33)
30	62.40 (± 0.32)
40	63.91 (± 0.54)
50	63.45 (± 0.59)

Tableau 3-4. Taux de cristallinité des échantillons (préparés avec le malaxeur, paillettes non-tamisées, pression 35 MPa).

s'écartaient trop de la tendance générale.

Comme on peut voir au tableau 3-4, le degré de cristallinité de la matrice augmente, selon le cas, de 9 à 15% avec l'ajout du renfort. Ce comportement a été observé pour plusieurs matériaux thermoplastiques lorsqu'ils sont renforcés avec des fibres (Burton 1986). Des modifications au niveau de la matrice, en présence des renforts, donnent lieu aux changements du taux de cristallinité. Dans notre cas, les paillettes (mica et verre) agiraient comme agents de nucléation, favorisant ainsi la cristallisation dans la matrice. Il faut noter, toutefois, que les changements produits sur la cristallinité de la matrice, ne sont pas très grands. On remarque aussi que les deux renforts produisent le même effet sur le degré de cristallinité de la matrice.

L'influence que cette légère augmentation de la cristallinité peut avoir sur les propriétés mécaniques du composite est difficile à quantifier. Les deux renforts que nous avons utilisés produisent la même augmentation du taux de cristallinité, pour les différentes concentrations de renfort. Mais les propriétés en traction que nous avons mesuré pour les deux composites sont très différentes.

D'un autre coté, selon Kowalewski (1986), l'activité de nucléation d'un renfort serait contrôlée principalement par l'interface matrice-renfort. Ainsi, Garton (1981) a trouvé que lorsque le mica a subi un traitement de surface,

le polypropylène ne cristallise pas, car il n'y pas de nucléation. Dans notre cas, les observations au microscope ont montré une meilleure adhésion matrice-renfort pour le composite PEHD-mica, néanmoins les deux renforts ont la même influence sur le taux de cristallinité de la matrice.

3.4 PROPRIÉTÉS RHÉOLOGIQUES

Le comportement rhéologique du composite PEHD-mica a été étudié pour les concentrations de 0, 20 et 40 % en poids de mica. Dans un premier temps, nous allons analyser les résultats portant sur la viscosité et ensuite sur le fluage.

Il est important de signaler que nous avons examiné les mélanges réalisés avec les deux mélangeurs et avec les paillettes tamisées et non-tamisées. Toutefois les différences rencontrées étaient du même ordre de grandeur que l'écart type entre les résultats obtenus.

3.4.1 VISCOSITÉ

Les mesures de la viscosité ont été effectuées avec deux rhéomètres: 1) le R.S.R. et 2) le C.I.L. (décrits à la section 2.2.4). Les valeurs sont déterminées à l'aide des équations pour l'écoulement d'un fluide newtonien, et corrigées pour la rhéofluidifiance par la relation de Rabinowitsch. Dans le cas du rhéomètre C.I.L., nous n'avons pas fait de correction pour les effets des bouts, malgré

que le capillaire utilisé avait un rapport L/D = 30, faute de capillaires ayant des dimensions convenables disponibles.

Les courbes de viscosité obtenues sont montrées à la figure 3-43. Tout d'abord, on observe une région inexplorée entre les valeurs données pour chaque appareil, et ce à cause des limites de fonctionnement de chacun d'eux. Deuxièmement, on remarque la continuité des valeurs obtenues à partir des deux appareils, ce qui confirme que la correction pour les effets de bout est peut importante. On constate ensuite que le PEHD utilisé dans notre travail est très visqueux (η_0= 6.3x10^5 Pa.s). Cette condition a entraîné des difficultés dans la détermination de la viscosité à faible vitesse de cisaillement. Dans cette zone, la déformation du matériau est très faible et la viscosité très importante, donnant ainsi des oscillations importantes lors de l'acquisition des données. C'est pourquoi nous avons montré seulement trois points dans cette zone.

Le PEHD présente un comportement non-newtonien: à faible taux de cisaillement, on observe l'existence d'un plateau newtonien, puis une zone de transition où il y a diminution de la viscosité avec l'augmentation du taux de cisaillement qui devient enfin linéaire (loi de puissance). Avec l'addition de mica l'allure de la courbe n'est pas modifiée mais déplacée. On observe une faible augmentation

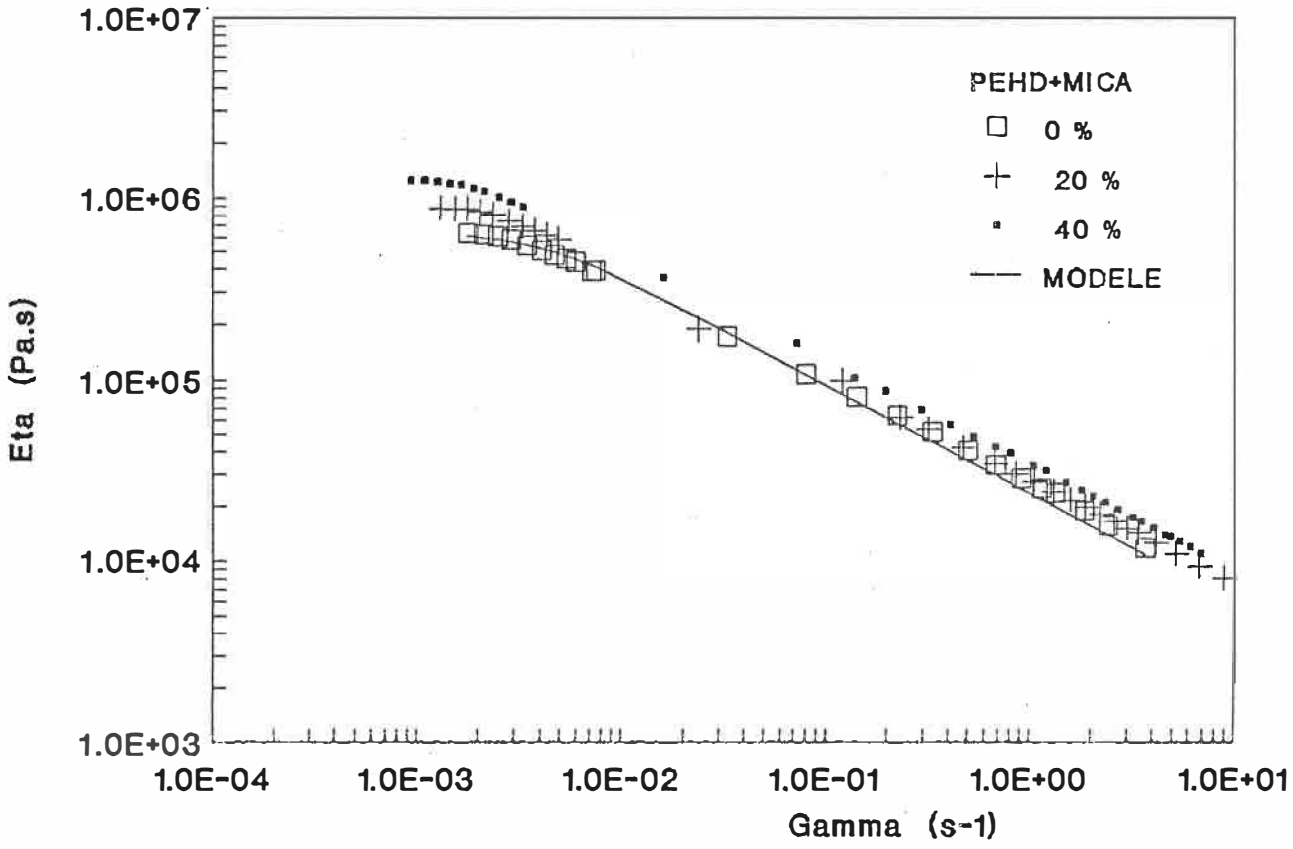


Figure 3-43. Viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement (190 °C).

de la viscosité avec la concentration de renfort, si on compare à d'autres renforts, par exemple, pour le noir de carbone à la même concentration (fig. 3-44). Une orientation maximale des paillettes selon l'épaisseur du composite fait que ce système a une viscosité très inférieure. On observe que la viscosité pour 20 et 40% de renfort augmente plus dans la région du plateau que dans la zone de la loi de puissance. De plus, le début du comportement rhéofluidifiant ($t_1 \approx 1/\dot{\gamma}$) est observé à des vitesses de cisaillement chaque fois plus faibles, quand on augmente le taux de renfort. On ne remarque pas de seuil de contrainte à faible cisaillement, fréquemment rencontré avec d'autres renforts, par exemple avec le noir de carbone (Lakdawala 1987), et aussi pour le mica à des concentrations de 60% en poids (Utracki et Fisa 1982). Finalement, la pente des courbes dans la zone des grandes vitesses de cisaillement ne change pas. Donc, l'indice de la loi de puissance (n), n'est pas modifié par l'addition de mica au PEHD.

Le comportement rhéologique des différentes compositions a été comparé avec celui prédit par le modèle de Carreau modifié selon Poslinski et al. (eqs. 1-8 et 1-14). Ce modèle représente très bien le PEHD ainsi que les composites avec 20 et 40% de renfort. Les paramètres obtenus à l'aide de ce modèle sont présentés au tableau 3-5.

La détermination de ϕ_m (fraction volumique maximale

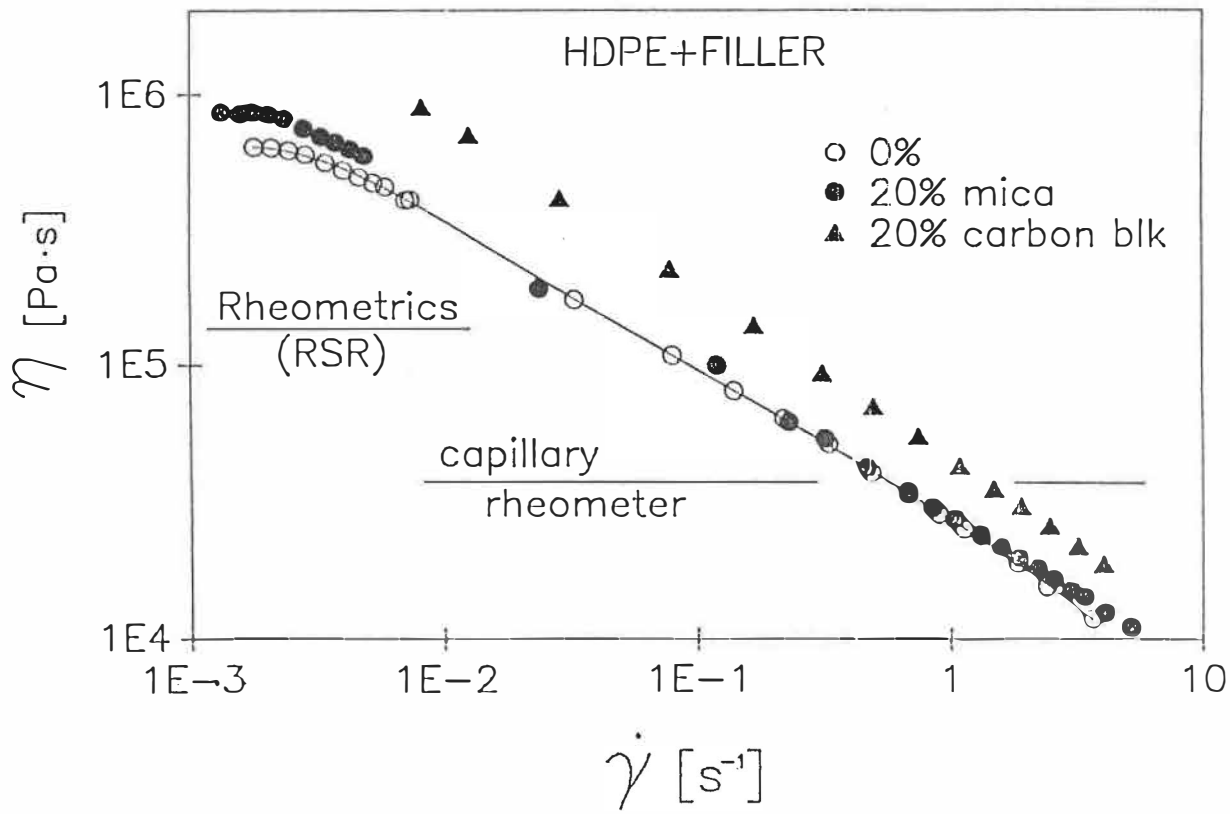


Figure 3-44. Viscosité des composites PEHD-mica et PEHD-noir de carbone (20% en poids de renfort, 190 °C).

	η_0 (MPa.s)	t_1 (s)	n
PEHD	0.64	243	0.4
PEHD + 20 % MICA	0.90	329	0.4
PEHD + 40 % MICA	1.29	426	0.4

Tableau 3-5. Paramètres rhéologiques obtenus avec l'équation du modèle de Carreau modifié par Poslinski et al. (1988).

d'empilement de la phase dispersée) théoriquement, est réalisée sur des considérations géométriques. Cependant, pratiquement, la valeur de ϕ_m est difficile à calculer, et ϕ_m peut être utilisé comme paramètre d'ajustement dans l'équation empirique (1-15) aux données expérimentales. C'est cette procédure que nous avons suivie pour le composite PEHD-mica. Les valeurs obtenus sont montrés au tableau 3-6 et la courbe obtenue est montré à la figure 3-45.

3.4.2 FLUAGE

Les courbes de fluage pour le PEHD avec 0, 20 et 40% de mica ont été obtenues pour des contraintes imposées allant de 1400 à 3000 Pa, à une température de 190 °C.

L'allure de la courbe obtenue pour le PEHD correspond à celle d'un polymère thermoplastique (fig. 2-4). Avec l'ajout de mica la courbe est déplacée, mais, l'aspect étant toujours le même (figure 3-46). Les résultats obtenus pour les diverses contraintes de cisaillement sont présentés au tableau 3-7, τ_o représente la contrainte imposée, γ_o est la déformation extrapolée au temps zéro, η est la viscosité, λ est le temps caractéristique du modèle de Maxwell. Ces termes ont été définis auparavant, aux sections 1.6.2 et 1.6.3.

Tout d'abord on remarque une diminution de la

η_R	ϕ	ϕ_m	ϕ/ϕ_m
1.00	0	-	0
1.36	0.08	0.61	0.13
2.06	0.18	0.60	0.30

Tableau 3-6. Viscosité relative (valeurs expérimentales) et fraction volumique maximale (calculée d'après l'équation empirique 1-15).

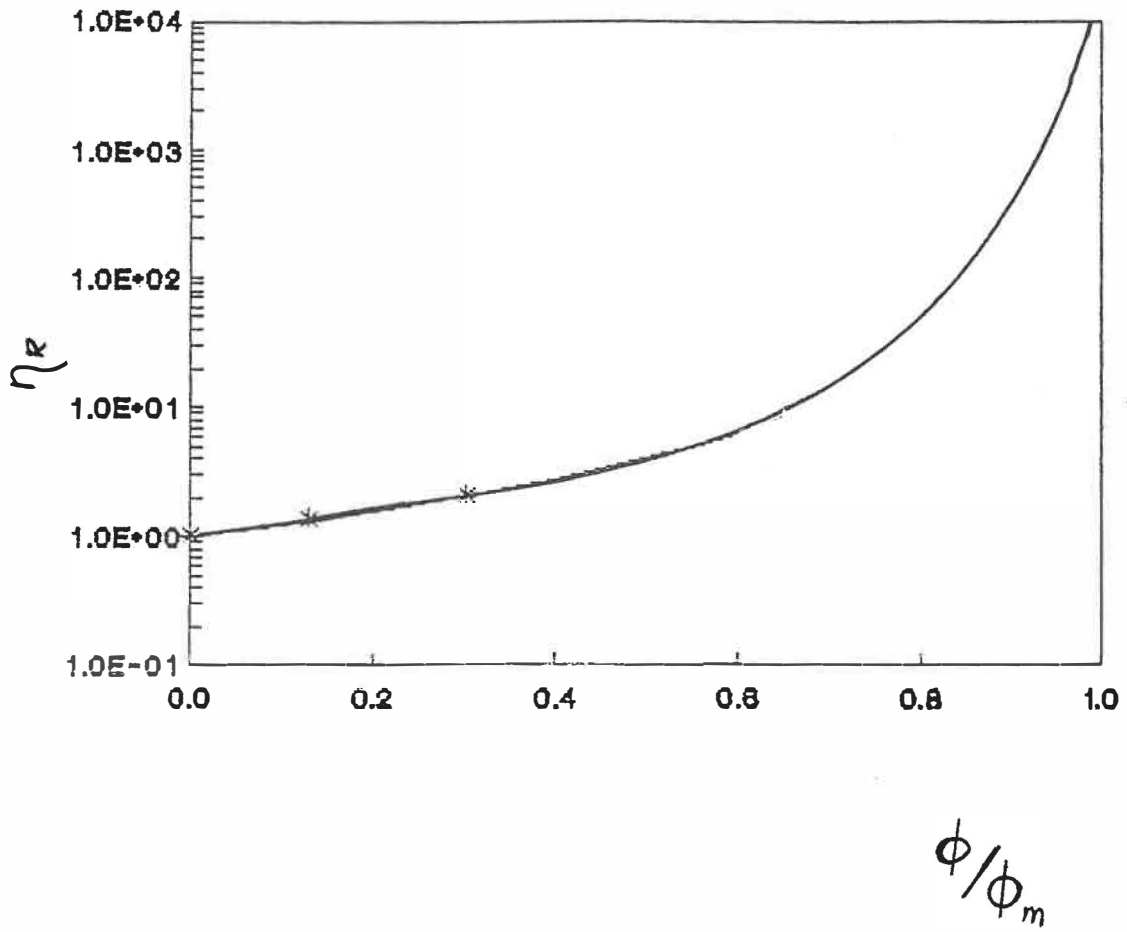


Figure 3-45. Viscosité relative versus la fraction volumique reduite.

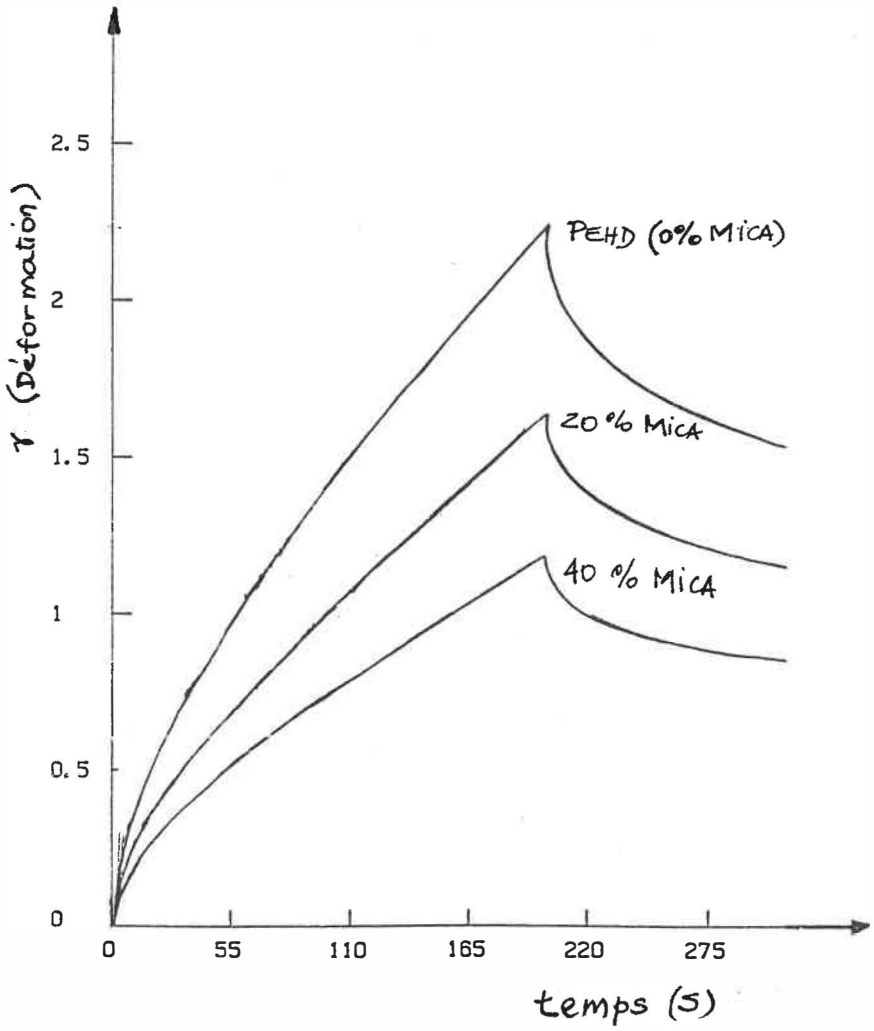


Figure 3-46. Courbes de fluage.

	τ (Pa)	γ_0	η (Pa.s)	λ (s)	$\dot{\gamma}$ (s^{-1})
			$x10^{-5}$		$x10^{+3}$
HDPE	1400	0.317	6.856	155	2.042
	1600	0.334	6.614	138	2.419
	1800	0.394	6.400	140	2.813
	2000	0.313	5.823	91	3.435
	2200	0.380	5.448	94	4.038
	2400	0.361	5.140	77	4.669
	2600	0.398	4.892	75	5.315
	2800	0.398	4.733	67	5.916
	3000	0.412	4.221	58	7.107
			$x10^{-5}$		$x10^{+3}$
HDPE	1400	0.219	9.182	143	1.525
+ 20% MICA	1600	0.215	9.136	123	1.751
	1800	0.206	8.921	102	2.018
	2000	0.221	8.585	95	2.330
	2200	0.243	7.847	87	2.804
	2400	0.313	7.302	95	3.287
	2600	0.266	6.934	71	3.750
	2800	0.289	6.529	67	4.289
	3000	0.303	6.198	63	4.841
			$x10^{-5}$		$x10^{+3}$
HDPE	1400	0.152	13.12	142	1.067
+ 40% MICA	1600	0.144	12.95	117	1.235
	1800	0.165	12.47	115	1.443
	2000	0.163	12.37	101	1.617
	2200	0.204	11.86	110	1.856
	2400	0.203	11.46	97	2.095
	2600	0.200	10.49	81	2.479
	2800	0.216	9.820	76	2.851
	3000	0.248	9.232	76	3.249

Tableau 3-7. Résultats des tests de fluage (190 °C).

vitesse de cisaillement ($\dot{\gamma}$) avec la concentration de mica, donnant des déformations plus faibles. Ceci est une conséquence de l'augmentation de la viscosité, comme on avait vu à la section 3.4-1. Ensuite on observe que lorsque la contrainte imposée augmente, le fluage et la vitesse de fluage sont de plus en plus grands.

La variation du temps caractéristique (λ) et de la déformation élastique instantanée (γ_0), selon la contrainte imposée, est montrée à la figure 3-47. On observe que γ_0 diminue avec l'addition de mica, l'ajout du mica diminue donc la déformation (γ_0) du matériau. Une augmentation de la contrainte imposée fait croître la déformation (γ_0), que le matériau soit renforcé ou non.

En ce qui a trait le temps caractéristique (λ), il n'y a pas de variation importante avec l'addition de mica. Ce qui veut dire que l'élasticité de la matrice polymère n'est pas modifiée avec l'ajout du renfort. Contrairement aux résultats obtenus par d'autres chercheurs (Utracki et Fisa 1982, Utracki et al. 1984), qui ont mesuré l'élasticité des polymères renforcés par des méthodes indirectes, comme la correction de Bagley ou le gonflement à la sortie d'une filière. Par contre, le temps caractéristique diminue fortement avec la contrainte imposée.

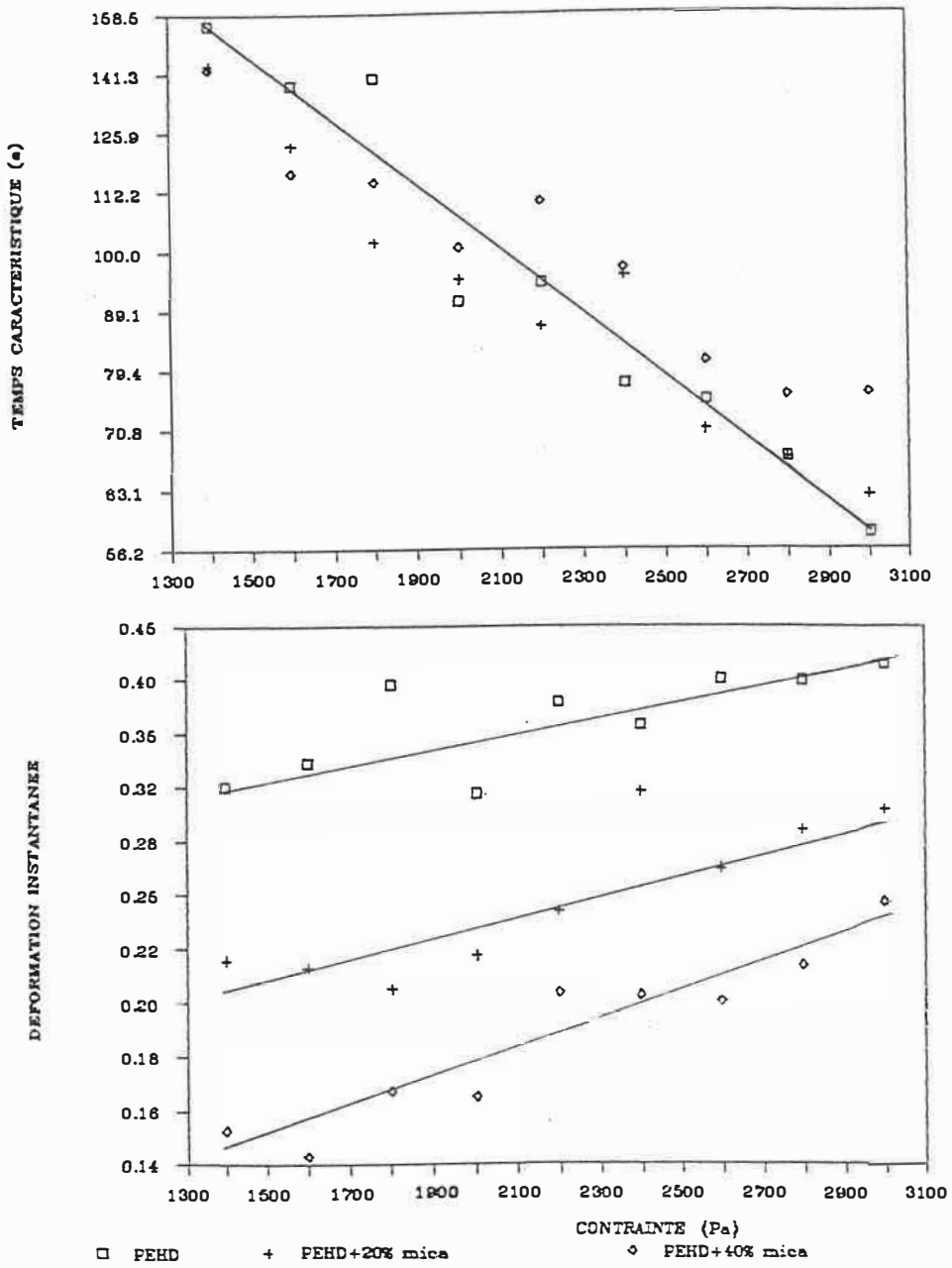


Figure 3-47. Temps caractéristique et déformation instantanée versus la contrainte imposée.

CONCLUSION

Ce travail a consisté en la réalisation d'une étude systématique sur l'effet du mica utilisé comme renfort pour les thermoplastiques.

Cette étude a montré que l'ajout du mica à un polymère thermoplastique conduit à une amélioration considérable de la rigidité du composite (jusqu'à 190%) mais rend le matériau plus fragile.

Les conditions utilisées lors de la préparation des composites, notamment: 1) la pression lors du moulage, 2) la dimension des paillettes et 3) le pliage des plaques (pour donner plus d'orientation), influent de façon différente sur les propriétés mécaniques du matériau. Ainsi, le module d'élasticité est la propriété la plus sensible à la modification de ces conditions alors que l'allongement au seuil d'élasticité est la propriété la moins influencée.

Les expériences ont montré que lorsqu'une propriété est sensible aux conditions mentionnées ci-haut, elle l'est surtout pour les fortes concentrations de renfort.

Nous avons aussi constaté que l'interaction matrice-renfort est très affectée par la morphologie du renfort: ainsi, les paillettes de mica qui possèdent une surface rugueuse, une faible épaisseur, une forme ellipsoïdale avec des bords qui finissent en s'amincissant, favorisent

l'adhésion du polymère sur leur surface. Au contraire, les paillettes de verre qui ont une surface plus lisse, une épaisseur plus importante, une forme rectangulaire et des bords nets, ne sont pas couvertes par le polymère.

En ce qui concerne le renforcement mécanique apporté par chaque type de paillettes utilisées, il s'est avéré que, la rigidité des composites PEHD-mica est 25% plus élevée (en moyenne) que celle des composites PEHD-verre. La contrainte au seuil d'élasticité est 23% plus élevée dans le cas des composites PEHD-mica. Dans le cas de l'allongement au seuil d'élasticité uniquement, les valeurs du composite PEHD-verre dépassent de 86% celles obtenues pour le composite PEHD-mica. L'usage potentiel des composites PEHD-mica est donc recommandé pour des pièces nécessitant une forte rigidité mais appelées à subir de faibles déformations.

L'amélioration des propriétés mécaniques des polymères, par incorporation de particules solides, se fait au détriment des propriétés rhéologiques. Il s'est avéré que l'augmentation de la viscosité résultant de l'ajout du mica au polyéthylène haute densité est plus faible que celle obtenue avec d'autres renforts, par exemple, le noir de carbone. Cette différence est dûe à l'orientation des paillettes de mica dans le composite. Nous avons aussi constaté que l'élasticité de la matrice polymère n'est pas modifiée par l'ajout des paillettes de mica.

RECOMMANDATIONS

Les principales recommandations permettant d'étendre les résultats de cette étude sont les suivantes:

- essayer de diminuer les écarts types rencontrés lors des tests mécaniques, pour rendre plus facile l'interprétation des résultats et mieux élucider l'influence des paramètres étudiés.

- étudier, de façon approfondie, l'effet du renfort sur la cristallinité de la matrice polymère, afin d'évaluer strictement les modifications apportées et l'influence sur les propriétés mécaniques.

- faire une étude de l'interface matrice-renfort, pour évaluer la possibilité de diminuer la fragilité des composites.

BIBLIOGRAPHIE

BIRD R.D., STEWART W.E. et LIGHFTOOT E.N., "Transport Phenomena", John Wiley, New York, (1960).

BURTON R.H. et FOLKES M.J., "Fiber-Matrix Interactions in Reinforced Thermoplastics", Elsevier Applied Science Publishers (1986).

BUSIGIN C., MARTINEZ G.M. ET WOODHAMS R.T., Polymer Engineering and Science, 23, 766, (1983).

CARREAU P.J., Trans. Soc. Rheol., 16, 1, 99 (1972).

CARREAU P.J., "Rhéologie des polymères", Notes de cours, École polytechnique de Montréal (1987).

CLEGG D.W., dans "Mechanical Properties of reinforced thermoplastics". Elsevier Applied Science publishers (1986).

COUARRAZE G. et GROSSIORD J.L., "Initiation à la rhéologie", Technique et Documentation Lavoisier, Paris (1983).

DEALY J., "Rheometers for Molten Polymers", Van Nostrand

Reinhold Company, New York (1982).

GARTON A., "Composites '81", National Research Council of Canada, Mini-Symposium, (1981).

GLAVINCHEWSKI B.G. et PIGGOTT M., J. Mater. Sci., 8, 1373, (1973).

HAN C.D., "Multiphase Flow in Polymer Processing", Academic Press, New York (1981).

JARZEBSKI G.J., Rheol. Acta, 20, 280 (1981).

KAMAL M.R., et MUTEL A., J. Polym. Eng., 5, 293 (1985).

KAUFFMAN S.H., LEIDNER J. WOODHAMS R.T. et XANTOS M., Powder Technology, 9, 125 (1974).

KEENTOK M., Rheol. Acta, 21, 325 (1982).

KITANO T., KATAOKA T. et SHIROTA T., Rheol. Acta, 20, 207 (1981).

KOWALEWSKI T. et GALESKI A., J. Appl. Polym. Sci., 32, 2919 (1986).

LAFLEUR P.G., "Ingénierie des Polymères", notes de cours, École Polytechnique de Montréal (1987).

LAKDAWALA K. et SALOVEY R., Polym. Eng. Sci., 27, 1035 (1987).

LEE I., TURNER S. et WOODHAMS R.T., Center for the Study of Materials, University of Toronto (1981).

LEE I. TURNER S. et WOODHAMS R.T., Polym. Compos., 3, 212 (1982).

LEIDNER J., Dept. of Chem. Eng. and Applied Chemistry, University of Toronto, 1972.

LEWIS T.B. et NIELSEN L.E., J. Appl. Polym. Sci., 14, 1449 (1970).

LUSIS J., WOODHAMS R.T. et XANTOS M., Polym. Eng. Sci., 13, 139 (1973).

MALIK T.M., PRUD'HOMME R.E. et REMILLARD B., Polym. Compos., 7, 315 (1986).

MANSON J.A. et SPERLING L.H., "Polymer Blends and Composites", Plenium, New York (1976).

METZNER A.B., J. Rheol., 29, 739 (1985).

MEWIS J. et DE BLEYSER R., Rheol. Acta, 14, 721 (1975).

MILEWSKI J.V. et KATZ H.S., "Handbook of Reinforcements for Plastics", New York, Van Nostrand Reinhold (1987).

NEWMAN S. et MEYER F.J., Polym. Compos., 1, 37 (1980).

NIELSEN L.E., J. Appl. Phys., 4, 4626 (1970).

NIELSEN L.E., J. Appl. Polym. Sci., 17, 3819 (1973).

NIELSEN L.E., "Mechanical Properties of Polymers and Composites", Marcel Dekker Inc., New York (1974).

NIELSEN L.E., "Polymer Rheology", Marcel Dekker Inc., New York (1977).

PADAWER G.E. et BEECHER N., Polym. Eng. Sci., 10, 185 (1970).

PALISSY, "Des Matériaux", École Polytechnique de Montréal (1980).

PARKINSON D., "Reinforcement of Rubber", Inst. Rubb. Ind.,

London (1957).

PIGGOTT M.R., "Load Bearing Fibre Composites", Pergamon Press, Oxford (1980).

POSLINSKI A.J., RYAN M.E. GUPTA R.K. SESHADRI S.G. et FRECHETTE F.J., J. Rheol., 32, 703 et 751 (1988).

PRUD'HOMME J. et PRUD'HOMME R.E., "Synthèse et Caractérisation des Macromolécules", manuel de travaux pratiques, Université de Laval (1979).

QUEMADA D., Rheol. Acta, 16, 82 (1972).

RAYSON H.W. et Mc GRATH G.C., "Fibres, Whiskers and Flakes for Composite Applications", Elsevier Applied Science publishers (1986).

REXER J. et ANDERSON E., Polym. Eng. Sci., 10, 185 (1970).

RHEOMETRICS Inc., Bulletin Technique (1983).

STEPEK J. et DAOUST H., "Additives for Plastics", Springer-Verlag, New York Inc. (1986).

SUZORITE MICA PRODUCTS Inc., Bulletin Technique T-1 (1988)

et T-3 (1976).

TADMOR Z. et GOGOS G.C., "Principles of Polymer Processing", Interscience Div., John Wiley and Sons, New York (1973).

TAGER A., "Physical Chemistry of Polymers, MIR Publishers, Moscow (1978).

TROTIGNON J.P., PIPERAUD M., VERDU J. et DOBRACZYNSKI A., "Précis de Matières Plastiques", Nathan, Paris (1982).

UTRACKI L.A. et FISA B., Polym. Compos., 3, 193 (1982).

UTRACKI L.A., FAVIS B.D. et FISA B., Polym. Compos., 5, 277 (1984).

VU-KHANH T., SANSCHAGRIN B. et FISA B., Polym. Compos., 6, 249 (1985).

WHITE J.L., "The Rheology and Processing of Reinforced Thermoplastics ", Elsevier Applied Science publishers (1986).

ANNEXE A

Spécifications des produits utilisés

SUZORITE® 200-HK

DESCRIPTION	Pure phlogopite mica flake, super-delaminated by fluid energy; pale amber in color of unique composition. Low in combined water which will not evolve below 1000°C. High flexural strength with good electrical and mechanical properties. Low microwave absorption and specific heat. (A higher aspect ratio version of Product 200-S with greater reinforcing characteristics.)
USES	Plastics – Reinforces by surface bonding to resin molecules. The resulting matrix has increased strength, stiffness and heat. This grade increases noise and vibration absorption; reduces shrinkage, warping and permeability to gases and liquids (water, gasoline); improves creep resistance. This grade is also offered surface coated for further properties enhancement. Industrial Paints – Provides corrosion resistance; reduces permeability to gases and liquids; reduces shrinkage and cracking, and improves chemical and U.V. resistance.
SPECIFICATION	Screen Analysis – U.S. Sieve +100 mesh: <2% −100 +200 mesh: 19-35% −200 +325 mesh: 17-27% −325 mesh: 43-61% Bulk Density – 10-16 lb/ft (176-282 kg/m³) by Scott Volumeter method. Moisture content – {0.4% Oil Absorption – 90-115 lb/100 ASTM D-281-31
PACKAGING	Shipped in 50-lb (25-kg), multi-ply paper bags in one ton on pallets (included as standard). Stretch wrap, supersaks, bulk and other options available at extra cost.
SAFETY	Suzorite mica is non-hazardous, chemically inert, contains no asbestos and less than 0.1% free silica. See Technical Bulletin T-1 for additional data and MSDS, including chemical analysis.

Prix: 24¢/lb

Physical properties of pure Suzorite® mica flake

General Properties	Description
Color	Golden brown
Shape	Thin flakes
Particle nominal diameter	20 microns to 0.25 inch (0.64 cm),*
Particle thickness	0.5 to 300 microns, depending on grade
Aspect ratio	30-70
Bulk density (Scott volumeter)	9-40 pcf (145-640 kg/m^3),*
Specific gravity	2.9
Hardness (Mohs' scale)	2.5–3.0
pH (of aqueous suspension)	7.5 to 8.5
Water solubility	Virtually insoluble
Fusion Point	1150°C

Mechanical properties of pure Suzorite® mica flake

Mechanical Properties	Description
Tensile strength (calculated)	125×10^3 psi (860 MPa)
Modulus of elasticity	25×10^6 psi (172 GPa)

Electrical properties of pure Suzorite® mica flake

Electrical Properties	Description
Dielectric constant (100 Hz)	6-6.7
Dissipation factor, tan δ (100 Hz)	$4.5\text{-}8.2 \times 10^{-2}$
Volume resistivity	$7.5\text{-}8.8 \times 10^{10}$ ohm-cm

Dielectric breakdown strength (at 0.033 mm thickness) = 12.0 to 16.8 KV/0.1 mm

Optical properties of pure Suzorite® mica flake

Optical properties–Radiation Absorption	Description
Refractive index	1.598
UV, visible absorption	Low transmittance (35-40%) in 600-800 nm visible region. Very strong absorption in 200-400 nm UV region
IR absorption	Very strong absorption above 9 microns
Microwave absorption (At 2450 MHz)	Temp. increase by wave absorption less than 0.03°F lb/sec kw (6.8°C g/sec kw)

*Varies, depending on grade.

POLYMERE: POLYETHYLENE HAUTE DENSITE

UCCL - POLYETHYLENE

MANUFACTURING SPECIFICATIONS

PRODUCT : S2K-4910 UCCL HDPE BASE RESIN

CATALYST: S2(600)6/1(XX)

FOR: DGDY-6098 NT, DGDJ-6098 NT
DGDY-6189 NT

PHYSICAL PROPERTIES		TEST METHOD	AIM		RANGE	
						(XX)
MELT INDEX, I 2	DG/MIN	LCP-114	0.10		0.08 - 0.12	
FLOW INDEX, I 21	DG/MIN	LCP-026	10.5	(AD)	9 - 12	(BO)
MELT FLOW RATIO, 21/2	CALCD	LCP-026	107.5		90 - 125	(BO)
ASTM DENSITY	G/CM3	LCP-006	0.9490		0.9480 - 0.9510	(FZ)
COLOR	MIN	LCP-107	B		B-	
ASH	% MAX	LCP-058			0.04	
FISHEYE RATING	MIN	LCP-018			+40	
GEL COUNT	MAX	LCP-073			300	(CB)
MELT FRACTURE	VISUAL	LCP-129			D A R	
CYCLOHEXANE EXTRACTABLES	% MAX	LCP-106			3.5	
BHT STORAGE STABILIZER	%	LCP-110	0.0125		0.005 - 0.020	

(XX) - AL/CR RATIO MAY BE VARIED AS REQUIRED TO CONTROL MFR
(AD) - SAMPLE PREPARATION SAME AS LCP-114
(BO) - FI & MFR MUST FALL WITHIN ATTACHED DIAGRAM; RUN AT AIM FI & MFR
(FZ) - PLAQUE PREPARED ACCORDING TO LCP-130
(CB) - TESTED ON 18.6 SQ.M.

OWENS CORNING FIBERGLAS

customer
acceptance
standards

No TP-348
Date 2/24/81
Supersedes 6/22/78

FIBERGLAS HAMMERMILLED GLASS FLAKES

I. DESCRIPTION

Fiberglas* hammermilled "C" and "E" glass flakes are thin glass flakes that have been hammermilled through a designated screen size. The flakes are manufactured from chemical resistant glass, designated as "Type C," and electrical type glass, designated as "Type E." The flakes have excellent moisture resistant qualities.

II. USE

The hammermilled "C" glass flake is designed for use in corrosion resistant coatings. The hammermilled "E" glass flake is designed for use in electrical molding compounds. When properly applied, these flakes impart to the coating increased vapor impermeability, toughness and greater adhesion to the substrate.

III. AVAILABLE PRODUCTS

Type	Particle Size (Screen Size) - Nominal
C	1/8", [illegible]" and 1/64"
~~E~~	~~[illegible]~~

IV. SIGNIFICANT PHYSICAL OR CHEMICAL PROPERTIES IN USE

A. Bulk Density (grams/cc)

Screen Size	Minimum Individual	Minimum Lot ($\bar{X}$)	Nominal	Maximum Lot ($\bar{X}$)	Maximum Individual
1/8"	.33	.37	.42	.47	.51
~~[illegible]~~	~~[illegible]~~	~~[illegible]~~	~~[illegible]~~	~~[illegible]~~	~~[illegible]~~
1/64"	.61	.65	.68	.71	.75

Neither "E" nor 1/32" available

Prix: 75¢/lb

This specification is subject to change without notice

OWENS-CORNING FIBERGLAS CORPORATION TOLEDO, OHIO 43659

*Trademark of Owens-Corning Fiberglas Corporation

IV. SIGNIFICANT PHYSICAL OR CHEMICAL PROPERTIES IN USE - cont'd

B. Sieve Analysis - 1/8"

Screen Number	Minimum Individual*	Minimum Lot ($\bar{X}$)**	Nominal	Maximum Lot ($\bar{X}$)**	Maximum Individual*
6	0	0	0	0	0
12	-	-	Trace	-	-
20	0.3	4.0	9.1	14.2	18.0
40	22.7	25.8	33.3	40.8	43.9
70	26.0	27.9	33.8	39.7	41.6
Pan	7.8	11.5	20.5	29.4	33.1

C. Sieve Analysis - 1/32"

Screen Number	Minimum Individual*	Minimum Lot ($\bar{X}$)**	Nominal	Maximum Lot ($\bar{X}$)**	Maximum Individual*
6	0	0	0	0	0
12	0	0	0	0	0
20	0	0	0	0	0
40	-	-	Trace	-	-
70	15.2	23.3	37.3	51.3	58.3
Pan	39.1	46.0	60.4	74.8	81.7

D. Sieve Analysis - 1/64"

Screen Number	Minimum Individual*	Minimum Lot ($\bar{X}$)**	Nominal	Maximum Lot ($\bar{X}$)**	Maximum Individual*
6	0	0	0	0	0
12	0	0	0	0	0
20	0	0	0	0	0
40	-	-	Trace	-	-
70	0.7	5.1	21.0	37.3	41.6
Pan	56.8	60.9	76.7	92.5	96.7

* An individual test consists of a single 50 gram specimen.

** The lot values indicated represent the average expected when any lot is sampled and tested according to Section V provided that 10 or more individual specimens are averaged.

V. STATISTICAL SAMPLING - SHIPMENT ACCEPTANCE

Statistical sampling for all properties shall be conducted with the sample size and acceptance criteria as specified in Mil-Std. 105 (latest issue), Inspection Level II, normal sampling at a 1.5% AQL (unit of sampling, carton or box).

VI. VISUAL PROPERTIES OF PRODUCT

Each box will be essentially free of foreign matter (over 1/32" in diameter). Overall shipment visual quality will be evaluated per Section V.

VII. TEST METHODS

A. Bulk Density - W-02Cc
B. Sieve Analysis - D-12B
C. Foreign Matter - Visual Inspection

VIII. PACKING AND IDENTIFICATION

All cartons are to be of sufficient strength to protect the contents during shipment and in stores.

A. Packaging

Closed top carton and polyethylene bag - 50 pounds per carton.
Tolerance on carton weight - plus 0.5, minus 0.0 pounds.

B. Identification

Each carton shall bear a content label similar to the one shown below:

FIBERGLAS	FLAKE
TYPE C	
MILLED 1/64	GROSS
NO. MOO SCREEN	52.8
	TARE
Product Code	
74X58195	2.8
	NET
Customer Code	
	50.0
	DATE
OWENS-CORNING FIBERGLAS CORPORATION HUNTINGDON, PA. 08	

The data on above label is for illustration purposes only.

IX. SPECIFICATION APPROVAL

C. C. Bancroft (*)
C. C. Bancroft, Manager
Corrosion Resistant
FRP Marketing Section

(*) [illegible] on file

ANNEXE B

Spécifications des appareils utilisés

Malaxeur à tête de mélange interne

The Half Size Roller mixer is similar in blade design to the standard roller mixers. However, the volume of the mixer is reduced to 30 ml. The Half Size mixer is used when torque limitations prevent the use of the full size mixer, or when very small samples are desired.

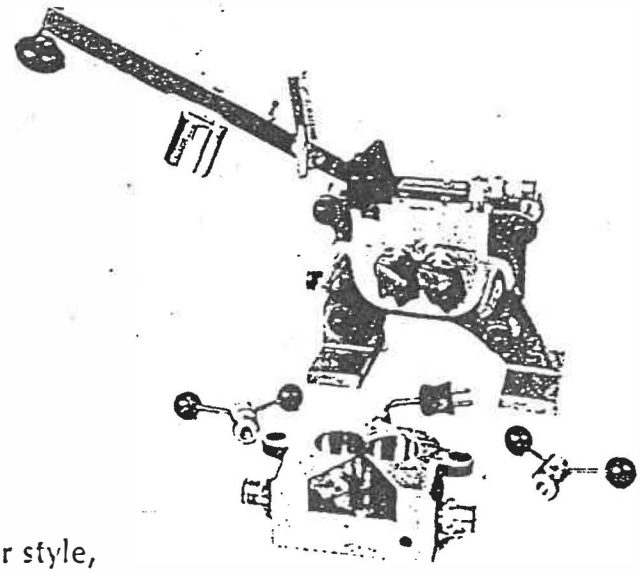
The Half Size is used throughout the thermoset industry for analysis of phenolic and other highly filled thermosetting materials. It is used for engineering and other rigid thermoplastics.

Both thermal-liquid and electrically heated models are available, and both are equipped with removable blades (for easy cleaning), stock temperature thermocouple, and nitrogen injection ram closure. A quick loading ram chute with pistons and dead weight is available as an optional accessory.

Specifications

Catalog numbers 02-56-000
02-57-000

- 316 Stainless Steel removable bowl & backstand, 30 ml
- 316 Stainless Steel removable Half-Size Roller blades, speed ratio 3:2
- Shear overload protection coupling
- Thermal liquid temperature control channels in bowl & backstand or electric heating and air cooling channels
- Stock melt temperature thermocouple, installed
- Nitrogen injection ram closure, installed



Half-Size Roller style,
thermal liquid heated

Laminoir à rouleaux parallèles

Prep Mill
Laboratory Two-Roll Mill

The C.W. Brabender Laboratory Prep-Mill is a rugged, heavy duty machine designed for small-scale milling of elastomeric and thermoplastic materials. This two-roll mill combines the features of precision construction, reliability, and serviceability into a mobile and compact milling station, insuring uniform batch to batch mixing characteristics. The Prep-Mill is designed with a special thermal flow system to insure minimum temperature gradient over the roll surfaces. Various standard safety features provide the operator with exceptional protection. To fulfill the special torque, speed and safety requirements, C.W. Brabender offers the Prep Mill with its own drive--as a self-contained Mobile Mill Station.

Features

- Stainless steel 4" x 8" rolls, polished to a mirror finish, channeled for uniform thermal liquid temperature control.
- Adjustable gap from .005" to .195".
- Standard friction ratio of 1.3:1, and other ratios can be provided.
- Precision machined roll shafts ride in heavy duty bronze bushings.
- Safety trip bar and operator kick plate with coupled electrical interlock.
- Contoured roll guides--prevent material from creeping off the rolls and into the bushings.
- Strip knife permits quick, clean removal of milled stock.
- A mixing volume of approximately 250 ml, depending on gap setting and band width.

Temperature Control

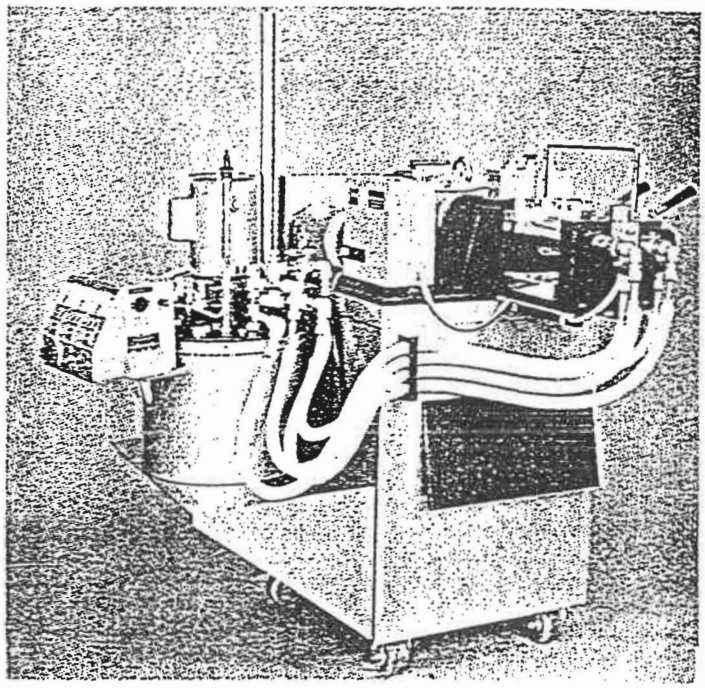
The C.W. Brabender Thermotron T-303 is ideally suited for precise control of roll temperature up to 250°C. A twin flow assembly connects the Mill rolls in parallel through insulated stainless steel tubing, insuring a constant temperature between the Mill rolls.

Specially designed to provide uniform temperature over the entire surface, the rolls have a unique channel design which directs the flow of the thermal liquid under the roll surface, over an aluminum core.

Prep Mill Drive

A heavy duty high torque system--the Prep Mill Drive provides a torque output of up to 40,000 metergrams. Speed reduction and variation are achieved through a high efficiency cyclo variator and speed reducer. A variable speed of 10-30 RPM (back roll) is the standard adjustment range; however, other speed ranges can be provided. Back Roll Speed is indicated on a calibrated dial.

The entire drive is mounted on a heavy gauge mobile cart with a foot brake. The cart includes a cabinet with a storage drawer. An optional side shelf is offered for the constant temperature circulator.



Specifications

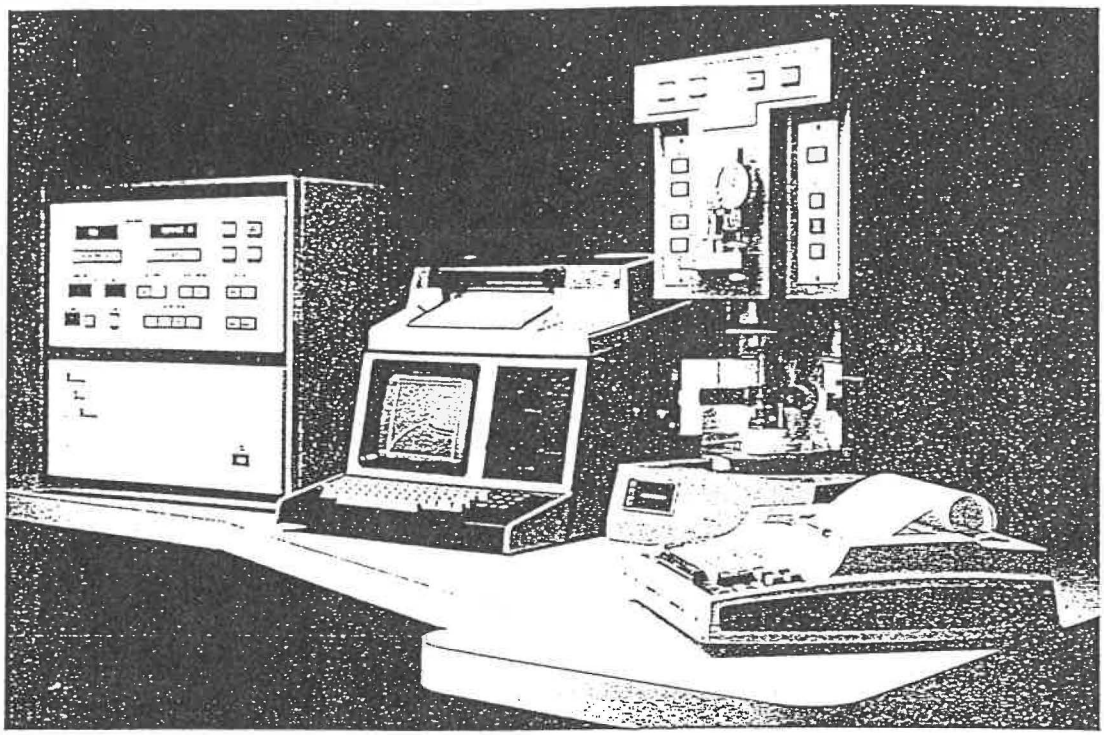
Catalog #s

02-24-000	Prep Mill Laboratory 2-Roll Mill Station, including Mill Drive Model PM-2000 with 230 Volt, 60 Cycle, 3 Phase, 2.0 HP Motor.
08-00-882	Side-Shelf. Installed on Prep-Mill Drive for Thermotron Model T-303.
10-01-000	Thermotron Model T-303
10-12-000	Twin Flow Assembly
10-00-098	Tubing, Flexible, Stainless Steel, Temperature Insulated, 5 ft. long x 3/8" I.D.

Machine de traction

SPECIFICATIONS	MODEL 4201
Capacity	5 kN (1125 lbs.)
Force Rating (Tension and compression below moving crosshead)	5 kN up to 500mm/min. (20 in./min.)
Load Range (using interchangeable 2512 Series cells)	0.1N to 5 kN (10g to 1125 lbs.)
Load Weighing System accuracy at digital readout accessory or analog output	± 1% of reading to 1/50 of load cell capacity. ± 1 count on the display.
Strain measuring system accuracy at digital readout accessory or analog output	± 0.6% of reading ± transducer linearity. ± 1 count on the display.
Position measurement accuracy (no load) Position measurement repeatability (no load)	± 0.1mm (0.004 in.) or ± 0.15% of displacement ± 0.05mm (0.002 in.)
Crosshead speed range Crosshead speed accuracy	0.5 to 500mm/min. (0.02 to 20 ipm) ± 0.2% over 100mm (4 in.)
Return Speed	1000mm/min. (40 in./min.)
Crosshead Guidance	0.2mm/100mm, 0.4mm throughout full travel (0.008 in./4 in., 0.016 in., throughout full travel) TIR relative to vertical axis (no load).
Machine stiffness	28 kN./mm(160,000 lbs./in.)
Crosshead Travel (with screw covers and base adapter excluding optional grips and fixtures)	1100mm (46.1 in.)
Testing (sample) space	
Lateral	412mm (16.2 in.)
Front to back	unlimited
Frame Dimensions	
Height	1660mm (65.4 in.)
Width	770mm (30.3 in.)
Depth	620mm (24.4 in.) (requires 100mm (3.93 in.) clearance behind unit)
Weight	163 kg (359.4 lbs.)
Console Dimensions	
Height	285mm (11.2 in.)
Width	540mm (21.3 in.)
Depth	535mm (21.1 in.) (requires 75mm (3 in.) clearance behind unit)
Weight	28 kg (61.7 lbs.)
Power requirements	
Voltage	100/120/220/240 volts ± 10%, single phase
Frequency	47/63 Hz
Power	1440 VA max.
Environmental Requirements	
Operating Temperature	10° to 30°C (can be field adjusted for use up to 38°C)
Storage Temperature	-30°C to + 50°C
Humidity	10% to 90% (noncondensing)

The models 4201, 4202 meet ASTM E4. They also meet ASTM E83 Class B1 and Class C with certain Instron extensometers.



Rhéomètre à contrainte constante (Rheometrics)

Specifications

Shear Stress:	1.6 to 3,200 Pa*
Torque:	0.05 to 100 g-cm
Temperature:	Room to 350°C, stability ±0.5°C
Angular Resolution:	20 μrad
Sampling Rate:	0.02 s
Data Output:	Strain vs. time Creep compliance vs. time Recoverable compliance vs. time
Standard Test Fixtures:	25mm Parallel Plates
Stress Servo Type:	Two phase 400 Hz drag-cup motor operating in constant current mode. Supported axially and radially by precision low mass air bearing.
Command Stress Accuracy:	Within 1% of selected stress between 1 and 100 g-cm torque when equilibrated and calibrated. Within 2% of selected stress between 0.1 and 1 g-cm torque when equilibrated and calibrated.

*Shear stress range will depend on fixture geometry. Range given refers to 25mm Parallel Plates.

ANNEXE C

Calcul du module d'élasticité

Le module d'élasticité est donné par la pente de la courbe contrainte-déformation dans la partie linéaire à l'origine:

$$E = \frac{\Delta\sigma}{\Delta\epsilon} = \frac{\Delta\sigma}{(\Delta L/L_0)\ V_é/V_p}$$

où:

σ = contrainte

ϵ = allongement

$\Delta L = L - L_0$

L_0 = longueur initiale de l'échantillon.

$V_é$ = vitesse d'étirement de l'échantillon.

V_p = vitesse de déroulement du papier.

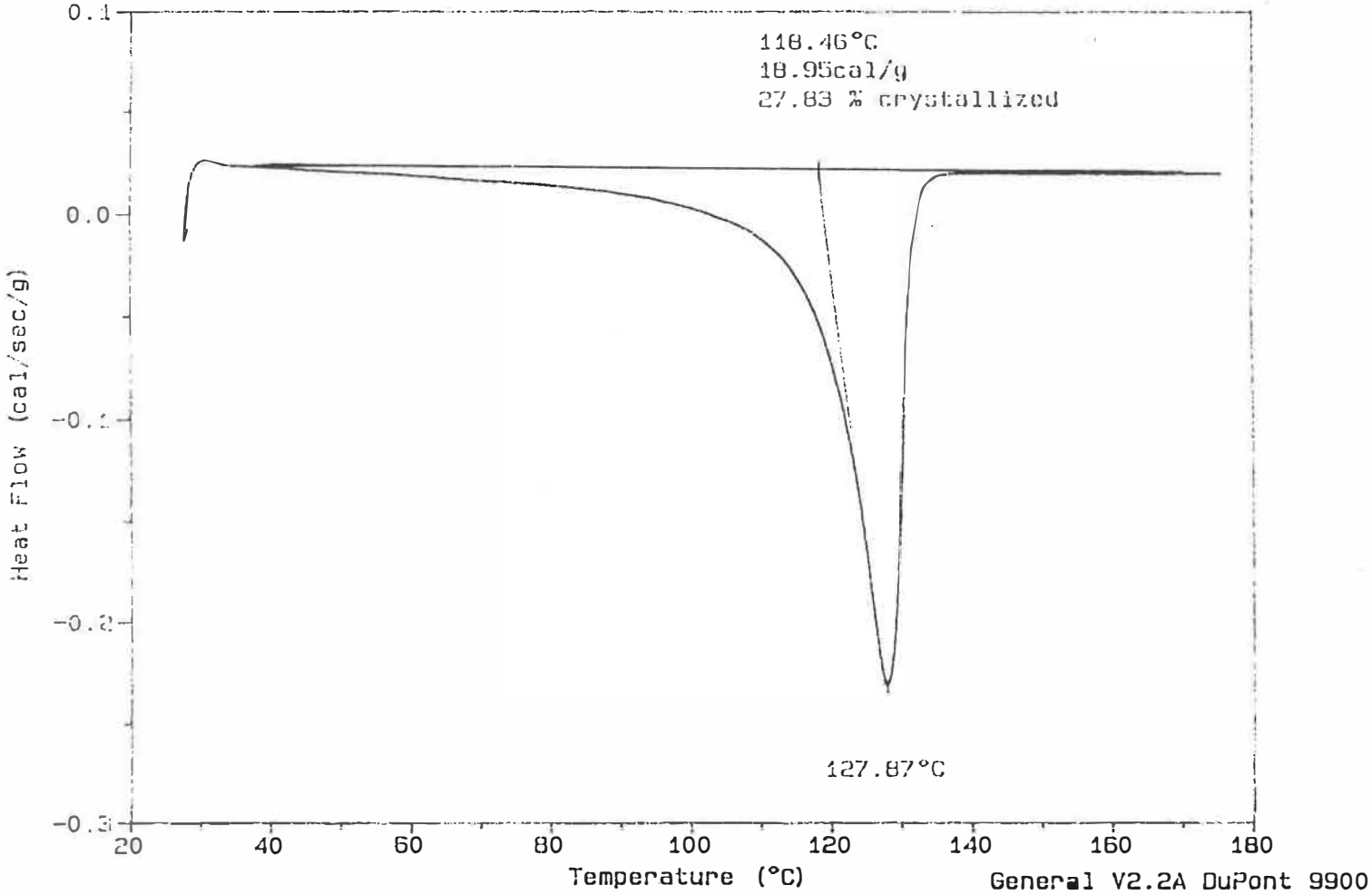
ANNEXE D

Thermogramme (D.S.C.)

Sample: PELTO
Size: 11.7700 mg
Method: MARIA ELENA
Comment: PEREFERENCELTO%

DSC

File: PELTO%.02
Operator: MARIA ELENA
Run Date: 10/03/88 15:30



General V2.2A DuPont 9900

ANNEXE E

Résultats expérimentaux

concentration de renfort (% en poids)	module d'élasticité (MPa)	contrainte au seuil d'élasticité (MPa)
0	1015 (± 89)	22.76 (± 0.57)
20	1193 (± 206)	19.74 (± 1.77)
30	1340 (± 195)	22.09 (± 1.13)
40	2022 (± 251)	23.53 (± 1.64)
50	2836 (± 259)	23.19 (± 0.94)
	allongement au seuil d'élasticité (%)	allongement à la rupture (%)
0	7.62 (± 0.51)	710.3 (± 36.8)
20	5.49 (± 0.45)	44.05 (± 21.17)
30	3.94 (± 0.39)	12.61 (± 3.60)
40	2.60 (± 0.31)	5.86 (± 1.53)
50	1.39 (± 0.16)	2.49 (± 0.50)

Tableau E-1. Résultats des essais de traction pour le composite PEHD-mica, préparé avec le malaxeur à chambre de mélange. Pression lors du moulage: 9 MPa.

concentration de renfort (% en poids)	module d'élasticité E (MPa)	contrainte au seuil d'élast. (MPa)
0	969 (± 59)	23.13 (± 0.55)
20	1696 (± 168)	25.08 (± 1.17)
30	1949 (± 297)	22.92 (± 1.09)
40	2476 (± 323)	22.63 (± 0.59)
50	2820 (± 300)	21.76 (± 0.64)
	allongement au seuil d'élast. (%)	allongement à la rupture (%)
0	7.62 (± 0.20)	644.2 (± 89.1)
20	5.49 (± 0.27)	44.57 (± 10.23)
30	3.78 (± 0.33)	9.92 (± 1.53)
40	2.45 (± 0.21)	4.80 (± 0.79)
50	1.60 (± 0.17)	2.93 (± 0.82)

Tableau E-2. Résultats des essais de traction pour le composite PEHD-mica, préparé avec le malaxeur à chambre de mélange. Pression lors du moulage: 17 MPa.

concentration de renfort (% en poids)	module d'élasticité E (MPa)	contrainte au seuil d'élast. (MPa)
0	932 (± 9)	18.70 (± 1.00)
20	1742 (± 95)	23.44 (± 1.49)
30	1913 (± 103)	24.18 (± 0.98)
40	2302 (± 135)	23.53 (± 1.17)
50	2646 (± 164)	21.98 (± 1.50)
	allongement au seuil d'élast. (%)	allongement à la rupture (%)
0	6.91 (± 0.28)	661.1 (± 70.3)
20	4.39 (± 0.18)	56.91 (± 53.83)
30	3.33 (± 0.17)	
40	1.86 (± 0.19)	
50	1.17 (± 0.16)	1.94 (± 0.17)

Tableau E-3. Résultats des essais de traction pour le composite PEHD-mica, préparé avec le malaxeur à chambre de mélange. Pression lors du moulage: 35 MPa.

concentration de renfort (% en poids)	module d'élasticité E (MPa)	contrainte au seuil d'élast. (MPa)
0	932 (± 9)	18.70 (± 1.00)
20	1610 (± 41)	20.61 (± 1.15)
30	1998 (± 153)	19.98 (± 1.86)
40	2286 (± 50)	17.86 (± 1.46)
50	3127 (± 175)	18.59 (± 1.91)
	allongement au seuil d'élast. (%)	allongement à la rupture (%)
0	6.91 (± 0.28)	661.1 (± 70.3)
20	4.81 (± 0.34)	79.44 (± 63.40)
30	3.10 (± 0.19)	
40	1.96 (± 0.20)	6.37 (± 1.27)
50	1.17 (± 0.10)	

Tableau E-4. Résultats des essais de traction pour le composite PEHD-mica, préparé avec le malaxeur à chambre de mélange. Pression lors du moulage: 35 MPa. Paillettes tamisées.

concentration de renfort (% en poids)	module d'élasticité E (MPa)	contrainte au seuil d'élast. (MPa)
0	932 (± 9)	18.70 (± 1.00)
20	1725 (± 69)	18.48 (± 1.14)
30	1930 (± 56)	16.87 (± 0.63)
40	2512 (± 165)	16.60 (± 1.10)
50	3102 (± 167)	14.92 (± 1.62)
	allongement au seuil d'élast. (%)	allongement à la rupture (%)
0	6.91 (± 0.28)	661.1 (± 70.3)
20	4.73 (± 0.23)	85.48 (± 24.68)
30	3.21 (± 0.38)	16.58 (± 8.54)
40	1.96 (± 0.25)	5.64 (± 0.90)
50	1.19 (± 0.12)	3.02 (± 0.30)

Tableau E-5. Résultats des essais de traction pour le composite PEHD-mica, préparé avec le malaxeur à chambre de mélange. Pression lors du moulage: 35 MPa. Plaques pliées.

concentration de renfort (% en poids)	module d'élasticité E (MPa)	contrainte au seuil d'élast. (MPa)
0	945 (± 94)	22.58 (± 0.56)
20	1616 (± 111)	22.17 (± 1.64)
30	2061 (± 251)	22.38 (± 0.69)
40	2425 (± 255)	21.73 (± 0.80)
50	3043 (± 251)	19.89 (± 1.70)
	allongement au seuil d'élast. (%)	allongement à la rupture (%)
0	7.66 (± 0.34)	736.0 (± 29.5)
20	5.09 (± 0.22)	34.65 (± 19.83)
30	3.16 (± 0.37)	8.60 (± 1.47)
40	2.13 (± 0.46)	4.00 (± 0.89)
50	1.18 (± 0.16)	1.92 (± 0.50)

Tableau E-6. Résultats des essais de traction pour le composite PEHD-mica, préparé avec le laminoir à rouleaux parallèles. Pression lors du moulage: 9 MPa.

concentration de renfort (% en poids)	module d'élasticité E (MPa)	contrainte au seuil d'élast. (MPa)
0	1008 (± 105)	22.88 (± 1.03)
20	1415 (± 170)	21.65 (± 0.62)
30	1988 (± 224)	22.42 (± 0.48)
40	2494 (± 169)	21.58 (± 0.85)
50	3035 (± 305)	20.94 (± 1.26)
	allongement au seuil d'élast. (%)	allongement à la rupture (%)
0	7.72 (± 0.50)	737.0 (± 82.0)
20	5.40 (± 0.45)	37.41 (± 18.38)
30	3.44 (± 0.31)	8.85 (± 1.82)
40	2.31 (± 0.23)	5.24 (± 1.54)
50	1.45 (± 0.28)	2.11 (± 0.41)

Tableau E-7. Résultats des essais de traction pour le composite PEHD-mica, préparé avec le laminoir à rouleaux parallèles. Pression lors du moulage: 17 MPa.

concentration de renfort (% en poids)	module d'élasticité E (MPa)	contrainte au seuil d'élast. (MPa)
0	900 (± 10)	19.36 (± 0.73)
20	1566 (± 101)	22.79 (± 0.85)
30	2044 (± 105)	23.32 (± 1.02)
40	3101 (± 95)	21.82 (± 1.52)
50	3595 (± 237)	18.33 (± 1.53)
	allongement au seuil d'élast. (%)	allongement à la rupture (%)
0	6.97 (± 0.24)	695.1 (± 31.3)
20	4.75 (± 0.11)	141.3 (± 74.3)
30	2.96 (± 0.21)	
40	1.22 (± 0.13)	
50	0.85 (± 0.08)	1.29 (± 0.11)

Tableau E-8. Résultats des essais de traction pour le composite PEHD-mica, préparé avec le laminoir à rouleaux parallèles. Pression lors du moulage: 35 MPa.

concentration de renfort (% en poids)	module d'élasticité E (MPa)	contrainte au seuil d'élast. (MPa)
0	900 (± 10)	19.36 (± 0.73)
20	1458 (± 41)	16.82 (± 1.41)
30	2153 (± 148)	19.73 (± 1.39)
40	2600 (± 186)	17.07 (± 1.71)
50	3093 (± 102)	16.11 (± 2.38)
	allongement au seuil d'élast. (%)	allongement à la rupture (%)
0	6.97 (± 0.24)	695.1 (± 31.3)
20	4.01 (± 0.30)	31.98 (± 9.99)
30	2.33 (± 0.25)	6.97 (± 1.95)
40	1.58 (± 0.14)	3.19 (± 0.25)
50	0.78 (± 0.11)	1.55 (± 0.45)

Tableau E-9. Résultats des essais de traction pour le composite PEHD-mica, préparé avec le laminoir à rouleaux parallèles. Pression lors du moulage: 35 MPa. Paillettes tamisées.

concentration de renfort (% en poids)	module d'élasticité E (MPa)	contrainte au seuil d'élast. (MPa)
0	900 (± 10)	19.36 (± 0.73)
20	1696 (± 79)	18.02 (± 1.91)
30	2196 (± 169)	16.93 (± 0.64)
40	2448 (± 172)	17.41 (± 0.69)
50	3187 (± 139)	15.53 (± 1.64)
	allongement au seuil d'élast. (%)	allongement à la rupture (%)
0	6.97 (± 0.24)	695.1 (± 31.3)
20	4.15 (± 0.26)	15.31 (± 5.22)
30	3.08 (± 0.49)	7.51 (± 4.18)
40	1.56 (± 0.21)	4.72 (± 3.29)
50	0.88 (± 0.09)	1.75 (± 0.30)

Tableau E-10. Résultats des essais de traction pour le composite PEHD-mica, préparé avec le laminoir à rouleaux parallèles. Pression lors du moulage: 35 MPa. Plaques pliées.

concentration de renfort (% en poids)	module d'élasticité E (MPa)	contrainte au seuil d'élast. (MPa)
0	932 (± 9)	18.70 (± 1.00)
20	1242 (± 104)	19.96 (± 1.00)
30	1461 (± 168)	19.00 (± 1.07)
40	1674 (± 76)	17.12 (± 0.95)
50	2091 (± 262)	15.60 (± 0.69)
	allongement au seuil d'élast. (%)	allongement à la rupture (%)
0	6.91 (± 0.28)	661.1 (± 70.3)
20	6.15 (± 0.45)	150.0 (± 67.0)
30	5.44 (± 0.32)	
40	4.42 (± 0.34)	
50	2.32 (± 0.20)	

Tableau E-11. Résultats des essais de traction pour le composite PEHD-verre, préparé avec le malaxeur à chambre de mélange. Pression lors du moulage: 35 MPa.

concentration de renfort (% en poids)	module d'élasticité E (MPa)	contrainte au seuil d'élast. (MPa)
0	932 (± 9)	18.70 (± 1.00)
20	1235 (± 70)	17.09 (± 0.88)
30	1301 (± 50)	16.18 (± 1.28)
40	1520 (± 34)	13.92 (± 0.81)
50	1666 (± 97)	11.22 (± 0.67)
	allongement au seuil d'élast. (%)	allongement à la rupture (%)
0	6.91 (± 0.28)	661.1 (± 70.3)
20	6.88 (± 0.41)	332.9 (± 76.0)
30	6.40 (± 0.55)	97.63 (± 81.87)
40	5.16 (± 0.44)	21.20 (± 5.05)
50	4.71 (± 0.38)	18.82 (± 5.02)

Tableau E-12. Résultats des essais de traction pour le composite PEHD-verre, préparé avec le malaxeur à chambre de mélange. Pression lors du moulage: 35 MPa. Paillettes tamisées.

concentration de renfort (% en poids)	module d'élasticité E (MPa)	contrainte au seuil d'élast. (MPa)
0	932 (± 9)	18.70 (± 1.00)
20	1197 (± 55)	16.37 (± 0.90)
30	1250 (± 72)	14.59 (± 0.77)
40	1521 (± 85)	13.14 (± 0.42)
50	1418 (± 109)	10.26 (± 0.63)
	allongement au seuil d'élast. (%)	allongement à la rupture (%)
0	6.91 (± 0.28)	661.1 (± 70.3)
20	6.48 (± 0.32)	327.8 (± 63.8)
30	6.39 (± 0.55)	153.9 (± 114.4)
40	4.65 (± 0.35)	16.50 (± 3.60)
50	4.39 (± 0.39)	18.44 (± 4.82)

Tableau E-13. Résultats des essais de traction pour le composite PEHD-verre, préparé avec le malaxeur à chambre de mélange. Pression lors du moulage: 35 MPa. Plaques pliées.

concentration de renfort (% en poids)	module d'élasticité E (MPa)	contrainte au seuil d'élast. (MPa)
0	900 (± 10)	19.36 (± 0.73)
20	945 (± 99)	18.99 (± 0.87)
30	1134 (± 118)	17.40 (± 1.31)
40	1602 (± 73)	16.80 (± 0.73)
50	1504 (± 160)	14.98 (± 1.10)
	allongement au seuil d'élast. (%)	allongement à la rupture (%)
0	6.97 (± 0.24)	695.1 (± 31.3)
20	6.31 (± 0.91)	43.67 (± 29.66)
30	5.44 (± 0.52)	24.07 (± 8.53)
40	5.11 (± 0.45)	16.89 (± 4.94)
50	3.78 (± 0.37)	

Tableau E-14. Résultats des essais de traction pour le composite PEHD-verre, préparé avec le laminoir à rouleaux parallèles. Pression lors du moulage: 35 MPa.

concentration de renfort (% en poids)	module d'élasticité E (MPa)	contrainte au seuil d'élast. (MPa)
0	900 (± 10)	19.36 (± 0.73)
20	992 (± 40)	16.20 (± 0.86)
30	1269 (± 41)	16.78 (± 1.77)
40	1418 (± 50)	15.19 (± 1.54)
50	1404 (± 116)	13.33 (± 0.85)
	allongement au seuil d'élast. (%)	allongement à la rupture (%)
0	6.97 (± 0.24)	695.1 (± 31.3)
20	6.07 (± 0.40)	134.5 (± 64.2)
30	5.68 (± 0.51)	55.94 (± 45.2)
40	4.91 (± 0.88)	17.50 (± 7.68)
50	3.75 (± 0.29)	11.47 (± 2.47)

Tableau E-15. Résultats des essais de traction pour le composite PEHD-verre, préparé avec le laminoir à rouleaux parallèles. Pression lors du moulage: 35 MPa. Paillettes tamisées.

concentration de renfort (% en poids)	module d'élasticité E (MPa)	contrainte au seuil d'élast. (MPa)
0	900 (± 10)	19.36 (± 0.73)
20	1223 (± 62)	16.63 (± 0.61)
30	1200 (± 86)	14.96 (± 1.55)
40	1476 (± 135)	12.20 (± 1.32)
50	1793 (± 115)	11.32 (± 1.29)
	allongement au seuil d'élast. (%)	allongement à la rupture (%)
0	6.97 (± 0.24)	695.1 (± 31.3)
20	6.09 (± 0.15)	120.8 (± 89.3)
30	5.75 (± 0.55)	111.2 (± 121.7)
40	3.51 (± 0.82)	11.55 (± 2.73)
50	3.75 (± 0.75)	13.15 (± 3.89)

Tableau E-16. Résultats des essais de traction pour le composite PEHD-verre, préparé avec le laminoir à rouleaux parallèles. Pression lors du moulage: 35 MPa. Plaques pliées.

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL
3 9334 00290825 7