

UNIVERSITE DE MONTREAL

L'INFLUENCE DES PARAMETRES D'OPERATION SUR LES
PROPRIETES MECANQUES DES FILMS DE PEHD ET DE PEBDL
PRODUITS PAR EXTRUSION-GONFLAGE

par

ALLAN DOYLE

DEPARTEMENT DE GENIE CHIMIQUE

ECOLE POLYTECHNIQUE

MEMOIRE PRESENTE EN VUE DE L'OBTENTION
DU GRADE DE MAITRE ES SCIENCES APPLIQUEES (M.Sc.A.)

SEPTEMBRE 1989

c Allan Doyle



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.

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 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.

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 0-315-58172-7

UNIVERSITE DE MONTREAL

ECOLE POLYTECHNIQUE

Ce mémoire intitulé:

L'INFLUENCE DES PARAMETRES D'OPERATION SUR LES
PROPRIETES MECANQUES DES FILMS DE PEHD ET DE PEBDL
PRODUITS PAR EXTRUSION-GONFLAGE

présenté par: Allan Doyle
en vue de l'obtention du grade de : M.Sc.A.
a été dûment accepté par le jury d'examen constitué de:

M. Raymond Gauvin, D. Sc. A.

M. Danilo Klvana, Ph. D.

M. Pierre Lafleur, Ph. D.

Sommaire

La connaissance des effets reliés aux variations des paramètres d'opération sur les propriétés de la bulle et des films produits par extrusion-gonflage, peut s'avérer importante pour optimiser la production et réduire la période de pré-production associée à un nouveau produit. Le but de cette étude est donc de tenter de corréler les effets que certains paramètres d'opération ont sur les caractéristiques physiques de la bulle et du film, et sur l'ensemble des propriétés mécaniques de traction qui caractérisent un film gonflé.

Pour ce faire, une étude expérimentale a été effectuée sur des films de PEbd1 et de PEhd. Le ratio d'étirement, le débit de polymère extrudé ainsi que le débit de l'air de refroidissement ont été étudiés à trois différents niveaux, tandis que la température du polymère fondu l'a été à deux niveaux.

Les résultats concernant les caractéristiques physiques de la bulle montrent que l'effet d'une augmentation du ratio d'étirement sur la hauteur de solidification est une augmentation de celle-ci. La pression interne de la bulle (PEhd) diminue lorsque la hauteur de solidification augmente et augmente lorsque le

débit de polymère extrudé est haussé tout en gardant une même hauteur de solidification.

Nous avons observé que la cristallinité des films est accrue lorsqu'une augmentation du ratio d'étirement produit une augmentation significative de la hauteur de solidification. De plus, la cristallinité diminue lorsqu'une augmentation du débit de polymère extrudé provoque une augmentation au niveau de la température du polymère fondu.

En ce qui concerne les propriétés mécaniques de traction, il s'est avéré qu'une augmentation du ratio d'étirement dans la plage étudiée (3.5 à 5.5) diminuait significativement celles-ci. La réduction importante de l'épaisseur qui prend place dans cette plage de ratio d'étirement, entraînerait possiblement une diminution des niveaux d'orientation. Des variations au niveau du débit de l'air de refroidissement de l'ordre de 5 à 10%, et une variation de 5°C au niveau de la température du polymère fondu n'affectent pas dans son ensemble, les propriétés mécaniques de traction.

Abstract

The goal of this research is to try to correlate the effects that some process conditions have on the physical characteristics of the bubble and the film and also on the tensile properties of the film. An experimental study was conducted on LLDPE and HDPE films. The take-up ratio, the cooling air flow, the extruded polymer flowrate and the melt temperature were investigated.

The results about the bubble show that the effect of a take-up ratio increase is to raise the freeze line height. The bubble pressure (HDPE) is reduced when the freeze line is raised but it increases with a polymer flowrate increase. The crystallinity of the films could be improved by increasing the take-up ratio but it is reduced by increasing polymer flow.

Regarding the tensile properties of the films, we found that a take-up increase in the limits investigated (3.5 to 5.5) reduces them significantly. The important thickness reduction in this take-up ratio area could possibly bring an orientation decrease of the film. Cooling air flow variations of 5 to 10 %, and melt polymer temperature variations of 5°C have generally no significant effects on the whole tensile properties of the films.

Remerciements

J'aimerais remercier mon directeur de recherche, le professeur Pierre G. Lafleur, pour la supervision de mon projet de recherche et son appui constant.

J'aimerais remercier l'association des diplômés de L'Ecole polytechnique de Montréal pour leur appui financier reçu sous la forme d'une bourse d'études.

Finalement, j'aimerais remercier ma conjointe, Doris, qui m'a supporté fidèlement tout au long de ce retour aux études.

Table des matières

Sommaire	iv
Abstract	vi
Remerciements	vii
Liste des figures	xii
Liste des tableaux	xix
Nomenclatures	xxi
Chapitre	
1 Introduction	1
1.1 Le procédé d'extrusion-gonflage	2
1.1.1 Description générale	2
1.1.2 Paramètres d'opération	6
1.1.3 La mise en forme d'un film	17
1.2 Les propriétés d'un film et leurs relations avec les paramètres d'opération	29
1.2.1 Les propriétés optiques	30
1.2.2 Les propriétés mécaniques	32
1.2.3 Le rétrécissement	44
2 Objectifs	45

3	Description des équipements	47
3.1	Equipements d'extrusion	47
3.1.1	L'extrudeuse	47
3.1.2	La filière	49
3.1.3	La tour de film gonflé	51
3.2	Les instruments de mesure	57
3.2.1	Extrudeuse	57
3.2.2	Equipements périphériques	61
3.3	Equipements de caractérisation	64
3.3.1	Tests mécaniques	65
3.3.2	Cristallinité	69
3.3.3	Courbes de viscosité	71
4	Méthode expérimentale et analyse statistique	72
4.1	Méthode expérimentale	72
4.1.1	Les paramètres d'opération étudiés	72
4.1.2	Les variables opératoires fixées	87
4.1.3	Le plan expérimental	88

		x
4.2	Analyse statistique	89
4.2.1	Détermination des erreurs expérimentales	89
4.2.2	L'analyse des résultats expérimentaux par analyse de la variance	95
4.2.3	Analyse détaillée des tendances générales	95
5	Résultats expérimentaux	98
5.1	Effets de certaines variables opératoires sur les conditions d'opération de l'extrudeuse	99
5.1.1	Effets de la vitesse de rotation de l'extrudeuse	99
5.1.2	Effets des températures de régulation	105
5.2	Effets des paramètres d'opération sur les propriétés physiques de la bulle et du film	106
5.2.1	L'épaisseur du film	106
5.2.2	La hauteur de solidification	110
5.2.3	La largeur du film	122
5.2.4	La température de surface	123
5.2.5	La pression interne de la bulle	132

5.2.6 La cristallinité du film	141
5.3 Effets des paramètres d'opération sur les propriétés mécaniques de traction des films	147
5.3.1 Effets du ratio d'étirement	147
5.3.2 Effets du débit de l'air de refroidissement	168
5.3.3 Effets des températures de régulation	171
5.3.4 Effets du débit de polymère extrudé	173
5.3.5 Effets du type de polymère	173
6 Conclusions	175
7 Recommandations	179
Bibliographie	181
Appendices	191
Appendice A: Calcul du ratio d'étirement (RE)	192
Appendice B: Diagramme masse volumique pour le PEbd1 13J4 et pour le PEhd 16-A	195

Appendice C: Courbes de calibration de la soufflante	197
Appendice D: Plan expérimental d'une série d'expériences	198
Appendice E: Conditions d'opération de l'extrudeuse	199
Appendice F: Conditions d'opération de la tour de film gonflé et les propriétés des films	200
Appendice G: Régressions concernant les caractéristiques physiques de la bulle et du film	212
Appendice H: Régressions concernant les propriétés mécaniques de traction des films	219

Liste des figures

1.1.1-A	Représentation schématique d'une ligne de production de film gonflé	4
1.1.3	Représentation des structures macromoléculaires d'un polymère	20
	A : pelote statistique, aucune orientation	
	B : structures bi-orientées	
1.2.2-A	Diagramme contrainte-déformation	33
3.1.1-A	Extrudeuse Killion KN-175 et tour de film gonflé	48
3.1.2-A	Exemple de filière utilisée en extrusion- gonflage	50
3.2.1-A	Exemple de profil de pression développé dans l'extrudeuse	59
4.1.1-A	Courbes de viscosité pour le PEhd, 16-A de Dupont	75

4.1.1-B	Courbes de viscosité pour le PEbd1, 13J4 de Dupont	76
4.1.1	Forme de la bulle C : PEbd1 D : PEhd	83
4.1.3-B	Illustration schématique du plan expérimental	91
5.1.1-A	Effets de la vitesse de rotation de l'extrudeuse sur le débit de polymère extrudé	100
5.1.1-B	Effets de la vitesse de rotation de l'extrudeuse et des températures de régulation sur la pression en bout d'extrudeuse	102
5.1.1-C	Effets de la vitesse de rotation de l'extrudeuse et des températures de régulation sur la température du polymère fondu	103
5.2.1-A	Epaisseur des films de PEbd1 en fonction de l'inverse du produit de RE et RG	108

5.2.1-B	Epaisseur des films de PEhd en fonction de l'inverse du produit de RE et RG	109
5.2.2-A	Effets de RE, de Q_{ar} et de T_r sur la hauteur de solidification des films de PEhd	111
5.2.2-B	Effets de Q_{ar} et de T_r sur la hauteur de solidification des films de PEbd1	112
5.2.2-C	Effets du débit de polymère extrudé sur la variation de Z en fonction de la variation de Q_{ar}	117
5.2.2-D	Effets du débit de polymère extrudé sur la variation de Z en fonction de la variation de T_r	119
5.2.4-A	Effets de Q_{ar} et de T_r sur T_s pour les films de PEhd	124
5.2.4-B	Effets de RE, de Q_{ar} et de T_r sur T_s pour les films de PEbd1	125
5.2.4.C	Effets du débit de polymère extrudé sur $\Delta T_s / \Delta Q_{ar}$ pour les films de PEhd et de PEbd1	128

5.2.4-D	Effets du débit de polymère extrudé sur $\Delta T_m / \Delta T_r$ pour les films de PEhd et de PEbd1	131
5.2.4-E	Effets du débit de polymère extrudé sur T_m des films de PEhd et de PEbd1	133
5.2.5-A	Effets de Z sur la pression interne de la bulle de PEhd ($RE=3.5, 4.5, 5.5$)	136
5.2.5-B	Effets de Z et de T_r sur la pression interne de la bulle de PEhd, pour $G_p=8.1$ kg/h, et $RE=3.5, 4.5$ et 5.5	137
5.2.6-A	La cristallinité des films de PEhd en fonction de RE	143
5.2.6-B	La cristallinité des films de PEbd1 en fonction du débit de polymère extrudé	145
5.3.1-A	Effets de RE sur le module sécant d'élasticité des films de PEhd	148
5.3.1-B	Effets de RE et de T_r sur l'élongation critique DT des films de PEbd1	150

5.3.1-C	Effets de RE et de T_r sur l'élongation critique DM des films de PEbd1	151
5.3.1-D	Effets de RE sur les élongations critiques DM et DT des films de PEhd	152
5.3.1-E	Effets de RE sur les contraintes critiques DM et DT des films de PEbd1	153
5.3.1-F	Effets de RE sur les contraintes critiques DM et DT des films de PEhd	154
5.3.1-G	Effets du débit de polymère extrudé sur ($\Delta\sigma_r/\Delta RE$) pour les films de PEbd1	156
5.3.1-H	Effets de RE sur les élongations à la rupture DM et DT des films de PEhd	158
5.3.1-I	Effets de RE sur les élongations à la rupture DM et DT des films de PEbd1 à des G_p de 6.8 et 8.1 kg/h et des $T_r=190$ et 185°C	159
5.3.1-J	Effets de RE et de T_r sur les élongations à la rupture DM des films de PEbd1 à un G_p de 9.6 kg/h	160

5.3.1-K	Effets de RE et de T_r sur les élongations à la rupture DT des films de PEbd1 à un G_p de 9.6 kg/h	161
5.3.1-L	Epaisseur des films de PEhd en fonction de RE	166
5.3.2-A	Effets de Q_{ar} et de T_r sur les modules sécants d'élasticité des films de PEbd1	169
5.3.4-A	Effets du débit de polymère extrudé sur les modules sécants d'élasticité des films de PEbd1	174

Liste des tableaux

1.1.2-A	Propriétés typiques du PEbd, du PEbd1 et du PEhd	8
3.3.1-A	Conditions régissant les tests mécaniques	68
4.1.1-A	Niveaux de p_m étudiés	80
4.1.1-B	Niveaux de RE étudiés	81
4.1.1-C	Niveaux de p_m étudiés	85
4.1.1-D	Niveaux de Q_{ar} étudiés	86
4.1.3-A	Matrice 3 X 3 d'une étape	90
4.2.1-A	Valeurs moyennes et erreurs expérimentales associées aux propriétés mécaniques	93
5.2.6-A	Cristallinité des films produits	147
5.3.1-A	Epaisseur des films de PEhd en fonction de RE	164

xx

5.3.2-A Influence du débit de polymère extrudé sur
($\Delta E_s / \Delta Q_{e,r}$)

168

Nomenclature

A_0	: Aire d'écoulement de la sortie de la filière (m^2)
b	: Ordonnée à l'origine d'une régression linéaire
C	: Cristallinité (%)
C_p	: Chaleur spécifique ($kJ/kg\ ^\circ C$)
D_b	: Diamètre final de la bulle (mm)
D_f	: Diamètre de la filière (mm)
DM	: Direction machine
DT	: Direction transversale
E	: Module d'élasticité de Young (MPa)
E_s	: Module sécant d'élasticité à $\epsilon = 2.5\%$ (MPa)
G_p	: Débit massique de polymère extrudé (kg/h)
H	: Epaisseur du film (μm)
H_f	: Epaisseur de l'ouverture de la filière (μm)
ΔH_c	: Chaleur de fusion (J/g)
h	: Coefficient de transfert thermique par convection ($W/m^2 \cdot ^\circ C$)
I	: Ampérage du moteur de l'extrudeuse (A)
IF	: Indice de fluidité (g/10 min)
L/D	: Ratio de la longueur et du diamètre d'une vis d'extrusion
m	: Pente d'une régression linéaire
M_0	: Moment ou couple exercé sur l'arbre d'entraînement de la vis de l'extrudeuse ($N \cdot m$)
$\overline{M}_w/\overline{M}_n$	: Distribution de la masse moléculaire

N_e	: Vitesse de rotation de l'extrudeuse (tpm)
N_{re}	: Vitesse de rotation des rouleaux d'entraînement (tpm)
N_s	: Vitesse de rotation de la soufflante (tpm)
n_i	: Nombre d'observations associées à une moyenne i
n	: Nombre d'observations associées à une régression
P_b	: Pression de la bulle (mm d'eau)
P_e	: Pression en bout d'extrudeuse (MPa)
p_s	: Position du potentiomètre de la soufflante ($x/60$)
p_{re}	: Position du potentiomètre des rouleaux d'entraînements (%)
PE	: Polyéthylène
PEbd	: Polyéthylène basse densité
PEbd1	: Polyéthylène basse densité linéaire
PEhd	: Polyéthylène haute densité
PET	: Polyéthylène téréphtalate
Q	: Chaleur à éliminer (kJ/h)
Q_{are}	: Débit d'air de refroidissement à 25°C (m^3/s)
Q_{ar}	: Débit d'air de refroidissement à T_r (m^3/s)
Q_p	: Débit de polymère (m^3/s)
R_r	: Rayon extérieur de la filière (mm)
R_i	: Rayon intérieur de la filière (mm)
R_{re}	: Rayon des rouleaux d'entraînement (m)
r	: Coefficient de régression

RE	: Ratio d'étirement
RG	: Ratio de gonflement
RH	: Ratio d'épaisseur
s	: Ecart type
s_r^2	: Carré moyen résiduel
T_{aa}	: Température de l'air ambiant (°C)
T_{ar}	: Température de l'air de refroidissement (°C)
T_g	: Température de vitrification (°C)
T_m	: Température de fonte (°C)
T_r	: Température de régulation (°C)
T_s	: Température de surface de la bulle à un point fixe de l'espace (°C)
T_{pf}	: Température du polymère fondu (°C)
t_0	: Valeur pour test de student
tpm	: Tour par minute
V_f	: Vitesse de sortie de filière du polymère (m/s)
V_{re}	: Vitesse linéaire des rouleaux d'entraînement (m/s)
V_{ara}	: Vitesse de l'air de refroidissement à 25 °C (m/s)
W	: Largeur du film plié (mm)
Z	: Hauteur de solidification (mm)
#	: Référence bibliographique
σ_c	: Contrainte critique (MPa)
σ_r	: Contrainte à la rupture (MPa)
δ	: Variance de l'erreur expérimentale
δ^2	: Erreur expérimentale

ϵ	: Déformation (%)
ϵ_c	: Elongation critique (%)
ϵ_r	: Elongation à la rupture (%)
α	: Niveau de signification (%)
β	: Degré de liberté
Ω_{pf}	: Masse volumique du polymère fondu (kg/m ³)
Ω	: Masse volumique du polymère solidifié (kg/m ³)
θ	: Angle du dièdre d'applatissage (°)
μ	: Viscosité (Pa*s)

1 INTRODUCTION

L'extrusion est un procédé qui permet la transformation et la mise en forme des polymères. Plusieurs types de produits peuvent être ainsi fabriqués tels que: profilés, corps creux (ex:bouteilles) , feuilles et films.

La production de film polymérique est une activité industrielle très importante et sa présence est surtout notée dans le domaine de l'emballage. Les principaux polymères utilisés pour fabriquer des films sont les polyéthylènes, les polypropylènes et les polychlorures de vinyle. La production de film de polyéthylène (PE) demeure cependant la plus importante à travers le monde et il est estimé que 90% de tous les films de PE sont produits par extrusion-gonflage (#1).

La première ligne de production de film par extrusion-gonflage fut brevetée aux états-Unis en 1939 (#2). Dix ans plus tard, le premier film gonflé de PEbd apparaissait sur le marché, venant concurrencer les films d'acétate de cellulose et les films de PEbd produits par "casting". Ses premières utilisations se retrouvaient surtout dans le domaine de l'emballage industriel, car le film produit à l'époque possédait une transparence relativement basse

(#3).

Le développement de nouvelles catégories de PEbd produisant un film de transparence élevée, ouvrit rapidement de nouveaux marchés aux films gonflés: préemballage de produits frais, emballage de produits textiles, de jouets, etc... L'apparition dans les années 70 des sacs à ordures fut aussi un point marquant dans la progression du film gonflé de PEbd sur le marché de consommation de grande masse. L'utilisation dans les quinze dernières années de résines plus performantes telles que le PEhd et le PEbd1, a permis aux films gonflés de polyéthylène de remplacer progressivement les sacs de papier utilisés largement dans le commerce de détail.

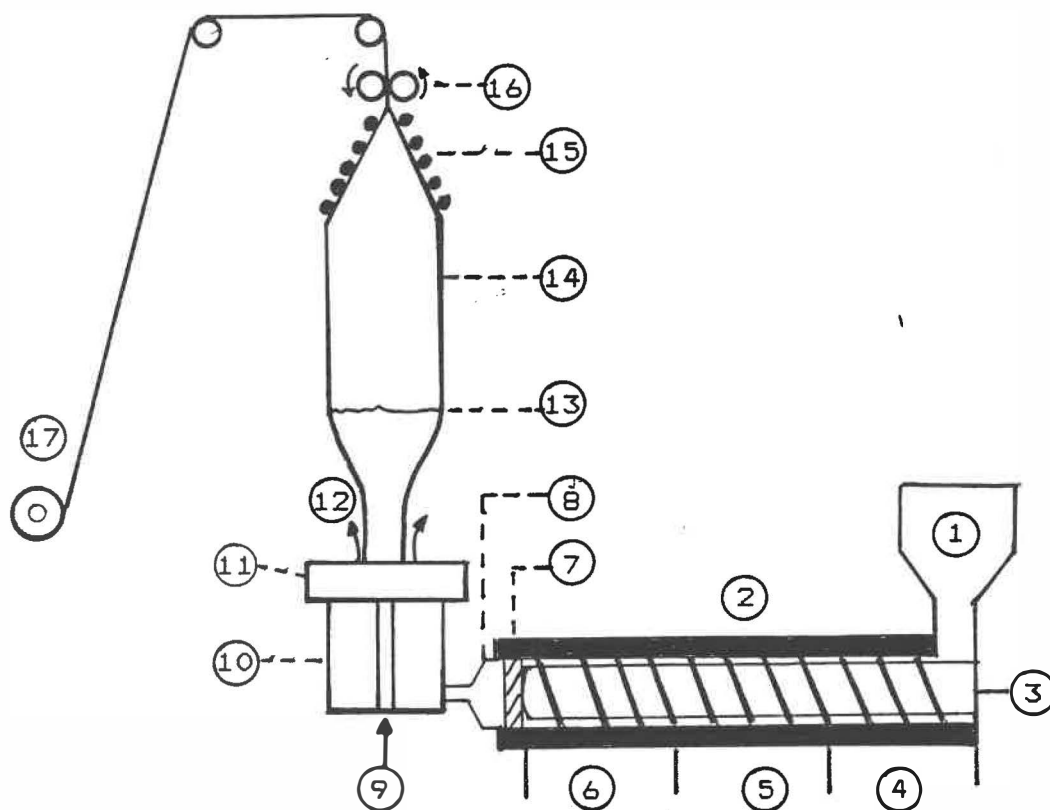
Malgré la croissance des coûts de la matière première dans les dernières années, le film gonflé de polyéthylène n'a cessé d'augmenter sa présence sur le marché. Ce phénomène est attribuable à l'amélioration du procédé et au développement de films plus résistants qui ont augmenté le potentiel d'utilisation et la rentabilité des films gonflés de PE. C'est pourquoi, dans cette présente étude, nous examinerons s'il est possible d'améliorer les propriétés mécaniques d'un film gonflé de PE en optimisant certains paramètres d'opération.

1.1 LE PROCEDE D'EXTRUSION-GONFLAGE

1.1.1 Description générale

Le procédé d'extrusion-gonflage consiste à transformer des granules de polymère en film (pellicule) polymérique dont l'épaisseur peut varier entre 6 et 250 micromètres. Pour ce faire, les granules de polymère sont tout d'abord acheminés à une extrudeuse (fig. 1.1.1-A). Une extrudeuse est composée essentiellement d'une ou de deux vis sans fin qui tournent, bien ajustées, dans un baril chauffé. Dans le cas d'extrusion de polyoléfine, une extrudeuse monovis est généralement employée.

La vis est constituée de trois zones distinctes qui joue chacune un rôle spécifique. La première zone est celle qui assure le transport des granules de polymère, de la trémie d'alimentation jusqu'à la zone de plastification. Arrivés dans la zone de plastification, les granules sont alors fondus sous l'effet combiné de la chaleur provenant du baril et de la chaleur générée par friction. Finalement, la zone en bout d'extrudeuse sert à pomper la masse de polymère fondu afin de bâtir une pression qui permettra au polymère fondu de passer à travers la filière.



- | | |
|--------------------------|-----------------------------|
| ① Trémie d'alimentation | ⑩ Filière |
| ② Extrudeuse | ⑪ Anneau de refroidissement |
| ③ Vis | ⑫ Air de refroidissement |
| ④ Zone de transport | ⑬ Ligne de solidification |
| ⑤ Zone de plastification | ⑭ Bulle |
| ⑥ Zone de pompage | ⑮ Rouleaux guides |
| ⑦ Plaque de restriction | ⑯ Rouleaux d'entraînement |
| ⑧ Collet et adaptateur | ⑰ Rouleau de réception |
| ⑨ Air de gonflement | |

figure 1.1.1-A : Représentation schématique d'une ligne
d'extrusion-gonflage

La filière employée en extrusion-gonflage joue deux rôles. Premièrement, elle change la direction de l'écoulement du polymère fondu qui provient de l'extrudeuse de façon horizontale pour l'orienter dans le sens vertical. Deuxièmement, la géométrie annulaire de la sortie de la filière, force le polymère fondu à prendre une forme tubulaire. Le cylindre de polymère fondu ainsi formé est pincé et tiré par les deux rouleaux d'entraînement qui sont localisés tout au haut de la tour (fig:1.1.1-A, #16).

Le centre de la filière est traversé par une canalisation d'air qui permet l'introduction d'une certaine quantité d'air à l'intérieur du cylindre de polymère. Une fois pincé par les rouleaux d'entraînement, le cylindre de polymère est fermé de façon hermétique. Il est alors possible de gonfler ce cylindre en introduisant de l'air comprimé à l'intérieur, et ainsi de former une bulle de polymère. Une réduction d'épaisseur de la paroi du tube extrudé accompagne alors l'expansion de la bulle.

Un système de refroidissement à l'air, localisé à la sortie de la filière, assure le refroidissement de la bulle. Au haut de la tour, un dièdre d'aplatissement formé de rouleaux guides (fig. 1.1.1-A, #15) sert à écraser progressivement la bulle de polymère refroidi, de façon à

éviter la formation de plis dans le film. Finalement, le film plat obtenu lors du passage de la bulle entre les rouleaux d'entraînement, est enroulé sur un cylindre de réception.

Le film peut, par la suite, être imprimé s'il a reçu préalablement un traitement de surface. Le traitement de surface, réalisé habituellement à l'aide de décharges électriques, est nécessaire pour assurer une adhésion satisfaisante entre l'encre et la surface du film; la surface de la plupart des films polymériques étant inerte à cause de leur caractère non-polaire, il est impossible d'obtenir une liaison chimique ou mécanique entre la surface et l'encre sans pré-traitement (#3). Finalement, le film peut être transformé en sacs en le coupant dans le sens transversal et en scellant une extrémité ou encore être coupé dans le sens longitudinal pour former un film plat à une épaisseur.

1.1.2 Paramètres d'opération

Une opération d'extrusion-gonflage est complètement décrite par un ensemble de paramètres d'opération. Ce sont souvent des ratios ou des valeurs adimensionnelles qui

permettent de comparer plusieurs opérations différentes. Dans le cas de l'extrusion-gonflage, les paramètres d'opération sont: le type de polymère, le débit de polymère extrudé, la température du polymère fondu, le ratio d'étirement, le ratio de gonflement et la hauteur de solidification. Cependant, il est important de noter que ces paramètres ont souvent des inter-relations complexes (#4).

a) le type de polymère:

Il existe des centaines de grades différents de polyéthylène pouvant être utilisés dans le procédé d'extrusion-gonflage. Dans l'industrie, ces grades se distinguent généralement par quatre critères (#1):

- le procédé de fabrication
- l'indice de fluidité (IF)
- la distribution de la masse moléculaire ($\bar{M}_w/\bar{M}_n$)
- la densité

Ainsi, trois grands types de PE peuvent être fabriqués dépendant du procédé et des conditions d'opération employés. Il s'agit de PE basse densité, du PE basse densité linéaire et du PE haute densité. Le tableau 1.1.2-

A présente les différences majeures que l'on peut observer entre ces trois grandes catégories de PE qui sont typiquement utilisées pour la fabrication de film gonflé.

Tableau 1.1.2-A: Propriétés typiques du PEbd, du PEbd1 et du PEhd (#1,5)

Polymère :	PEbd	PEbd1	PEhd
Propriétés des résines			
Densité (g/cm ³)	0.915-0.935	0.918-0.938	0.940-0.965
IF (°C/N) (g/10min)	(190/2.16) 0.2-4.0	(190/2.16) 0.3-2.0	(190/21.6) 8-12
$\bar{M}_w/\bar{M}_n$	6-20	3-6	6-15
C (%)	45-55	50-60	60-75
Branches: (z/1000C) ₍₁₎ - courtes	15-30	15-25	0.5-3
- longues	0.5-5	0	0
Propriétés des films			
Perméabilité vapeur d'eau (g/m ² /24h)	3	----	1 à 1.5
Résistance à la déchirure (N/100mm)	8	----	27 à 32
σ_r (MPa)	15-20	----	35-45
ϵ_r (%)	600	----	450-650

note 1: nombre de branches pour 1000 atomes de carbone

Le PEbd: ce polymère est produit à partir de l'éthylène par un procédé à haute pression. La polymérisation radicalaire qui prend place dans ce procédé, crée un polymère fortement branché. Le niveau élevé de branchement du PEbd lui confère une densité et une cristallinité (C) plus faibles que les autres types de PE. Ses longues branches interfèrent en effet dans le processus de cristallisation. Son bas niveau de cristallinité produit un film plus transparent que les autres PE mais il est aussi moins résistant.

Le PEhd: étant fabriqué par l'entremise d'un catalyseur, le PEhd est produit à plus faible température et pression que le PEbd. Le niveau de branchement étant significativement réduit dans ce procédé, sa structure est très linéaire. Il en résulte une densité et une cristallinité plus élevées que pour le PEbd.

Le PEbd1: ce polymère est produit par un procédé similaire à celui utilisé pour fabriquer le PEhd. Sa particularité réside dans le fait qu'il est un copolymère. Ainsi, en utilisant certaines

oléfines ,par exemple du butène, de l'hexène ou de l'octène, il est possible de produire de courtes branches (#6). Sa densité et sa cristallinité se situent entre le PEbd et le PEhd, et sa distribution de masse moléculaire (M_w/M_n) est très étroite.

L'indice de fluidité (IF) donne une idée de la viscosité et des propriétés mécaniques auxquelles on peut s'attendre d'un polymère (#1). Il nous informe aussi sur sa capacité de se faire étirer. Un polymère ayant un IF élevé possède une viscosité faible et peut être étiré facilement. Ses propriétés mécaniques à la rupture sont généralement basses.

Un polymère est composé de dizaines de milliers de chaînes polymériques de différentes longueurs. Si les chaînes possèdent toutes environ la même longueur, la distribution de la masse moléculaire ($\bar{M}_w/\bar{M}_n$) est étroite. Si, par contre, les longueurs de chaînes varient beaucoup, $\bar{M}_w/\bar{M}_n$ est alors important. Un $\bar{M}_w/\bar{M}_n$ élevé donne généralement une bonne stabilité au niveau de la bulle mais les propriétés mécaniques de traction sont plus faibles.

La connaissance de la densité du polymère permet de prévoir les propriétés mécaniques, la facilité d'étirement et les propriétés barrières du film produit. Ainsi un polymère de haute densité a généralement de meilleures propriétés mécaniques, de bonnes propriétés barrières et est plus difficile à étirer.

Il est facile de constater en examinant le tableau 1.1.2-A, comment les trois grands types de PE sont très différents. On peut aussi remarquer que, pour un même type de PE, les caractéristiques qui influencent la fabrication d'un film et ses propriétés, varient d'une façon significative.

Ainsi, le choix du polymère utilisé en extrusion-gonflage influence directement: le choix des températures de régulation, le profil des pressions développées dans l'extrudeuse, le débit massique de polymère extrudé pour une vitesse de rotation d'extrudeuse donnée, la perte de pression de la filière, les conditions d'opération de la tour de film, la puissance requise pour extruder et finalement les propriétés du produit fini.

b) le débit de polymère extrudé (G_p)

Le débit massique de polymère extrudé est déterminé principalement en sélectionnant une vitesse de rotation d'extrudeuse (N_e). Mais il est aussi influencé directement par le polymère utilisé, les températures de régulation choisies et la géométrie de la filière.

Il est bon de souligner que c'est généralement l'efficacité du système de refroidissement qui détermine le débit maximum d'une ligne d'extrusion-gonflage (#7).

c) température du polymère fondu (T_{pf})

La température à laquelle le polymère fondu sort de l'extrudeuse est une information importante. Elle nous renseigne sur la qualité d'extrusion et permet de minimiser les cas de surchauffe qui pourrait éventuellement amener une dégradation du polymère en bout d'extrudeuse.

La T_{pf} est principalement déterminée en choisissant les températures de régulation de l'extrudeuse. Elle est aussi influencée par la N_e sélectionnée et le polymère utilisé.

d) le ratio d'étirement (RE)

Le ratio d'étirement (RE) est le rapport entre la vitesse linéaire des rouleaux d'entraînement qui tirent la bulle et la vitesse de sortie de filière du polymère fondu. Ce paramètre est une indication de l'étirement longitudinal (dans la direction machine) que subit le film.

$$RE = \frac{V_{re}}{V_f} = \frac{\text{vitesse linéaire des rouleaux d'entraînement}}{\text{vitesse de sortie du polymère (filière)}}$$

Le RE est déterminé par la vitesse de rotation des rouleaux d'entraînement (N_{re}), le débit de polymère extrudé (G_p), l'ouverture spécifique de la filière et la masse volumique du polymère (ρ_{pf}) à cette température. Les détails du calcul du RE se trouvent à l'appendice A.

e) le ratio de gonflement (RG)

Le ratio de gonflement est le rapport entre le diamètre final de la bulle et le diamètre initial de la bulle, c'est-à-dire le diamètre de la filière. Ce paramètre fixe la largeur du film produit et est une

indication de l'étirement que subit le film dans la direction transversale, c'est-à-dire perpendiculairement à l'écoulement de la bulle.

$$RG = \frac{D_b}{D_f} = \frac{\text{diamètre final de la bulle}}{\text{diamètre de la filière}}$$

Des recherches effectuées par le service technique de la compagnie U.S.I (#8) ont démontré que pour des films de PEbd, un RG de 2 à 3 donnait généralement des propriétés optimales tandis qu'un RG de 3 à 5 était requis pour des films de PEhd.

f) la hauteur de solidification (Z)

Le cylindre de polymère fondu qui quitte la filière est refroidi rapidement. A une certaine hauteur au-dessus de la filière, la température du polymère est telle que les structures macro-moléculaires deviennent figées; il y a alors cristallisation d'une partie du polymère. La bulle devient habituellement plus opaque à cet endroit et il est souvent possible de distinguer une démarcation; c'est la ligne de solidification. Cette ligne de solidification est localisée à une certaine hauteur au-dessus de la filière (fig.1.1.1-A,#13). C'est cette hauteur que l'on désigne

par la hauteur de solidification (Z). Il est par contre souvent difficile de distinguer la ligne de solidification. C'est pourquoi, d'une façon pratique, la ligne de solidification est souvent définie comme étant la ligne où le diamètre final de la bulle (D_b) est obtenu (#8).

Ce paramètre est important puisqu'il détermine en grande partie la forme qu'aura la bulle et le temps que le tube extrudé aura pour compléter son expansion. Par conséquent, ce paramètre peut influencer les propriétés du film.

La hauteur de solidification dépend de l'épaisseur de l'extrudat, du débit et de la température du polymère fondu et bien sûr de l'efficacité du refroidissement. Pour une opération où G_p , $T_{p,r}$ et RE sont spécifiés, la hauteur de solidification est fixée en ajustant les paramètres du système de refroidissement.

g) le ratio des épaisseurs (RH)

Un autre paramètre qui est souvent utilisé est le ratio de l'épaisseur initiale du film (à la sortie de la filière, c'est-à-dire l'ouverture de la filière) et de

l'épaisseur finale du film.

$$RH = \frac{H_f}{H} = \frac{\text{ouverture de la filière}}{\text{épaisseur finale du film}}$$

Ce ratio représente donc la réduction d'épaisseur que le polymère subit entre la sortie de la filière et la ligne de solidification. Afin d'obtenir une bonne opération, le RH doit se situer autour de 15 (#8).

Widdleman (#9) a démontré en 1977 que le principe de la conservation de la masse imposait que RH soit lié à RE et à RG par la relation suivante:

$$RH = (RE) * (RG) \quad \text{éq. 1.1.2-1}$$

Seulement deux des trois paramètres figurants dans l'équation ci-haut doivent donc être spécifiés pour décrire une opération. En examinant les deux équations précédentes, il est bon de noter que l'épaisseur finale d'un film est inversement proportionnelle au produit de RE et RG, c'est-à-dire:

$$H = H_f / (RE * RG) \quad \text{éq. 1.1.2-2}$$

L'équation décrite précédemment repose toutefois sur certaines simplifications. Ainsi l'aire de l'ouverture de la filière est égale à $2\pi R_1 H_1$ au lieu de $\pi(R_1^2 - R_2^2)$ et le système est considéré isotherme, c'est-à-dire que $\Omega_{p1} = \Omega$. Le développement de cette relation sans simplification a été fait par Kwack (#10,11) et l'équation devient alors:

$$H = \frac{(R_1^2 - R_2^2) (\Omega_{p1})}{2 R_1 (R_G * R_E) (\Omega)} \quad \text{éq. 1.1.2-3}$$

1.1.3 La mise en forme d'un film gonflé

Les polyoléfines généralement employées en extrusion-gonflage sont des polymères semi-cristallins. Ces polymères sont en phase totalement amorphe (aucun ordre structurel) lorsqu'ils se trouvent à une température supérieure à leur température de fonte (T_m). Par contre, sous T_m , ces polymères forment une phase amorphe et une phase cristalline (ordre structurel). La structure macromoléculaire d'un film de polymère semi-cristallin est caractérisée par: 1) l'orientation de sa phase cristalline, 2) l'orientation de sa phase amorphe, 3) son degré de

cristallinité (#12).

La structure macromoléculaire finale d'un film est importante car c'est elle qui est responsable des propriétés physiques et mécaniques du film. Dans la fabrication d'un film par extrusion-gonflage, la presque totalité des phénomènes qui déterminent la structure du film, prennent place entre la sortie de la filière et la ligne de solidification. Entre ces deux points se produisent en effet le refroidissement et l'étirement bi-axial du cylindre de polymère fondu.

a) L'étirement bi-axial

Le film produit par extrusion-gonflage est un film bi-étiré, c'est-à-dire que le film est étiré dans les deux directions principales du film, soit dans la direction machine (DM), ou direction de déplacement de la bulle, et dans la direction transversale (DT), ou perpendiculaire à la direction machine. L'étirement DM est induit par la rotation des rouleaux d'entraînement tandis que le gonflement de la bulle est responsable de l'étirement DT.

La phase amorphe d'un polymère est formée de très longues chaînes moléculaires qui sont fortement entrelacées et faiblement liées entre elles. Elle ont tendance à se replier sur elles-mêmes pour former une structure rappelant une pelote de laine (fig. 1.1.3-A). A ce moment, les chaînes polymériques ne démontrent aucun ordre structural au niveau macromoléculaire. Cependant, soumises à un étirement à chaud, les chaînes polymériques sont déplacées et adoptent un arrangement plus ordonné; ils deviennent parallèles à la direction de la sollicitation qui a induit l'étirement (fig. 1.1.3-B). Une orientation distincte des chaînes polymériques résulte donc du processus d'étirement. De la même manière, les cristallites qui composent la phase cristalline s'orientent dans la direction de la sollicitation (#13). Cette orientation est toutefois plus ou moins une conséquence de l'orientation de la phase amorphe car les deux phases sont liées entre elles par des macromolécules qui sont présentes dans les deux phases (#14)

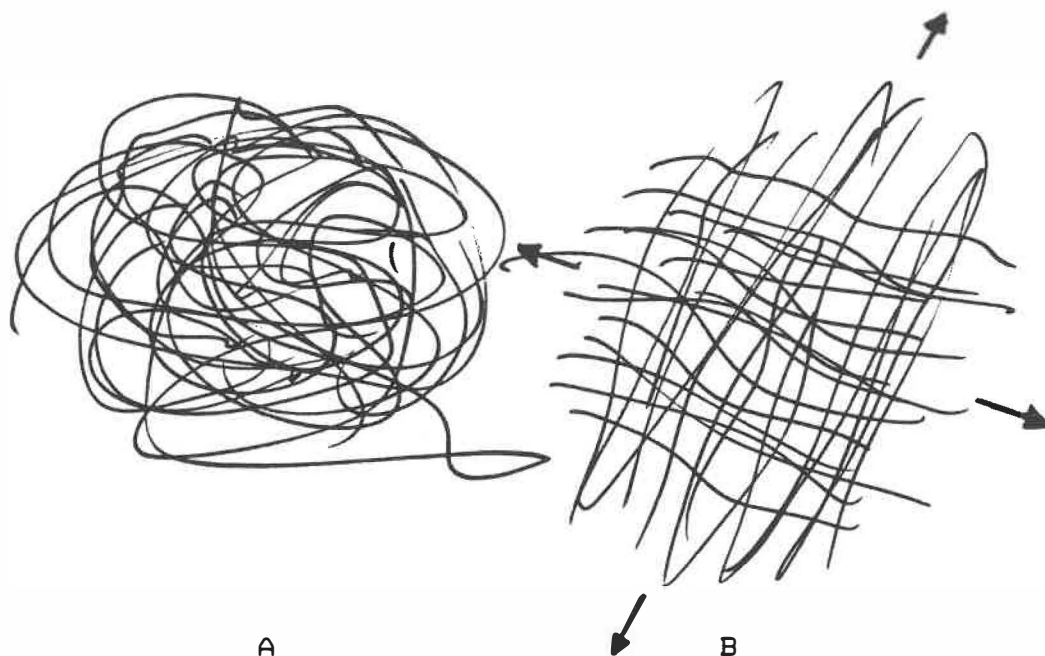


figure 1.1.3 : Représentation des structures
macromoléculaires d'un polymère

A: pelote statistique, aucune orientation

B: structure bi-orientée

L'orientation de la phase amorphe induite par étirement se produit ainsi: sous une certaine température, la température de vitrification (T_g), les chaînes polymériques sont rigides, parcontre, au-dessus de celle-ci, les chaînes polymériques acquièrent une certaine mobilité qui leur permet, soumis à une sollicitation, de se déplacer pour s'aligner dans la direction de la sollicitation.

Ce processus d'orientation sous sollicitation regroupe trois phénomènes de déformation (#15). Le premier phénomène est une déformation élastique instantanée (ϵ_1) qui est causée par l'étirement de certaines liaisons atomiques; c'est-à-dire que l'angle de valence, entre les atomes de carbone d'une chaîne polymérique, se déforme. Cette déformation est complètement récupérée lorsque la sollicitation est supprimée.

Le deuxième phénomène (ϵ_2) est celui où la pelote est étirée pour former une structure alignée dans la direction de la sollicitation (fig:1.1.3-A & B). Cet arrangement macromoléculaire plus linéaire est gelé dans la structure globale lorsque le polymère est refroidi sous T_g . Cependant, si le polymère est chauffé à nouveau au-dessus de T_g , les structures orientées reforment leurs structures originales de pelote et conséquemment, la majeure partie de l'orientation produite lors de l'étirement antérieur est perdue. Ceci démontre le caractère élastique du phénomène d'orientation (#13).

Par contre, dans les polymères semi-cristallins, la matière amorphe directement liée aux cristallites possède une mobilité beaucoup plus faible que celle qui est peu ou pas liée (#14). Ceci a pour conséquence que l'orientation

induite par sollicitation devient gelée pour les polymères semi-cristallins lorsque le polymère est refroidi d'une façon importante en-dessous de T_m (#13).

Le troisième phénomène d'orientation est associé à l'écoulement visqueux qui provoque le glissement de molécules les unes sur les autres. Ce phénomène n'est pas réversible et son importance augmente en fonction de la température. C'est ce phénomène qui est responsable de la réduction d'épaisseur du polymère.

Le deuxième phénomène (ϵ_2) est celui qui est recherché dans le bi-étirement de film. Lorsque le film est rapidement étiré à une température supérieure à T_g , ϵ_1 se produit instantanément, puis commence à récupérer lorsque ϵ_2 débute. Si le temps de réponse de ϵ_3 est assez grand, ϵ_2 est plus important que ϵ_3 . Si le film est refroidi rapidement à ce moment, la déformation ϵ_2 est solidifiée dans la structure globale. Si, par contre, l'étirement se fait à une température plus élevée, ϵ_3 devient plus grand et ϵ_2 devient relativement moins important par rapport à la déformation totale. La déformation ϵ_2 a donc davantage de temps pour relaxer durant l'étirement et perdre ainsi une partie de son orientation. L'étirement est donc un processus dynamique dans lequel l'orientation et la

relaxation des structures se produisent simultanément (#15).

Quatre conséquences découlent des notions vues précédemment:

- 1) Pour obtenir un niveau d'orientation élevé, la température à laquelle se déroule l'étirement doit être la plus basse possible. On a donc avantage à minimiser T_{pf} , et à maximiser le refroidissement.
- 2) Un taux d'étirement élevé donnera une plus grande orientation à une température (T_{pf}) et à un niveau d'étirement donnés (RE ou RG). Parce que ϵ_3 est plus lent que ϵ_2 , et que ϵ_2 a moins de temps disponible pour relaxer son orientation, ϵ_2 est donc prédominant durant un étirement rapide. Ainsi pour l'extrusion-gonflage, une hauteur de solidification basse favorise un niveau d'orientation élevé (#16).
- 3) Le niveau le plus élevé d'étirement (RE et RG) donnera l'orientation la plus importante pour une température et un taux d'étirement donnés.

- 4) Un refroidissement plus rapide préserve la plus grande quantité d'orientation obtenue. L'efficacité du refroidissement en extrusion-gonflage est donc très importante.

Un polymère orienté démontre généralement de meilleures propriétés mécaniques qu'un polymère non-orienté. Ceci résulte de l'alignement des chaînes polymériques. En effet, lors de l'alignement des chaînes, celles-ci se retrouvent plus près les unes des autres. Il est alors possible de créer de nouvelles forces d'attraction par l'entremise de leurs liaisons covalentes. Leur attraction mutuelle se trouve donc à être augmentée. Comme il y a davantage de liaisons covalentes qui doivent être brisées, le glissement d'une chaîne dans la direction d'une sollicitation est réduit. Cette attraction plus forte entre chaînes polymériques, ajoutée à la structure plus linéaire de celles-ci, font que les polymères fortement orientés ont des contraintes à la rupture et un module d'élasticité supérieurs et que leurs propriétés sont anisotropiques, c'est-à-dire qu'elles sont différentes dépendant de la direction du film dans laquelle elles sont mesurées.

Lorsque le degré d'orientation augmente dans une direction d'un film bi-étiré, les propriétés du film augmentent dans cette direction et diminuent dans l'autre (#10,15,16). Il est important de noter que pour une opération spécifique (RE = fixé), la fixation du RG est responsable du balancement des niveaux d'orientation dans les deux directions principales (#2). Cela implique que pour obtenir un film ayant un niveau d'orientation important dans le sens DM, un faible RG doit être utilisé. Plus le RG utilisé est important, plus le niveau d'orientation en DM diminue et celui en DT augmente. On a habituellement avantage en extrusion-gonflage à balancer le film afin d'avoir des propriétés mécaniques similaires dans les deux directions principales.

b) Le refroidissement

Le refroidissement du film de polymère fondu est lui aussi un phénomène très important. En fixant la hauteur de solidification (Z), le refroidissement établit le temps que le film aura à sa disposition pour se bi-étirer et diminuer son épaisseur à la valeur désirée. Ceci implique que, pour une ligne de solidification plus basse, l'étirement devra se faire plus rapidement. Le

refroidissement influence donc le profil d'étirement qui prend place entre la filière et la ligne de solidification.

De plus, les propriétés rhéologiques du polymère fondu qui influencent l'étirement du film, dépendent de la température à laquelle se trouve le polymère. Le profil de température entre la filière et la ligne de solidification étant influencé par le refroidissement, les propriétés du polymère fondu le sont aussi. Wagner (#17) a démontré que la température du polymère fondu diminuait presque linéairement en fonction de la hauteur entre la filière et la ligne de solidification.

La phase cristalline est composée d'agrégats de cristallites qui sont regroupés habituellement sous forme de spérulite (#18). Les cristallites sont de fines lamelles formées par le repliement sur elles-mêmes des chaînes polymériques. Les lamelles croissent jusqu'à former un ruban plat dont les imperfections de surface fourniront un point de germination pour d'autres lamelles. Les lamelles en croissant ont tendance à emprisonner du matériel polymérique amorphe (#13). Lorsque plusieurs rubans plats sont formés, ils se regroupent pour continuer de croître sous une forme sphérique, appelée sphérulites.

Les sphérulites contiennent donc des structures ordonnées et non-ordonnées.

La dimension des sphérulites affecte les propriétés optiques du polymère car elles sont suffisamment grosses pour faire dévier la lumière. Leur dimension, leur nombre et le pourcentage de cristallinité affectent aussi les propriétés mécaniques et les propriétés de diffusion de ces polymères. En effet, le rapprochement très intime des chaînes polymériques dans les sphérulites leur confère une densité plus élevée, une rigidité et une force axiale et transversale supérieures mais une élasticité plus faible.

Le pourcentage de cristallinité, le nombre et la dimension des sphérulites, de même que la vitesse de cristallisation dépendent fortement de la température à laquelle s'effectue la cristallisation et du niveau d'orientation macromoléculaire atteint lors de la cristallisation (#18).

En effet, une orientation des chaînes polymériques, par un étirement du polymère par exemple, favorise le processus de cristallisation. Les chaînes étant déjà relativement bien alignées et serrées entre elles, le processus de cristallisation rencontre alors beaucoup moins

de résistance.

De plus, si la température à laquelle s'effectue la cristallisation est relativement élevée, le nombre de sphérulites sera petit et leur dimension sera importante. A une température plus basse, leur nombre sera plus important mais leur dimension sera réduite. Il existe donc une température optimale où la vitesse de cristallisation est maximale. Mais, en général, on peut dire qu'un refroidissement plus lent favorise une cristallinité plus élevée (#2).

Dunning (#2) a révisé les différentes études menées sur la cristallisation et la relaxation des contraintes dans la formation d'un film. Il en conclut que la structure d'un film, de même que ses propriétés sont influencées par le comportement rhéologique du polymère fondu en-dessous de la ligne de solidification et par le procédé complexe de cristallisation qui débute sous la ligne de solidification, pour se poursuivre jusqu'au-dessus de celle-ci. Kanai et White (#19,20) ont en effet évalué pour des films de PEbd, de PEbd1 et de PEhd produits avec une hauteur de solidification de 120 mm, que la cristallisation débutait autour de 100 mm et se terminait à

environ 160 mm.

Alfrey (#21) résume la situation concernant l'orientation dans un produit extrudé en disant que l'orientation dépend de la séquence contrainte-température-temps. En révisant les récents travaux entrepris sur la cristallisation des films produits par extrusion-gonflage, il nous met en garde face à la complexité du phénomène.

1.2 LES PROPRIETES D'UN FILM ET LEURS RELATIONS AVEC LES PARAMETRES D'OPERATION

Les films produits par extrusion-gonflage sont utilisés à plusieurs fins. C'est pourquoi un film doit posséder certaines propriétés en regard de son utilisation future. Une revue des principales propriétés que l'on peut demander d'un film est présentée dans les sections suivantes. Simultanément, les effets connus de divers paramètres d'opération sur ces propriétés sont révisés.

1.2.1 Les propriétés optiques

Les propriétés optiques sont très importantes pour les films gonflés utilisés dans l'emballage. En effet, du point de vue marketing, un produit présenté dans un emballage translucide et lustré se vend habituellement mieux que celui présenté dans un emballage ennuagé et mat. Il y a deux principales propriétés optiques, l'opacité et le lustre.

a) L'opacité (haze):

L'opacité est une mesure de l'ennuagement du film. Elle est définie comme étant le pourcentage de lumière transmise qui, lors de son passage à travers l'échantillon d'un film, dévie de plus de 2.5° par rapport au faisceau incident (ASTM D1003). Un bas niveau d'opacité est souhaitable lorsque le contenu de l'emballage doit être vu.

b) Le lustre (gloss):

Le lustre mesure la quantité de lumière réfléchie par un film. Il est déterminé en mesurant la lumière qui est réfléchie d'un film au même angle que la lumière incidente. L'angle d'incidence est normalement de 45° (ASTM D2457).

Un lustre élevé est souhaitable pour les films d'emballage.

L'opacité et le lustre d'un film sont reliés principalement à deux causes. Tout d'abord le polymère fondu qui sort de la filière possède une certaine rugosité de surface qui favorise la diffusion de la lumière (#2,22). Un film rugueux a une opacité élevée et un lustre faible. La rugosité de surface est induite par le procédé de cristallisation et par la rugosité de surface de la filière. Cette dernière diminue cependant jusqu'à la ligne de solidification sous l'effet de l'étirement du film et des tensions de surface. Le deuxième phénomène qui entre en jeu est la cristallinité. Le niveau final de cristallinité du film est en effet déterminant dans le phénomène d'opacité car les cristaux font dévier la lumière de sa trajectoire.

Voici un sommaire des paramètres qui améliorent les deux propriétés optiques mentionnées précédemment, c'est-à-dire qu'ils diminuent l'opacité et augmentent le lustre (#2,8,10,23,24,25) :

- augmentation de la $T_{p\uparrow}$
- diminution de G_p
- augmentation de l'indice de fluidité
- diminution de $H_{\uparrow}$

- augmentation de RG
- augmentation de la température de la filière
- augmentation de RE
- diminution de $\bar{M}_w/\bar{M}_n$

La hauteur de solidification (Z) peut aussi influencer les propriétés optiques d'un film. Le comportement s'avère toutefois différent dépendant du type de polymère utilisé.

Les explications des effets énumérés dans cette section sont complexes et nombreuses. Elles ne seront donc pas étudiées dans ce présent travail. S.V.P. vous référez aux notes bibliographiques pour de plus amples informations.

1.2.2 Les propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques sont importantes car ce sont elles qui déterminent si un film résistera aux différents types de sollicitation mécanique qu'il pourrait rencontrer dans son utilisation future.

a) Les propriétés de traction:

Les propriétés mécaniques de traction (ASTM D-882) sont déterminées en effectuant des essais de traction sur des échantillons de géométrie spécifique (voir section 3.3.1). De ces essais de traction sont tirés des diagrammes contrainte-déformation comme celui présenté à la figure 1.2.2-A. Cinq propriétés mécaniques sont déterminées à partir de ces diagrammes et de la géométrie des échantillons. Il s'agit: du module d'élasticité (E), de la contrainte critique (σ_c), de l'élongation critique (ϵ_c), de la contrainte à la rupture (σ_r) et de l'élongation à la rupture (ϵ_r).

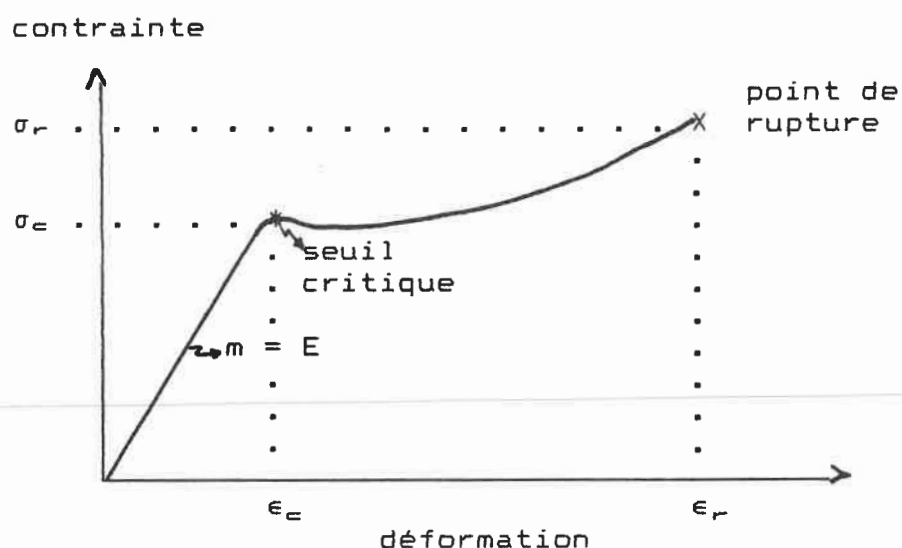


Figure 1.2.2-A Diagramme contrainte-déformation

Le module d'élasticité représente la pente de la section linéaire de la courbe de traction. C'est une mesure de la force requise pour obtenir une déformation spécifique. Il constitue par conséquent une mesure de la rigidité intrinsèque du film (#3). Dans cette région, la déformation est proportionnelle à la contrainte appliquée.

Le seuil critique, où sont déterminées la contrainte et l'élongation critique, est une mesure de la limite d'élasticité du film (#14) et il correspond au point où la striction de l'échantillon débute. Dépassé ce point, le comportement du film n'est plus proportionnel et n'est plus réversible. C'est-à-dire que, si une contrainte ou une déformation est appliquée sur le film et qu'elle est inférieure à la valeur critique, le film ne sera déformé que temporairement et reprendra ses dimensions initiales lorsque la contrainte ou la déformation sera supprimée. Par contre, si la sollicitation est supérieure au seuil critique, le film aura une déformation résiduelle. De plus, une fois le seuil critique dépassé, une petite augmentation de la sollicitation entraîne une augmentation importante de la déformation.

La contrainte critique est le quotient de la force appliquée au début de la striction de l'échantillon par la

section initiale de l'échantillon. L'élongation critique est le quotient de la déformation au seuil critique par la longueur initiale sollicitée de l'échantillon.

Selon Briston (#3), les propriétés déterminées au seuil critique sont souvent plus importantes que celles déterminées à la rupture. Elles peuvent en effet jouer un rôle significatif durant les opérations de débobinage, d'imprimerie et d'emballage. Si durant l'une de ces opérations, qui se font généralement à très grande vitesse, le film est soumis pendant un court instant à une tension supérieure à la contrainte critique, cela entraînera une distorsion non réversible. Cette distorsion affectera alors la qualité de l'imprimerie ou de l'emballage. Des emballages réalisés par étirement pourraient aussi devenir lâches.

Les propriétés à la rupture sont des informations précieuses afin de déterminer la capacité d'un film à supporter une charge sans se briser. La contrainte à la rupture est le quotient de la force appliquée au moment de la rupture par la section initiale de l'échantillon. L'élongation à la rupture correspond au quotient de la déformation lors de la rupture par la longueur initialement sollicitée de l'échantillon.

Comme les films produits par extrusion-gonflage sont anisotropiques, les propriétés mécaniques de traction doivent être déterminées pour les deux directions principales du film, soit la direction machine (DM) et la direction transversale (DT).

Comme nous l'avons vu à la section 1.1.3, les propriétés mécaniques sont déterminées principalement par l'orientation et par la cristallinité du film. Généralement, les propriétés augmentent avec une augmentation d'orientation dans la direction de la sollicitation et avec une augmentation du degré de cristallinité.

En 1971, W.R.R. Park et Jo Conrad (#15) ont rapporté des résultats concernant les propriétés mécaniques de traction pour du polypropylène, en fonction du ratio d'étirement. Les tests se sont faits avec des films qui étaient déjà complètement étirés dans le sens DT, c'est-à-dire pour un RG autour de 6.5. Ils ont trouvé, pour un RE qui varie de 1.0 à 5.0, qu'une augmentation de RE entraîne:

- une augmentation de E -DM et une diminution de E -DT.
- une augmentation de σ_e -DM et une diminution de σ_e -DT évalué à $\epsilon = 2.0\%$.

- une augmentation de σ_r -DM et une diminution de σ_r -DT.
- une diminution de ϵ_r -DM et une augmentation de ϵ_r -DT.

Rohn en 1974 a étudié les effets du RE, du RG et de la cristallinité sur des films de poly(butène-1) (#26). Il a observé qu'une diminution du rapport (RE/RG) entraînait:

- une diminution de E dans les deux directions principales, DM et DT.
- une diminution des σ_e et des σ_r dans la direction DM.
- une augmentation des σ_e et des σ_r dans la direction DT.
- une augmentation de ϵ_r -DM et une diminution de ϵ_r -DT

Il observa aussi que les σ_e augmentaient si la cristallinité ou l'orientation augmentait.

J. Y. Park en 1975 (#24) a observé, pour un PEbd et pour deux RG (2.5 et 3.5), que les σ_r -DM augmentaient et que les σ_r -DT diminuaient avec une augmentation de RE. Il faut cependant noter que la plage de RE investiguée était de 10 à 25 . Ses résultats montraient aussi que pour un RG

supérieur, passant de 2.5 à 3.5, la contrainte à la rupture diminuait dans le sens DM et augmentait dans le sens TD. Comme seulement deux RG avaient été étudiés, il n'a pu conclure à ce sujet.

Sirovic, Cvejeticanis et Catic (#16) ont étudié en 1980, les influences de certains paramètres sur les propriétés mécaniques des films de PEbd. Ils ont ainsi observé qu'une augmentation de 20°C des températures de régulation entraînait une diminution des σ_r -DM et une augmentation de ϵ_r -DM. Ils ont expliqué qu'en augmentant T_r , Z augmente et que le processus de relaxation des contraintes devient plus important, diminuant du même coup le niveau d'orientation DM. Ils ont observé le même phénomène avec une augmentation de N_e .

Leurs études menées sur des augmentations de RE et de RG ont montré que les σ_r DM et DT augmentaient tandis que les ϵ_r DM et DT diminuaient. En augmentant RE et RG, l'orientation induite par sollicitation est augmentée. De plus, comme l'épaisseur diminue, il est plus facile de refroidir le film. La hauteur de solidification est ainsi abaissée, et le temps de relaxation diminue; l'orientation augmente donc. On n'a cependant aucune information concernant la plage de RE étudiée car ils rapportent ce

paramètre uniquement en fonction de la vitesse linéaire des rouleaux d'entraînement.

Finalement, ils ont étudié l'effet d'une augmentation de Q_{ar} . Comme Z est réduit avec une augmentation de Q_{ar} , le film se refroidit plus rapidement et le processus de relaxation est moins intense. Il en résulte donc un niveau d'orientation plus élevé. Ils ont observé que σ_r -DM augmentait et que ϵ_r -DM diminuait.

Kwack, dans ses travaux de 1984 (#10), a trouvé pour un PEbd, la même relation que J. Y. Park avait observée entre la contrainte à la rupture et le RE. Cette relation a été observée pour un RG constant de 3.0 et pour une plage de RE de 7.5 à 18. De plus, il a confirmé l'observation de Park concernant la relation entre la contrainte à la rupture et le RG. Il a en effet trouvé qu'à un RE constant, la contrainte à la rupture diminuait dans le sens DM et augmentait dans le sens DT avec une augmentation de RG. Il a de plus trouvé qu'une augmentation de 20°C de la T_{gr} diminuait les contraintes DM et TD à la rupture. Par ailleurs, différentes courbes de traction sur des échantillons DM ont démontré qu'une augmentation de RE s'accompagnait d'une augmentation des modules et des contraintes critiques et à la rupture, et d'une diminution

des élongations critiques et à la rupture.

Haber et Kamal (#4), dans leurs travaux de 1987 sur la structure des films produits par extrusion-gonflage, ont étudié l'effet du RG sur les propriétés mécaniques de trois polymères, soit :PEbd, PEhd, PEbd1. Aucune relation simple n'a toutefois pu être établie.

Toshitaha Kanai (#27) en 1987 a observé que, pour du PEhd, une augmentation de RE entraînait une augmentation de la contrainte à la rupture dans les deux directions. La plage de RE étudiée était de 5 à 15.

En résumé, il semble que, d'une façon générale, les chercheurs ont trouvé jusqu'à présent qu'une augmentation de RE augmente l'orientation dans la direction DM, c'est-à-dire que σ_{r-DM} augmente et ϵ_{r-DM} diminue, et que l'orientation dans la direction DT diminue, entraînant ainsi une diminution de σ_{r-DT} et une augmentation de ϵ_{r-DT} . Une augmentation de N_z ou de T_r (T_{Pr}) diminue le niveau d'orientation en augmentant Z . Une augmentation de Q_{Pr} diminue Z , et donc augmente le niveau d'orientation. Finalement une augmentation de RG augmente l'orientation dans le sens DT mais la diminue dans le sens DM.

Il y a peu de chercheurs qui se sont attardés sur l'étude des effets des paramètres d'opération sur l'ensemble des propriétés mécaniques de traction pour différents types de polyéthylène. De plus, les quelques résultats disponibles, concernant principalement l'effet du RE sur la contrainte à la rupture, le sont souvent pour des plages très élevées de RE.

b) La résistance à la déchirure:

La résistance à la déchirure doit être testée dans les deux directions (ASTM D1922 ou ASTM D1938). D'après Dunning (#2), les résultats de ces tests sont très variables et difficiles à interpréter. Des valeurs élevées de résistance à la déchirure ont été observées pour des films dont le niveau d'orientation est bas.

D'après le " Plastics Engineering Handbook of the Society of Plastics Industry " (#28);

- une augmentation de T_{pr} entraîne une diminution de la résistance à la déchirure dans les deux directions.
- une augmentation de RG entraîne une augmentation dans la direction DT sans affecter significativement la résistance dans la direction

DM.

- une diminution de Z entraîne une diminution de la résistance dans la direction DM et une augmentation dans la direction DT.

Kanai (#27) a observé pour un PEhd que la résistance à la déchirure augmentait dans la direction DM et diminuait dans la direction DT avec une augmentation de hauteur de solidification. Il a de plus noté une diminution de la résistance à la déchirure dans le sens DM et une augmentation dans le sens DT avec une augmentation de RG.

c) La résistance à l'impact:

La résistance à l'impact peut être importante à déterminer pour plusieurs utilisations de film (ASTM D1709).

En 1978, Bergstrosm, Honkanen et Villener (#25) ont observé que la résistance à l'impact pouvait être améliorée en augmentant le débit de polymère extrudé et qu'en augmentant la T_{PT} , un point optimun pouvait être obtenu.

Selon une étude sur le PEbd1 menée par Laurence Dowd en 1984 (#23), la résistance à l'impact serait améliorée

lorsque: 1) le débit de polymère extrudé est augmenté, 2) le profil de température du baril est augmenté 3) quand le RH est augmenté.

Kanai (#27) quant à lui a observé pour un PEhd que la résistance à l'impact augmentait avec une augmentation de RE. Il a aussi trouvé que la résistance à l'impact pouvait varier avec la hauteur de solidification et le RG, et ce d'une façon différente, dépendant du balancement du film. La relation d'une augmentation de résistance à l'impact avec une augmentation de débit a aussi été observée.

Dunning (#2) rapporte qu'une amélioration de la résistance à l'impact peut être obtenue en ajustant les paramètres d'opération afin d'avoir un film le mieux balancé possible.

Finalement, Williamson (#29) a étudié les effets de l'indice de fluidité sur la résistance à l'impact. Il rapporte de son côté une augmentation de la résistance avec une diminution d'indice de fluidité. Perrar et Landerman (#30) rapportent qu'une amélioration d'impact peut être obtenue avec une distribution de masse moléculaire (M_w/M_n) plus large.

1.2.3 Le rétrécissement

La propriété de rétrécissement à la chaleur que possèdent les film produits par extrusion-gonflage est très utile dans le domaine de l'emballage. Cette propriété est déterminée dans les deux directions principales du film. L'environnement du film testé est chauffé à 115 °C et le pourcentage de rétrécissement est calculé par rapport à une longueur de film témoin, marqué sur le film.

Cette propriété est affectée principalement par le RG. S'il y a augmentation du RG, le rétrécissement à la chaleur diminue dans la sens DM et augmente dans le sens DT. Une augmentation du débit de polymère, en maintenant Z constant, de même qu'une augmentation de la masse moléculaire du polymère augmente le rétrécissement d'un film. La forme de la bulle influence aussi cette propriété.

2 OBJECTIFS

Le but de cette étude est de déterminer l'influence de certains paramètres d'opération sur l'ensemble des propriétés mécaniques de traction caractérisant des films de PEbd1 et de PEhd produits par extrusion-gonflage.

Ultimement, certaines relations pourraient être mises à jour et servir éventuellement à l'optimisation des opérations. Ces relations pourraient aussi s'avérer utiles lors de la période de pré-production. En effet une meilleure connaissance des relations régissant les propriétés mécaniques réduirait possiblement la période de pré-production où les ajustements sont généralement faits par essais et erreurs.

La démarche choisie est celle des limites industrielles; c'est-à-dire que les expériences menées dans le cadre de cette étude restent dans les limites qu'une ligne de production industrielle dicterait. Le choix des paramètres étudiés, de même que les amplitudes des variations étudiées sont donc restreintes, mais réalistes du point de vue industriel.

Objectifs principaux

Etudier les effets des paramètres d'opération d'une ligne d'extrusion-gonflage sur les propriétés mécaniques de traction des films produits et sur les caractéristiques physiques de la bulle et du film. Ce dernier élément est important puisque plusieurs observations tendent à démontrer que les propriétés mécaniques d'un film pourraient être associées à certaines caractéristiques de la bulle ou du film.

Objectifs secondaires

Etudier les effets de certains paramètres d'opération d'une ligne d'extrusion-gonflage sur les conditions d'opération de l'extrudeuse.

3 DESCRIPTION DES EQUIPEMENTS

3.1 EQUIPEMENTS D'EXTRUSION

Les prochaines sections décrivent brièvement les équipements d'extrusion qui ont été utilisés lors des expériences menées pour cette étude, de même que leur opération.

3.1.1 L'extrudeuse

La totalité des expériences s'effectue à l'aide de l'extrudeuse Killion KN-175 (voir fig. 3.1.1-A). Cette extrudeuse est équipée d'une vis de 44.5 mm (1.75 po) de diamètre possédant un ratio L/D de 24:1 et un taux de compression de trois. Cette vis à un stage de type général, est réservée surtout à l'utilisation des polyoléfines. La température du baril est contrôlée à l'aide de trois zones de chauffe qui sont couplées à un système automatique de refroidissement à l'air.

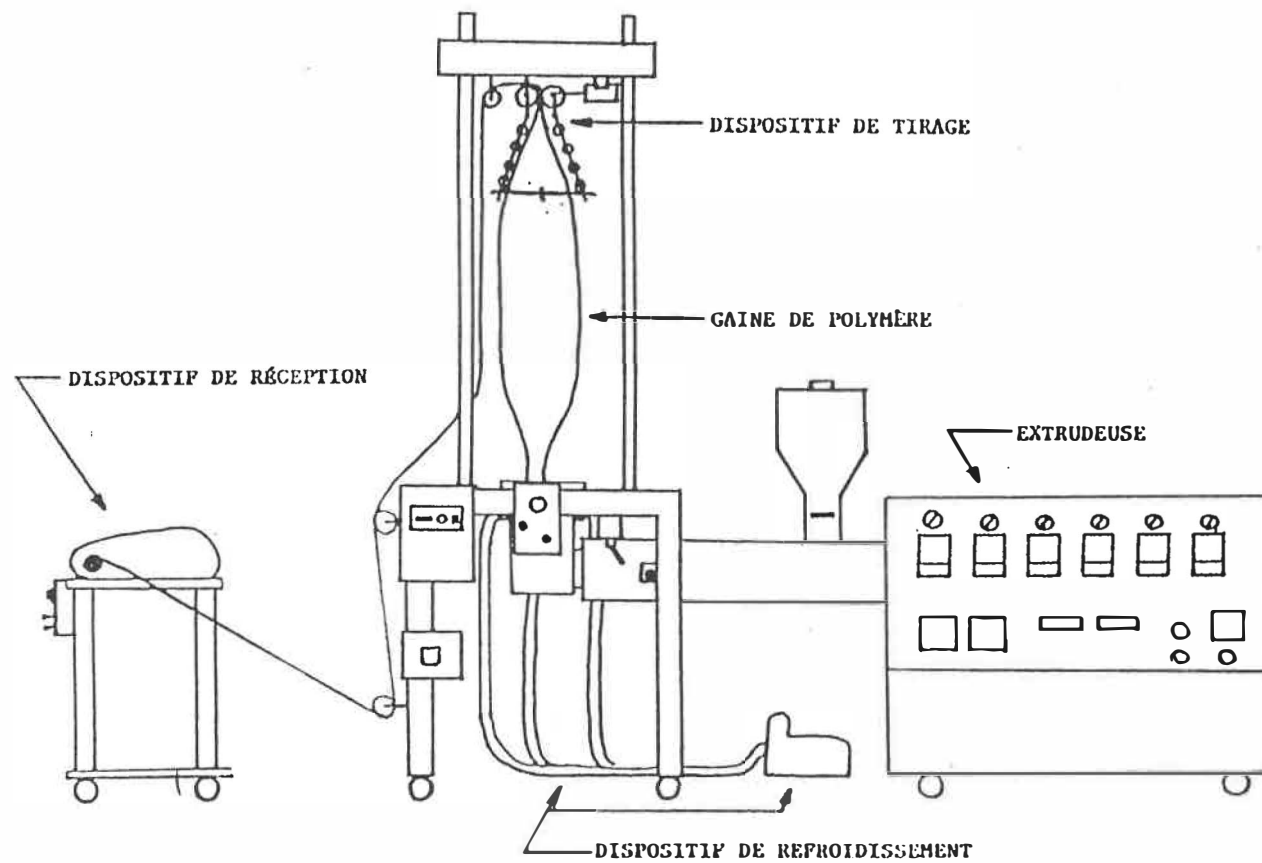


Figure 3.1.1-A: Extrudeuse Killion KN-175 et tour de film gonflé

3.1.2 La filière

La filière utilisée (voir fig. 3.1.2-A) est composée d'un mandrin en spirale qui assure une vitesse de sortie de polymère très uniforme. Elle est chauffée et autorégulée. Le diamètre de sortie du tube extrudé est de 50 mm et son épaisseur de sortie est de 650 micromètres. Une canalisation qui traverse le centre de la filière, permet l'acheminement d'air comprimé à l'intérieur de la bulle permettant le gonflement de celle-ci.

Une plaque de restriction de même qu'un filtre de grosseur 100 mesh sont utilisés en bout d'extrudeuse pour toutes les expériences (fig. 1.1.1-A, #7). Le principal objectif d'une plaque de restriction est de créer une résistance variable à l'écoulement (#31). Il est ainsi possible de bâtir une pression en bout d'extrudeuse afin de pousser le polymère fondu au travers de la filière. Le filtre retient les matières étrangères qui peuvent aboutir dans la trémie d'alimentation. De plus, son utilisation tend à augmenter la pression en bout d'extrudeuse, ce qui améliore le mélange et l'homogénéisation de polymère fondu (#3).

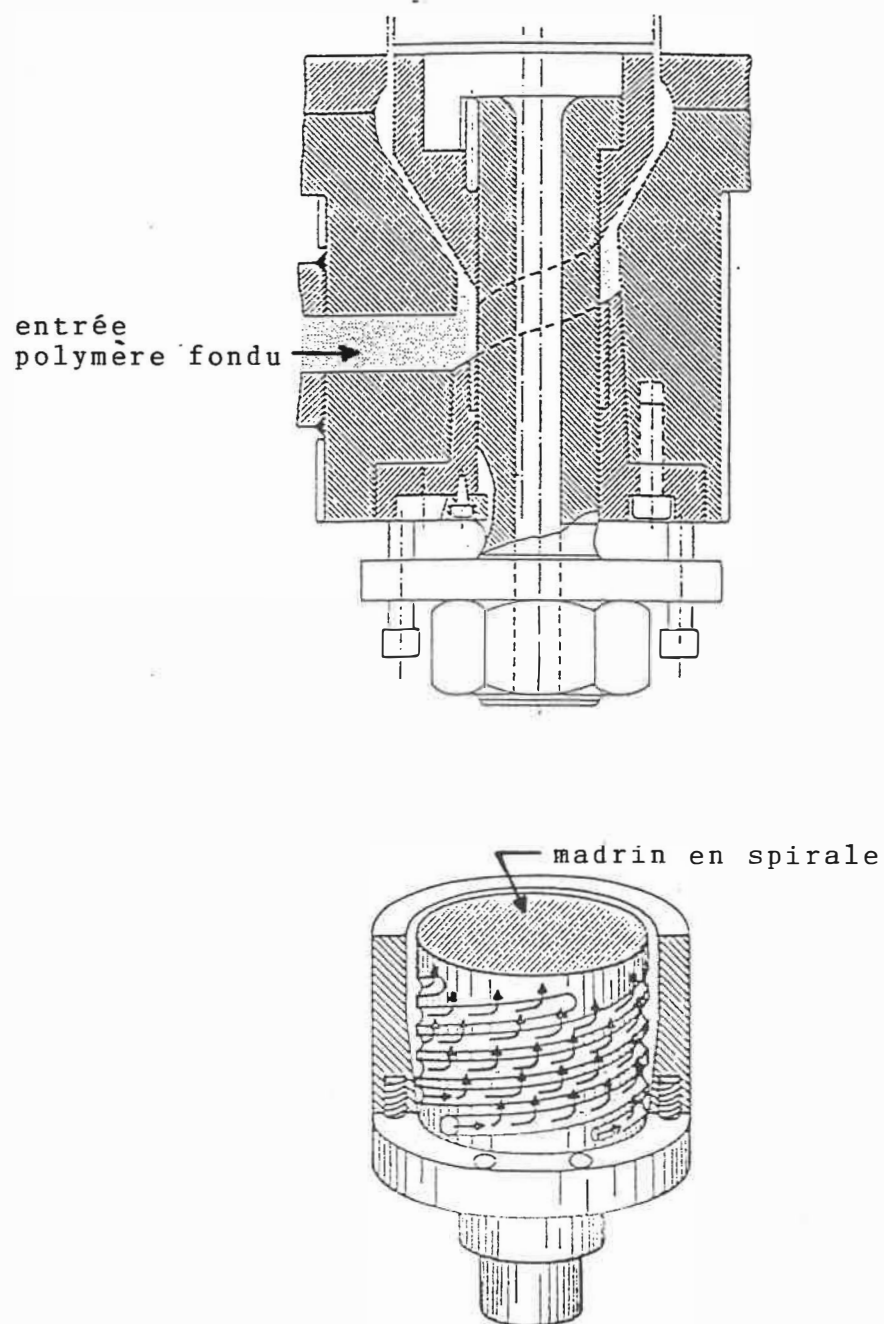


Figure 3.1.2-A: Exemple de filière utilisée en extrusion-gonflage

3.1.3 La tour de film gonflé

La tour de film gonflé (voir fig. 3.1.1-A) est composée d'un système de refroidissement de la bulle, et d'un dispositif de tirage et pliage de film.

a) système de refroidissement de la bulle

La bulle de polymère est un corps chaud qui échange de la chaleur avec son entourage. La chaleur est transportée par conduction, par rayonnement et par convection. Menges et Predohl (#32) ont étudié certains aspects du refroidissement d'une bulle de PEbd. Ils ont évalué que la chaleur transférée par rayonnement se situait entre 10 et 20 % de la chaleur totale échangée. Compte tenu de la faible vitesse de l'air qui circule dans la bulle comparée à celle circulant à l'extérieur, ils ont considéré que la conduction était négligeable pour les bulles sans refroidissement interne. La chaleur échangée par convection se situerait donc entre 80 et 90 % .

La tour de film gonflé utilisée pour cette présente étude n'est pas équipée d'un système de refroidissement interne. Le refroidissement de la bulle se fait alors en deux étapes. La première étape de refroidissement est

celle qui prend place dès la sortie de la filière du polymère fondu. Ce refroidissement est assuré par une soufflante qui alimente un anneau de refroidissement localisé sur la filière. C'est ce refroidissement qui influence directement la hauteur de solidification et la forme de la bulle. L'efficacité de ce refroidissement dépend du débit de l'air de refroidissement, de sa vitesse, de sa température, et de l'angle avec lequel l'air frappe la bulle. L'air d'alimentation de cette soufflante est l'air ambiant du laboratoire.

L'angle de distribution de l'air de refroidissement peut être ajusté par l'entremise de l'obturateur de l'anneau de refroidissement. L'anneau de refroidissement comporte en effet deux ailettes avec lesquelles il est possible d'ouvrir ou de fermer l'obturateur à différents niveaux. L'ouverture de l'obturateur, en plus d'établir l'angle de distribution de l'air de refroidissement, détermine aussi jusqu'à un certain point, son débit. En effet, en ouvrant davantage l'obturateur, la perte de pression au niveau de l'obturateur diminue, réduisant ainsi la perte totale de pression du circuit, et le débit d'air augmente pour une même vitesse de rotation de la soufflante. Ainsi donc, plus l'obturateur est ouvert, plus le jet d'air devient parallèle à la direction de

déplacement de la bulle et plus le débit d'air augmente.

Il est important de noter que la vanne auxiliaire, qui se situe à la sortie de la soufflante, a été tenue fermée pour toutes les expériences menées dans le cadre de ce projet.

Une deuxième étape de refroidissement prend place au-dessus de la ligne de solidification jusqu'aux rouleaux d'entraînement. Il s'agit encore de refroidissement par convection forcée mais cette fois, la turbulence au niveau du film est produite principalement par le déplacement du film dans l'air ambiant. Le refroidissement de cette étape est donc dépendant de la température ambiante et du temps disponible pour le refroidissement.

Certains problèmes d'opération sont reliés directement au processus de refroidissement de la bulle. Le problème le plus important est sûrement celui de l'instabilité de la bulle. En effet, le débit d'air de refroidissement ne peut être augmenté d'une façon illimitée sans qu'il se crée des phénomènes d'instabilité de bulle. Ces instabilités se traduisent habituellement par des mouvements latéraux importants de la bulle qui peuvent dégénérer rapidement en phénomène de résonance. C'est habituellement le système

de refroidissement qui est l'élément limitant dans une production de film gonflé.

De plus , le refroidissement de la bulle détermine à quelle température le film est pincé au niveau des rouleaux d'entraînement pour y former un film plat à double épaisseur. Cette température joue un rôle important dans les phénomènes de blocage du film et dans la formation de plis dans le film.

Il y a blocage du film lorsque les deux épaisseurs du film plat adhèrent ensemble d'une manière telle qu'il devient difficile, voir impossible de séparer les deux épaisseurs. Dans un tel cas, le film arrive trop chaud au niveau des rouleaux d'entraînement. Le correctif à apporter alors est, soit d'augmenter le débit d'air de refroidissement, soit d'élever les rouleaux d'entraînement afin d'augmenter le temps alloué au refroidissement. Les travaux de O'Horo (#33) ont démontré que le blocage, pour des film de PEbd, était inversement proportionnel au cube de la hauteur des rouleaux d'entraînement.

Par contre, si le film arrive trop froid au niveau des rouleaux d'entraînement, il peut y avoir formation de plis dans le film. Ces plis prennent naissance car le film est

trop rigide lors du processus de pliage (#3). Le phénomène de formation de plis sera traité d'une façon plus détaillée dans les paragraphes suivants.

Il est intéressant de souligner qu'O'Horo, dans son étude, a aussi trouvé que le blocage était proportionnel au carré de la pression exercée par les rouleaux d'entraînement.

b) dispositif de tirage et pliage

Les rouleaux d'entraînement sont responsables de l'entraînement du film à partir de la filière jusqu'au haut de la tour, de l'étirement du film, de l'aplatissement final de la bulle, et il assure une fermeture hermétique de la bulle en pinçant celle-ci en haut de la tour. La hauteur de ces rouleaux d'entraînement est ajustable à l'aide d'un commutateur électrique relié à un petit moteur; celle-ci peut ainsi varier sur une plage de 1.2 m (4 pi.).

Le passage de la forme cylindrique de la bulle à la forme plane du film se fait progressivement par l'intermédiaire du dièdre d'aplatissement. Ce dièdre d'aplatissement est composé de plusieurs rouleaux guides et forme un angle (θ). Cet angle est ajustable manuellement.

Lors de cette transformation, il peut toutefois y avoir formation de plis au centre ou sur les arêtes du film (#3). Ce phénomène est relié à la géométrie des deux formes en présence. En effet, les différents points qui sont localisés sur une même circonférence de bulle n'entrent pas en même temps entre les rouleaux d'entraînement. Comme les points localisés sur les futures arêtes parcourent une distance inférieure à ceux localisés au centre du film, il y a un excès de film aux arêtes qui peut provoquer des plis à ce niveau.

Pour des films possédant une bonne flexibilité, le centre du film s'étire et compense jusqu'à un certain point le phénomène, et il n'y a alors aucun pli de formé (#2). Pour des films assez rigides ou trop froids, il est possible de diminuer le phénomène des plis aux arêtes, en réduisant l'angle (θ) du dièdre. De cette manière, la différence entre les distances à parcourir jusqu'aux rouleaux d'entraînement est réduite.

Une autre forme de pli peut se produire au centre du film: ce type de pli est engendré lorsque la friction entre les rouleaux guides du dièdre d'aplatissement et le film est considérable. Le film est alors étiré et des plis apparaissent. Une façon de réduire ce type de pli consiste

à augmenter l'angle θ , ou de refroidir davantage le film. Cette solution peut cependant entraîner la formation de plis sur les arêtes. Il est donc question de compromis au niveau de la hauteur des rouleaux d'entraînement et l'angle du dièdre d'aplatissement.

3.2 LES INSTRUMENTS DE MESURE

Les équipements d'extrusion utilisés pour cette étude ont la particularité d'être très bien instrumentés. Pour régir toutes les données générées par les nombreux capteurs de toutes sortes, un système d'acquisition de données a été couplé à l'équipement d'extrusion. Les paragraphes qui suivent, décrivent brièvement les instruments de mesure reliés à chaque équipement.

3.2.1 Extrudeuse

a) pression:

Le baril est percé de six trous où des capteurs de pression sont installés. Ces capteurs couvrent une plage de 0-69 MPa (0-10,000 psi). Ces six capteurs de pression

permettent de définir le profil de pression présent dans l'extrudeuse. De plus, la lecture du capteur situé en bout de vis est une bonne indication de la perte de pression qui prend place dans la filière (P_e). Un profil de pression typique est présenté à la figure 3.2.1-A.

b) température:

Trois thermocouples sont installés le long du baril de l'extrudeuse. Ils sont reliés à des contrôleurs qui assurent, par l'entremise de bandes chauffantes et de ventilateurs, la thermorégulation du baril aux consignes désirées. Ces trois thermocouples sont installés dans des puits, c'est-à-dire qu'ils ne touchent pas au polymère fondu. Pour fins de régulation cette situation est acceptable, cependant, pour bien savoir ce qui se passe dans le baril, il faut pouvoir mesurer la température du polymère fondu. C'est dans ce but qu'un thermocouple est installé en bout de vis, à ras du baril. C'est ce thermocouple qui sert à déterminer la température du polymère fondu (T_{pr}) qui sort de l'extrudeuse.

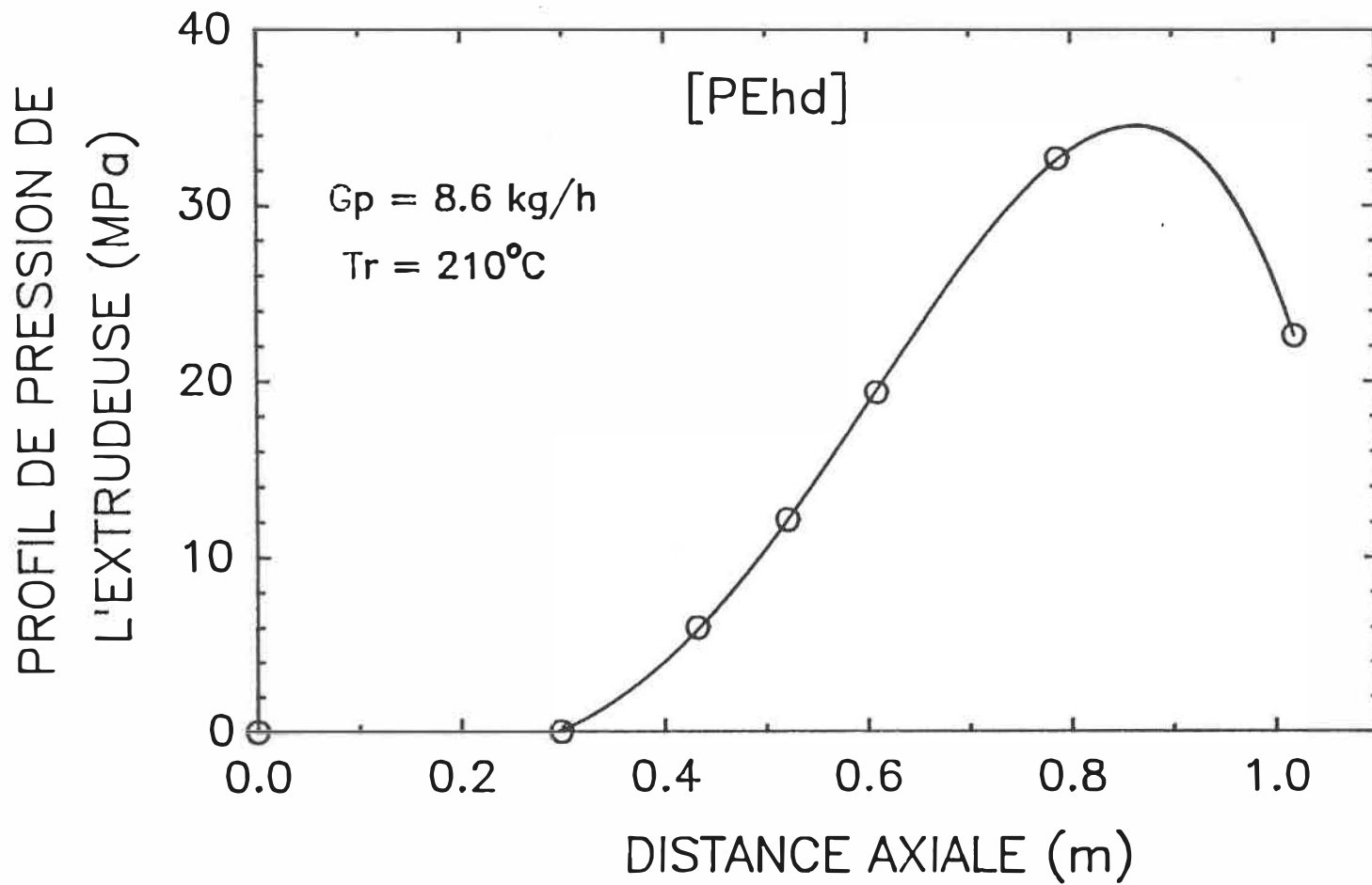


Figure 3.2.1-A: Exemple de profil de pression développé dans l'extrudeuse

c) couple:

Un capteur de couple est monté sur l'arbre d'entraînement de l'extrudeuse. Cette lecture peut être utile pour comparer la force requise pour l'extrusion de différents polymères.

d) ampérage:

Un ampèremètre est relié au moteur, permettant de calculer la consommation électrique de l'extrudeuse. Une alarme est aussi reliée à cet ampèremètre afin de protéger le moteur.

e) vitesse de rotation de l'extrudeuse: (N.)

Un tachymètre est relié à l'arbre d'entraînement de l'extrudeuse et sert à sélectionner précisément la vitesse de rotation de l'extrudeuse désirée.

3.2.2 Equipements périphériques

a) pression interne de la bulle: (P_b)

Un capteur de pression différentielle est branché sur la conduite d'amenée d'air qui est reliée à la filière et à la bulle. Il permet de mesurer la pression interne de la bulle. Ce capteur possède une plage de 0-125 mm (0-5 po) d'eau.

b) température de surface de la bulle: (T_s)

La température d'un point spécifique de la surface de la bulle est mesurée à l'aide d'un pyromètre infra-rouge. Ce point de mesure qui est fixe dans l'espace, se situe à environ 60 mm en haut de la filière, juste au-dessus de l'anneau de refroidissement qui est déposé sur la filière. Les coordonnées de ce point de lecture demeurent pratiquement inchangées pour toutes les expériences car le pyromètre est fixé à la tour. De plus, avant chaque série d'expériences, la tour et la filière sont alignées parfaitement à l'aide d'un plomb de centrage.

Le pyromètre infrarouge employé est de marque Ircon, série 3400. Ce modèle a la particularité d'opérer dans une

bande spectrale très étroite, centrée à 3.43 micromètres. Certains autres chercheurs (#34,35) utilisent aussi des pyromètres opérant dans cette région spectrale car elle est très utile pour plusieurs raisons. Premièrement, cette longueur d'onde n'interfère pas avec les constituants atmosphériques, comme le CO_2 et la vapeur d'eau par exemple (#36). Deuxièmement, les liens chimiques carbone-hydrogène, qui composent principalement les films plastiques, ont une transmittance pratiquement nulle dans une bande spectrale de 3.43 micromètres (#37).

Le fait que la transmittance peut être considérée comme nulle est très important car l'une des difficultés majeures, pour une lecture correcte de température par infra-rouge, réside dans l'exactitude de l'émissivité utilisée. L'émissivité est égale à l'unité, moins la transmittance et moins la réflexion. La réflexion est habituellement considérée constante à 0.04 pour les films de polyéthylène (#37,38,39), et les méthodes de détermination de la transmittance sont loin d'être simples. Donc, si un pyromètre ayant une bande de 3.43 micromètres est utilisé, comme la transmittance est égale à zéro et que la réflexion est égale à 0.04, l'émissivité du pyromètre peut être ajustée à 0.96 sans procédure longue et laborieuse. Ceci reste valable pour des films dont

l'épaisseur est supérieure à 200 micromètres (#36).

Le point où s'effectue la prise de température est situé dans la section du tube extrudé qui n'est pas encore gonflée et l'épaisseur se situe à environ 650 micromètres. L'émissivité employée lors des expériences est donc fixée à 0.96. Pour des films plus minces, un facteur de correction en fonction de l'épaisseur doit être appliqué (#36).

c) débit de l'air de refroidissement:

Pour déterminer le débit d'air de refroidissement acheminé à l'anneau de refroidissement, un vélocimètre est installé dans la section de sortie de la soufflante. Ce vélocimètre, dont la plage de lecture est de 0-10 m/s (0-2000 pi/s) est composé de deux senseurs. Un senseur mesure la vitesse du gaz dans lequel il se trouve, et l'autre mesure la température du milieu afin de corriger la vitesse mesurée. Ainsi, la vitesse mesurée est une valeur standardisée à 25°C (V_{25}).

Pour avoir une idée des fluctuations de débit volumique pouvant être reliées aux variations de température de l'air de refroidissement, un thermocouple est installé juste en aval du vélocimètre. Il est ainsi

possible de connaître le débit de l'air à 25°C (Q_{ar25}) et celui à température réelle (Q_{ar}).

d) épaisseur du film:

Lors des expériences, un micromètre de marque Mitutoyo ayant une plage de 0-10.2 mm (0.001-0.400 po) est utilisé afin de connaître l'épaisseur du film plat à double épaisseur. Il s'agit du modèle 7300 équipé du cadran no:2412-08 possédant une précision de 25 micromètres (0.001 po).

e) débit massique du polymère extrudé:

Ce débit massique est déterminé de la façon classique qui s'avère toujours la plus précise, c'est-à-dire le chronométrage d'une ou de deux sections de film produites lors d'une série d'expériences, puis leur pesée.

3.3 EQUIPEMENTS DE CARACTERISATION

Les films sont soumis à divers tests mécaniques de traction et à des mesures de cristallinité. Les polymères sont caractérisés en établissant leurs courbes de

viscosité.

3.3.1 Tests mécaniques de traction

a) taille des échantillons:

Afin de mesurer les différentes propriétés mécaniques de traction d'un film, des échantillons sont taillés dans celui-ci. Afin de minimiser le temps alloué aux tests mécaniques et de réduire les chances de glissement aux mâchoires, deux différents formats d'échantillons sont préparés soit: un pour déterminer le module d'élasticité, et l'autre pour déterminer les contraintes et elongations, critiques et à la rupture. Les dimensions du gabarit en acier utilisé pour la taille des échantillons sont présentées au tableau 3.3.1-A. Ces dimensions respectent les normes dictées par la procédure ASTM D-882. Un couteau à lame très fine et coupante de type " Exacto " permet d'obtenir une taille rapide et exempte d'entaille.

Comme dans le cas de film gonflé, les propriétés mécaniques sont anisotropiques, deux séries de tests mécaniques sont requises. Deux séries d'échantillons doivent donc être taillées. Une série est prise dans le

sens DM et l'autre est prise dans le sens DT. Pour chaque expérience, cinq échantillons de chaque direction sont taillés. La norme D-882 de l'ASTM demande en effet d'effectuer cinq tests mécaniques sur un même film pour déterminer une propriété mécanique.

b) épaisseur du film:

Afin de pouvoir évaluer de façon adéquate les propriétés mécaniques des films, une mesure précise de l'épaisseur est requise. Pour ce faire, le micromètre Mitutoyo modèle 7300 est utilisé mais cette fois-ci avec un cadran no:2010-11. Ce cadran confère au micromètre une précision de 2 micromètres sur une plage de 0-500 micromètres. Cette précision est suffisante car la procédure D-882 de l'ASTM prescrit une précision de 2.5 micromètres ou moins.

Il est important de noter que malgré un bon ajustement de la filière, l'épaisseur des films produits n'est pas constante, mais varie légèrement tout autour du diamètre de la bulle de polymère. Lors des tests mécaniques, c'est la région ayant l'épaisseur la plus faible qui détermine les propriétés finales du film. C'est pourquoi, les épaisseurs qui apparaissent dans ce mémoire et qui sont utilisées pour

fins de calcul de propriétés mécaniques, sont les épaisseurs minimales mesurées sur les échantillons testés. Pour ce faire, une dizaine de lectures d'épaisseur sont faites dans la zone de traction de chaque échantillon qui est testé. Les variations mesurées sont toutefois demeurées dans la limite de 10 % prescrite par la procédure.

c) machine de traction:

Les tests mécaniques de traction sont effectués sur une machine de traction Instron modèle 4201, équipée de paires de mâchoires caoutchoutées. Les conditions auxquelles les tests mécaniques sont exécutés sont présentées au tableau 3.3-1-A.

En ce qui concerne les modules d'élasticité, il est assez difficile, vu le genre de courbe générée par les films minces, de les déterminer précisément. Afin de faciliter la tâche et d'obtenir une certaine uniformité entre les données, les modules d'élasticité déterminés et utilisés dans le cadre de cette étude sont tous des modules sécants (E_s), déterminés à une déformation de 2.5%.

Tableau 3.3.1-A: Conditions régissant les tests mécaniques

Dimensions des échantillons	E_a	$\sigma_c, \epsilon_c, \sigma_r, \epsilon_r$
Largeur (mm)	25.0	10.0
Longueur (mm)	125.0	75.0
Paramètres de l'Instron		
Distance initiale entre les mâchoires (mm)	100.0	50.0
Vitesse de séparation des mâchoires (mm/min)	10.0	500.0
échelle table traçante: force maximale (% ou N)	5 ou 25	NA
Vitesse de la table traçante (mm/min)	20	NA
Température ambiante (°C)	21	21
Standard utilisé	ASTM D-882	ASTM D-882

3.3.2 Tests de cristallinité

La cristallinité de certains films est déterminée en utilisant un DSC (" Differential Scanning Calorimeter ") modèle 910 de Dupont. Cet appareil permet de mesurer la température et le flux de chaleur associés aux transitions d'un matériau. Il fournit des informations qualitatives et quantitatives sur les phénomènes physiques endothermiques telles que la fusion, la vaporisation ou l'absorption, ou encore exothermiques tels que adsorption (#40,41).

Lorsque la température d'un polymère semi-cristallin est progressivement augmentée, il arrive un point où la température est suffisante pour faire fondre les cristallites qui forment la phase cristalline. Ce processus de fusion s'accompagne d'une libération de chaleur. Un DSC sert à déterminer cette chaleur de fusion. Connaissant la chaleur de fusion pour un polyéthylène 100% cristallin (293 J/g) et celle de l'échantillon (DSC), la cristallinité de l'échantillon peut directement être calculée à l'aide d'une règle de trois.

Le principe de fonctionnement d'un DSC est le suivant. Premièrement l'appareil doit être calibré à l'aide d'un matériau dont la température et la chaleur de fusion sont

bien connues. Dans notre cas, l'indium est utilisé; sa température de fusion est de 156.6°C et sa chaleur de fusion est de 28.4 J/g . Par la suite, l'échantillon de film de PE est pesé et placé dans une cellule, localisée près de la cellule de référence. L'appareil est alors programmé pour que les cellules de l'échantillon et de référence soient chauffées simultanément à partir de la température ambiante, jusqu'à 200°C à un taux de $10^{\circ}\text{C}/\text{minute}$.

Le DSC est construit de manière à assurer la chauffe individuelle des deux cellules. Lorsque les thermocouples, qui sont reliés à chacune des cellules, indiquent une différence de température, de la chaleur est ajoutée à la cellule la plus froide jusqu'à ce que l'égalité des deux températures soit rétablie (#41). Le taux de chauffe requis pour garder les températures égales est enregistré en fonction de la température de l'échantillon. Il est ainsi possible de connaître la chaleur et la température de fusion du film de PE étudié.

3.3.3 Courbes de viscosité

Des courbes de viscosité des polymères utilisés ont été établies à l'aide d'un rhéomètre capillaire Instron standard. Le fonctionnement de cet appareil est le suivant. Des granules de polymère sont placés dans le baril de l'appareil qui a été préalablement chauffé à une température spécifique. Ils sont par la suite chauffés et compactés. La masse de polymère fondu ainsi obtenu est alors poussée à vitesse constante dans le capillaire sous l'action du piston de l'appareil. La cellule de l'appareil mesure la force requise pour pousser le polymère fondu au travers du capillaire.

Connaissant la force requise pour faire écouler le polymère, le débit du polymère et les dimensions du capillaire, la viscosité est calculée à l'aide des équations pour l'écoulement d'un fluide newtonien. Les corrections de Bagley et de Rabimowitsch sont utilisées pour tenir compte des effets d'entrée et de la pseudoplasticité.

4 METHODE EXPERIMENTALE ET ANALYSE STATISTIQUE

4.1 METHODE EXPERIMENTALE

La méthode expérimentale utilisée dans cette étude est décrite dans les trois prochaines sections. Dans un premier temps, les paramètres d'opération ainsi que les plages étudiées sont révisés. Les variables qui sont fixées pour la durée des expériences sont énumérées dans la deuxième section et finalement, le plan expérimental utilisé est décrit à la troisième section.

4.1.1 Les paramètres d'opération étudiés

L'opération d'extrusion-gonflage est déterminée par six paramètres d'opération décrits à la section 1.1.2. Cette présente étude se propose d'étudier l'effet de cinq de ces paramètres sur les caractéristiques physiques de la bulle et du film et sur les propriétés mécaniques de traction des films.

Le ratio de gonflement (RG) est le paramètre qui n'est pas étudié dans cette étude. Cette décision est motivée par deux raisons: premièrement, plusieurs études ont déjà traité le sujet, deuxièmement, au point de vue industriel,

on a peu de flexibilité pour vraiment faire varier le RG. Le RG est, en effet, généralement établi dès le départ par le client qui spécifie la largeur du film ou du sac qu'il désire obtenir. Il ne reste au fabricant que la possibilité d'utiliser une nouvelle filière ayant un diamètre (D_f) différent pour ainsi changer le RG. Cette action est toutefois coûteuse et laborieuse. Le RG ne peut donc pas être considéré comme étant un paramètre pouvant servir à l'optimisation du procédé à court terme. Le RG est donc ajusté, pour cette étude, à une même valeur pour toutes les expériences initiales (une expérience initiale est la première expérience d'une série d'expériences qui regroupe toutes les expériences effectuées pour un polymère et une vitesse de rotation d'extrudeuse (N_e) spécifique; ce concept est expliqué en détail à la section 4.1.3).

Un RG de 2.55 est utilisé pour les expériences initiales. Ce RG assure une bonne stabilité de la bulle et une largeur de film pliée suffisante ($W=200\text{mm}$) pour pouvoir y tailler les échantillons servant aux tests mécaniques de traction. Il est à noter que des essais menés avec un RG de 3.00 pour le PEhd ont révélé des problèmes de stabilité.

Afin d'obtenir un RG de 2.55, la quantité d'air introduit dans la bulle est ajustée pour obtenir un film

plié à deux épaisseurs de 200 mm de largeur (W). Cet ajustement s'effectue seulement pour l'expérience initiale d'une série. Le RG varie donc très légèrement au cours des expériences suivantes.

a) type de polymères

Deux types différents de polymères sont étudiés lors de ces expériences. Il s'agit d'un polyéthylène basse densité linéaire (PEbd1) de Dupont , le 13J4, et d'un polyéthylène haute densité (PEhd) aussi de Dupont, le 16-A. Le 13J4 est un copolymère d'octène et possède une densité de 0.924 et un indice de fluidité de 1.0 g/10 min. Le 16-A possède une densité de 0.946 et un indice de fluidité de 0.25 g/10 min. Ces deux types de polymères ont été sélectionnés car ils deviennent de plus en plus importants sur le marché mondial.

Les courbes de viscosité de ces deux polymères sont présentées aux figures 4.1.1-A et B. On peut remarquer sur ces figures qu'à de faibles taux de cisaillement, la viscosité du PEhd est de dix fois supérieure à celle du PEbd1. Cependant, à des taux de cisaillement élevés (100 à 1000 sec^{-1}), qui correspondent à la plage de cisaillement rencontrée dans une extrudeuse, la viscosité du PEhd est

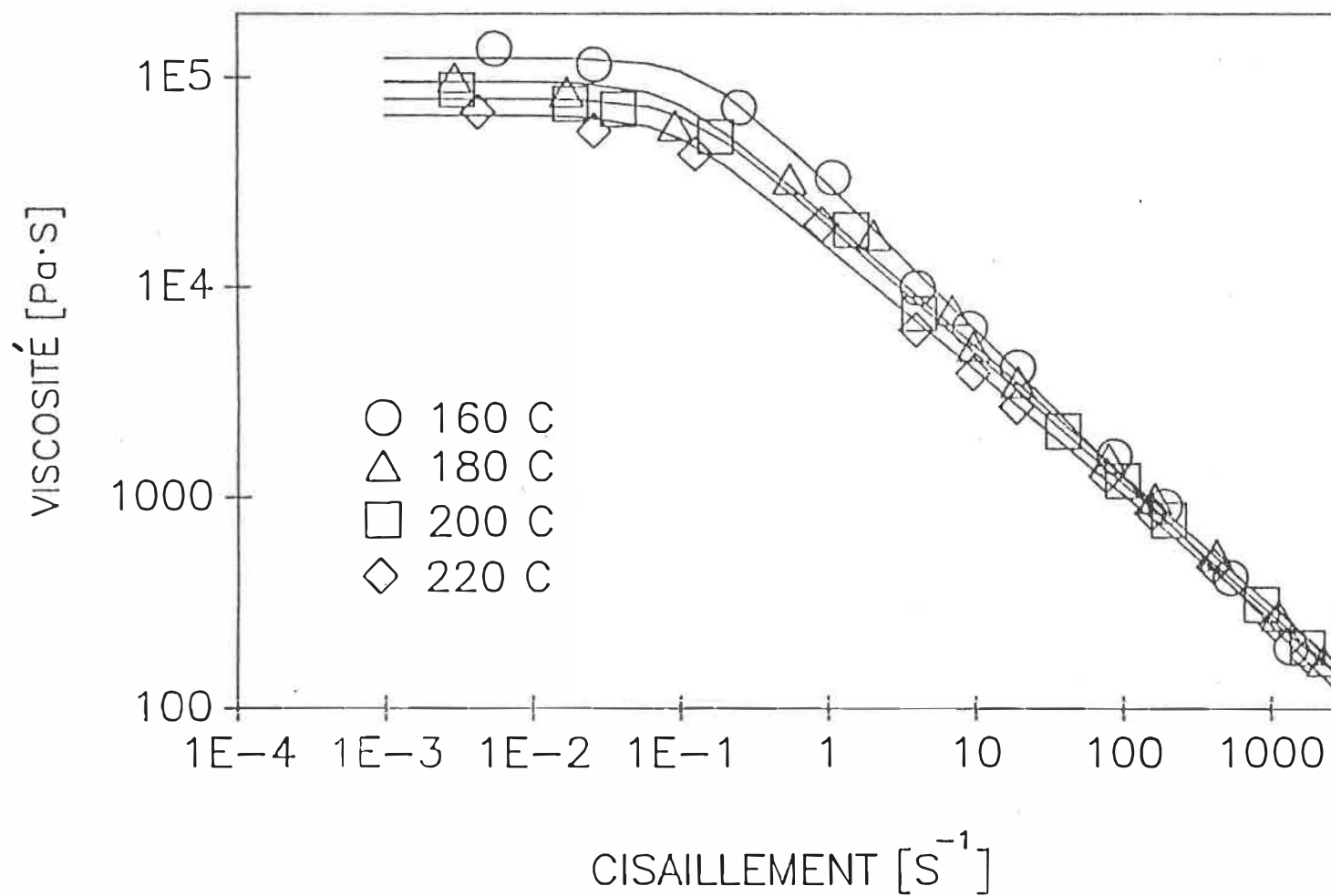


Figure 4.1.1-A: Courbes de viscosité pour le PEhd, 16-A de DuPont

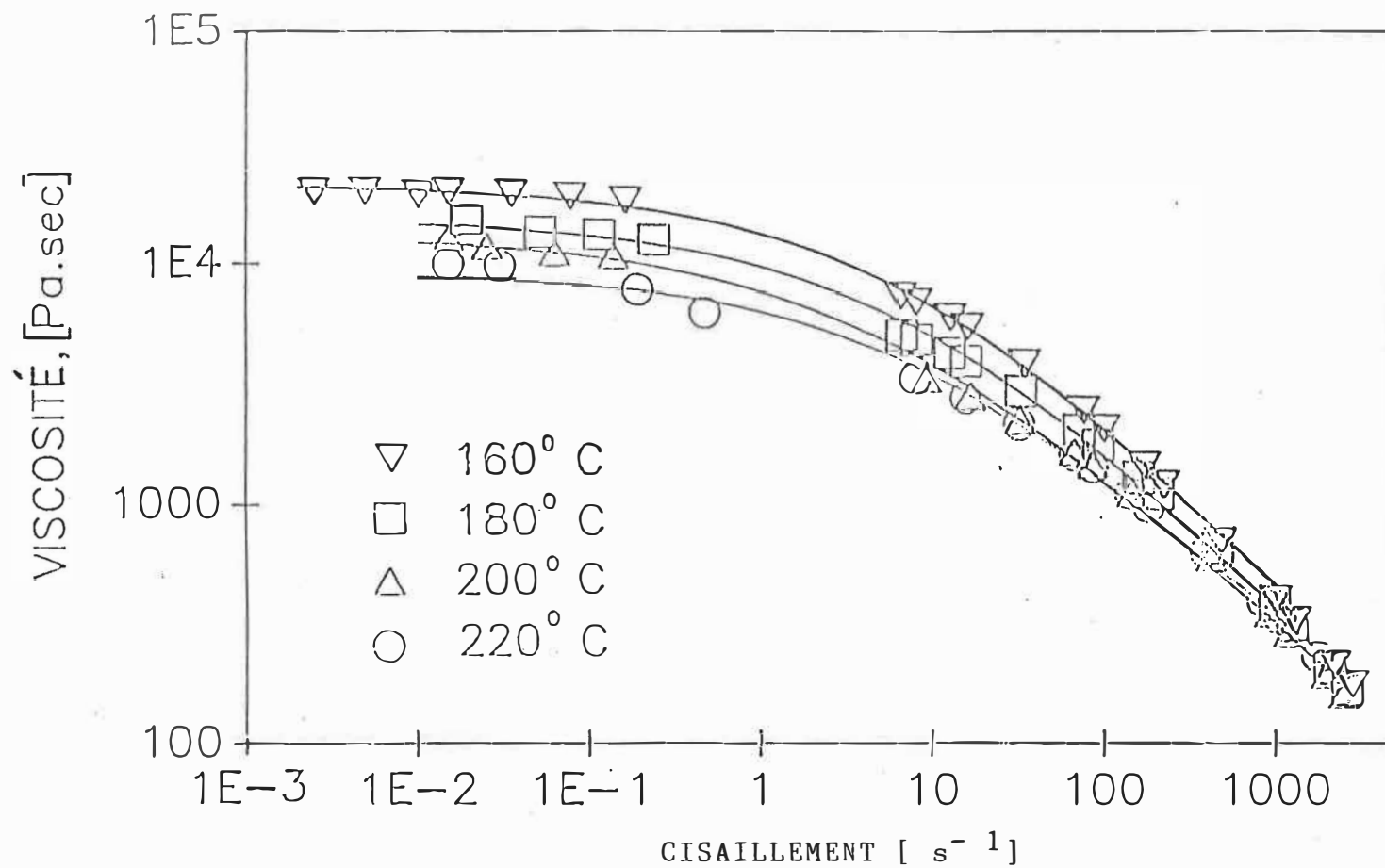


Figure 4.1.1-B : Courbes de viscosité pour le PEbd1, 13J4 de DuPont

inférieure à celle du PEbd1. Ceci est probablement lié à la distribution étroite de la masse moléculaire du PEbd1 (voir section 1.1.2-a).

Les diagrammes de la masse volumique en fonction de la température et de la pression pour les deux polymères sont présentés à l'appendice B.

b) débit de polymère extrudé (G_p)

Dans les limites de cette étude, ce paramètre d'opération est déterminé en ajustant la vitesse de rotation de l'extrudeuse (N_e). Trois niveaux de N_e sont examinés pour chacun des polymères, soit 25, 30, 35 tpm. Les limites de cette variable sont dictées principalement par le système de refroidissement de la bulle.

A très bas débit massique de polymère extrudé, le refroidissement requis est si faible que cela cause des problèmes au niveau de la soufflante. En effet, lorsque celle-ci fonctionne à très basse capacité, des variations importantes d'ampérage sont enregistrées. Ces variations entraînent souvent la mise hors circuit du contrôleur, et conséquemment de toute la ligne de production. A débit massique élevé, le débit d'air de refroidissement

nécessaire est très important et crée des instabilités au niveau de la bulle.

c) température du polymère fondu (T_{pf})

Les températures de régulation (T_r) établissent principalement la température à laquelle le polymère fondu sort de la filière (T_{pf}). Deux niveaux de T_r sont examinés pour chacun des polymères. Il s'agit du niveau supérieur et du niveau inférieur, et la différence entre les deux niveaux est de 5°C. Comme les températures de régulation dépendent du type de polymère utilisé, elles sont différentes pour les deux polymères. Ainsi, le PEbd1 est étudié à 190 et à 185 °C et le PEhd à 210 et à 205 °C.

Il est important de noter que les variations de T_r s'effectuent sur la zone de pompage de l'extrudeuse et sur l'ensemble de la filière.

d) le ratio d'étirement (RE)

Pour un débit spécifique de polymère extrudé (G_p), la vitesse de rotation des rouleaux d'entraînement (N_{re}) détermine le ratio d'étirement (voir appendice A). Trois niveaux concernant cette variable sont étudiés. Toutefois,

comme le RG demeure constant lors des expériences, l'épaisseur du film est déterminée directement en fixant le RE (voir section 1.1.2-g). Ainsi, lorsque $N_{\bullet}$ est augmenté, de 25 à 30 tpm par exemple, le RE diminue et l'épaisseur du film (H) augmente.

Afin d'avoir une certaine uniformité entre les différentes séries d'expériences, il est avantageux de produire des films de même épaisseur lors des expériences initiales. Ceci implique que, pour chaque série d'expériences, une $N_{r\bullet}$ spécifique est sélectionnée afin d'obtenir une épaisseur de film donnée. Toutes les expériences initiales ont ainsi le même ratio d'épaisseur (RH). Une épaisseur de 50 micromètres (2/1000 de po) est fixée arbitrairement comme étant l'épaisseur que doit avoir le film produit dans toutes les expériences initiales.

Le RE est étudié à trois niveaux par l'intermédiaire de la $N_{r\bullet}$ qui est contrôlée par la position du potentiomètre des rouleaux d'entraînement ($p_{r\bullet}$). Les variations mises en jeu sont proportionnelles à la $p_{r\bullet}$ qui produit un film d'environ 50 micromètres et sont établies à plus et à moins 20% de cette valeur de $p_{r\bullet}$. Les épaisseurs des différents films produits se situent ainsi dans la même plage pour les trois $N_{\bullet}$ étudiés. On a donc:

Niveau inférieur : $0.8 \times (p_{re})_i$

Niveau médian : $(p_{re})_i \rightarrow H \approx 50 \mu m$

Niveau supérieur : $1.2 \times (p_{re})_i$

i : pour un polymère et un N_e spécifique

Le tableau 4.1.1-A décrit les différentes valeurs de potentiomètre des rouleaux d'entraînement qui sont étudiées et le tableau 4.1.1-B donne les équivalences moyennes en terme de RE. L'appendice A décrit en détail le calcul de RE.

Tableau 4.1.1-A : Niveaux de p_{re} étudiés

Polymère	N_e	Potentiomètre rouleaux d'ent.			
Niveau--->	(tpm)	Inf. (%)	Méd. (%)	Sup. (%)	variation
PEbd1	25.0	19.0	24.0	28.0	5.0
	30.0	21.5	27.0	32.5	5.5
	35.0	24.0	30.0	36.0	6.0
PEhd	25.0	17.0	21.0	25.0	4.0
	30.0	19.0	24.0	29.0	5.0
	35.0	23.0	29.0	35.0	6.0

Tableau 4.1.1-B : Niveaux de RE étudiés

Polymère	N _e	Ratio d'étirement (RE)			
Niveau--->	(tpm)	Inf.	Méd.	Sup.	variation
PEbd1	25.0	3.64	4.70	5.55	0.96
	30.0	3.54	4.53	5.34	0.90
	35.0	3.36	4.27	5.18	0.91
PEhd	25.0	3.54	4.48	5.41	0.94
	30.0	3.27	4.22	5.17	0.95
	35.0	3.49	4.49	5.48	1.00

e) la hauteur de solidification (Z)

La hauteur de solidification est directement affectée par trois variables opératoires: 1) la température de l'air ambiant (T_{aa}), 2) l'ouverture de l'obturateur de l'anneau de refroidissement, 3) le débit de l'air de refroidissement (Q_{ar}). Les deux premières variables sont fixées ou contrôlées afin que Z soit étudiée uniquement par l'entremise de Q_{ar} .

1) température de l'air ambiant (T_{aa}): Comme la température de l'air ambiant joue un rôle important dans le refroidissement de la bulle, il est primordial que cette température demeure constante le plus possible au cours d'une même série d'expériences. Le laboratoire où se

déroulent les expériences n'est pas doté d'un système central de climatisation. Il est toutefois équipé d'une unité murale d'air conditionné. Il est donc possible, pendant le déroulement d'une série d'expériences, de stabiliser la température ambiante en ajustant l'unité d'air conditionné. Il est cependant impossible d'avoir la certitude d'obtenir la même T_{Δ} d'une série d'expériences à une autre.

2) l'ouverture de l'obturateur : L'ouverture de l'obturateur de l'anneau de refroidissement est une variable qui doit être fixée, et ce pour les expériences concernant un même polymère. Rappelons que cette variable influence le débit d'air de refroidissement de même que l'angle de distribution.

L'obturateur est ouvert d'un tour complet d'ailette pour le PEbd1 et de deux tours pour le PEhd. Cette différence s'explique par le fait que les deux polymères utilisés ne requièrent pas la même forme de bulle pour obtenir des propriétés de film optimales. Le PEbd1 demande une ligne de solidification assez basse, qui donne une forme de bulle présentée à la figure 4.1.1-C. Du côté du

PEhd, une ligne de solidification plus haute est préférable. Le caractère très linéaire de PEhd exige en effet une période plus longue, entre la filière et Z, afin que l'orientation induite lors de son passage dans la filière puisse relaxer (#42). La bulle forme alors un collet étroit très important, comme illustré à la figure 4.1.1-D. En ouvrant l'obturateur d'un tour supplémentaire pour l'opération avec le PEhd, le jet d'air devient davantage parallèle au déplacement de la bulle et favorise ainsi la formation d'un collet haut.

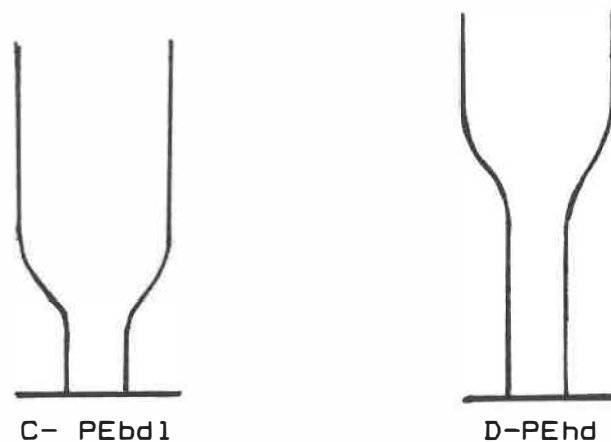


Figure 4.1.1 Forme de la bulle

3) le débit de l'air de refroidissement (Q_{ar}) : Cette variable est le principal facteur intervenant dans le refroidissement de la bulle, et conséquemment elle

influence directement la hauteur de solidification (Z). Cependant, lorsque que la $N_{\bullet}$ est modifiée (ex: 25 à 35 tpm), cela produit un changement au niveau du G_p et de la T_{gr} . La hauteur de solidification peut ainsi être modifiée de façon très importante.

Afin de pouvoir comparer les différentes séries d'expériences entre elles pour un même polymère, il est préférable d'avoir une même hauteur de solidification pour les expériences initiales. La hauteur de solidification est donc ajustée pour chacune des expériences initiales à une même valeur. Comme il a été mentionné précédemment, le PEhd requiert un Z plus élevé que le PEbd1. Les deux Z initiaux sont choisis en tenant compte qu'il faut obtenir de bonnes propriétés mécaniques de film, et aussi une certaine flexibilité, afin de permettre aux Z de varier lorsque les paramètres d'opération sont changés. Pour les expériences initiales, le Z du PEhd est fixé à 210 mm tandis que celui du PEbd1 est fixé à 140 mm (+ ou - 5 mm).

Le Q_{gr} est étudié à trois niveaux par l'entremise de la position du potentiomètre de la soufflante ($P_{\bullet}$) qui contrôle la vitesse de rotation de la soufflante ($N_{\bullet}$). Le niveau médian de $p_{\bullet}$ correspond au Q_{gr} qui produit le Z initial et les variations sont proportionnelles au niveau

médian. On a donc :

Niveau inférieur : $(p_{\bullet})_i - \Delta(p_{\bullet})_i$

Niveau médian : $(p_{\bullet})_i \rightarrow Z=140, 210 \text{ mm}$

Niveau supérieur : $(p_{\bullet})_i + \Delta(p_{\bullet})_i$

i: pour un polymère et un $N_{\bullet}$ spécifique

Le tableau 4.1.1-C illustre les différents niveaux de $p_{\bullet}$ investigués et le tableau 4.1.1-D présente la correspondance en débit d'air de refroidissement.

Tableau 4.1.1-C: Niveaux de $p_{\bullet}$ étudiés

Polymère	$N_{\bullet}$	Potentiomètre de la soufflante			
Niveau -->	(tpm)	INF. (Y/60)	MED. (Y/60)	SUP. (Y/60)	variation (Y/60)
PEbd1	25.0	19.0	20.0	21.0	1.0
	30.0	27.5	29.0	30.5	1.5
	35.0	35.0	37.0	39.0	2.0
PEhd	25.0	18.8	19.8	20.8	1.0
	30.0	26.5	28.0	29.5	1.5
	35.0	32.0	34.0	36.0	2.0

Note: le potentiomètre de la soufflante a comme échelle maximum 60.

Tableau 4.1.1-D: Niveaux de Q_{ar} étudiés

Polymère	$N_{\bullet}$ (tpm)	Débit d'air de refroidissement (Q_{ar}) ($10^{-3} \times m^3/s$)			
NIVEAU -->		INF.	MED.	SUP.	X
PEbd1	25.0	8.78	9.30	9.82	0.52
	30.0	14.54	15.62	16.80	1.13
	35.0	19.26	20.44	21.66	1.20
PEhd	25.0	12.70	13.21	13.83	0.57
	30.0	18.64	19.16	20.67	1.02
	35.0 ₁	21.90	23.31	25.77	1.94
	35.0 ₂	20.95	22.56	24.68	1.87

note 1 : $T_r = 210^{\circ}C$ note 2 : $T_r = 205^{\circ}C$

Les lectures du vélocimètre, qui mesure la vitesse de l'air à la sortie de la soufflante, fluctuent énormément. C'est pourquoi les vitesses rapportées (V_{ar}) à l'appendice F concernant les expériences sont des lectures moyennes basées sur 10 lectures prises à quelques secondes d'intervalle. Il s'avère cependant que ces lectures moyennes fluctuent encore passablement. Convaincu que ces fluctuations sont reliées au type de capteur utilisé plutôt qu'à de véritables fluctuations de débit d'air, les valeurs présentées au tableau 4.1.1-D et utilisées pour l'analyse des résultats expérimentaux, sont des moyennes basées sur toutes les lectures de V_{ar} disponibles pour une $p_{\bullet}$ spécifique. Les courbes de calibration ainsi obtenues sont

présentées à l'appendice C.

4.1.2 Les variables opératoires fixées

Certaines variables opératoires demeurent constantes pour toutes les expériences. Ceci permet de mettre l'emphase sur les cinq paramètres d'opération identifiés auparavant. En plus des variables fixées déjà mentionnées dans la section précédente, c'est-à-dire le RG à 2.55, la T_{air} contrôlée le plus possible pour une série d'expériences, et l'ouverture de l'obturateur de l'anneau de refroidissement (PEbd1= 1 tour et PEhd= 2 tours), s'ajoute la hauteur des rouleaux d'entraînement et l'angle de dièdre d'aplatissement.

a) la hauteur des rouleaux d'entraînement

La hauteur des rouleaux d'entraînement est maintenue à 0.72 m au-dessus de la filière pour toutes les expériences. Cette hauteur s'avère très fonctionnelle pour les deux polymères utilisés. De plus, cette hauteur contribue à minimiser les instabilités géométriques de la bulle.

b) l'angle du dièdre d'aplatissement

L'angle du dièdre d'aplatissement est établi à 70 degrés pour toutes les expériences. Quelques essais préliminaires ont démontré que cet angle n'influence pas de façon significative l'opération de la tour d'extrusion-gonflage dans les limites des expériences menées dans le cadre du présent projet.

4.1.3 Le plan expérimental

Il y a donc cinq variables opératoires à étudier, certaines à trois niveaux, d'autres à deux niveaux. L'organisation des expériences se fait comme suit: toutes les expériences concernant un polymère et un $N_{\bullet}$ spécifique sont considérées comme faisant partie d'une même série d'expériences, identifiée par une lettre de l'alphabet. Donc six séries d'expériences (2 polymères $\times$ 3 $N_{\bullet}$) composent cette étude. Cette structure est pratique à plusieurs égards. Premièrement, elle simplifie l'exécution des expériences et l'analyse des résultats. Deuxièmement, elle améliore le contrôle sur les facteurs expérimentaux extérieurs qui peuvent, dans certains cas, s'avérer variables. En effet, une série d'expériences peut habituellement s'effectuer en une journée. Il est alors

plus facile de contrôler des facteurs expérimentaux qui idéalement ne devraient pas changer comme: la température de l'air ambiant, la position de la tour, les zéro des instruments, l'encrassement de la filière, etc...

Une série d'expériences est de plus composée de deux étapes. Les expériences de la première étape se déroulent aux températures de régulation supérieures, et celles de la deuxième étape, aux températures de régulation inférieures. Les expériences de chacune des étapes sont regroupées sous la forme d'une matrice 3×3 , comme celle illustrée au tableau 4.1.3-A. Elle est définie par trois niveaux de p_{re} et trois niveaux de p_{se} . Il y a donc pour cette étude six séries d'expériences qui totalisent 108 expériences, regroupées sous la forme de douze matrices 3×3 . Le schéma général du plan expérimental est illustré à la figure 4.1.3-B et les détails concernant le plan expérimental d'une série d'expériences sont présentés à l'appendice D.

Afin de déterminer l'erreur expérimentale, des répétitions de certaines expériences sont nécessaires. Pour chaque série d'expériences, trois expériences sont reprises trois fois. Celles-ci sont effectuées à la fin d'une étape. Les trois expériences qui sont répétées ont

été choisies afin de couvrir le plus complètement possible les limites opérationnelles. Les expériences sélectionnées sont celles qui produisent, à une T_r spécifique, la hauteur de solidification 1) la plus basse, 2) la plus haute, 3) initiale (voir l'appendice D).

Tableau 4.1.3-A: Matrice 3 X 3 d'une étape

POLYMERE: PExx		N _• = yy tpm		Tr = zz °C	
		Potentiomètre rouleaux d'ent.			
Potentiomètre souff.	Niveaux				
Niveaux	Inf.	Méd.	Sup.		
Inférieur	p11	p12	p13		
Médian	p21	p22	p23		
Supérieur	p31	p32	p33		

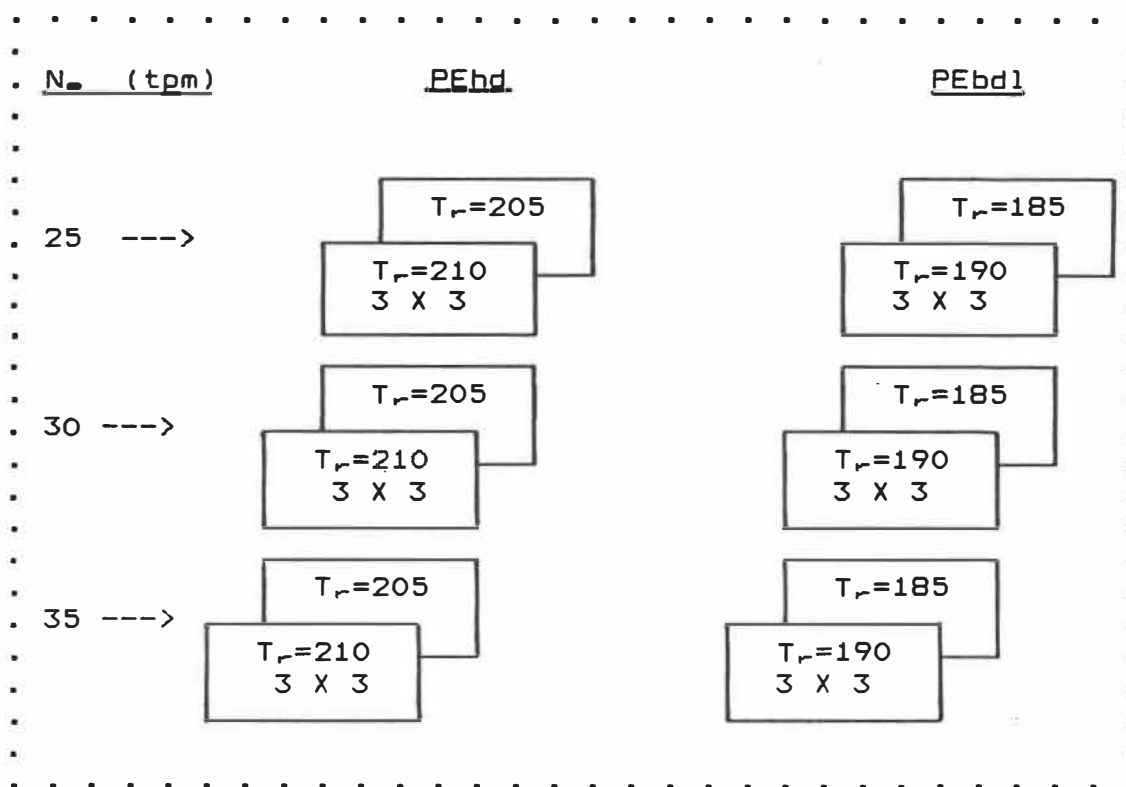


Figure 4.1.3-B: Illustration schématique du plan expérimental

4.2 ANALYSE STATISTIQUE

4.2.1 Détermination des erreurs expérimentales

Dans la procédure utilisée afin de déterminer les erreurs expérimentales (δ^2) associées à chaque propriété mécanique, nous posons comme hypothèse que δ^2 , associée à une propriété mécanique d'un polymère spécifique, est indépendante de la valeur moyenne de cette propriété.

Pour déterminer les propriétés mécaniques, cinq répétitions de chaque test mécanique doivent être exécutées. Pour chaque propriété mécanique concernant un polymère spécifique, il y a donc de disponible, un maximum de 135 données pour déterminer son erreur expérimentale (3 séries X 3 exp. X 3 rép. X 5 tests mec.). La détermination de l'erreur expérimentale pour une propriété mécanique d'un polymère spécifique, se fait en effectuant une étude de la variance. La variance intra-expérience (s_r^2) calculée par cette méthode est utilisée par la suite comme estimé de l'erreur expérimentale (δ^2) (#43). Comme une centaine de données sont utilisées pour ce calcul, l'estimé de l'erreur expérimentale ainsi obtenu est très bon. Le tableau 4.2.1-A présente les erreurs expérimentales associées aux propriétés mécaniques de traction de même que leurs valeurs

moyennes.

Tableau 4.2.1-A: Valeurs moyennes et erreurs expérimentales associées aux propriétés mécaniques

	PEbd1		PEhd	
Propriété	DM	DT	DM	DT
E_s (MPa)				
moy.	184.1	228.9	339.6	428.4
S_R	8.5	11.3	17.4	18.3
$S_R(\%)$	4.6	4.9	5.1	4.3
σ_c (MPa)				
moy.	10.3	11.9	16.7	20.0
S_R	0.8	0.8	0.9	1.2
$S_R(\%)$	8.1	6.8	5.6	6.0
ϵ_c (%)				
moy.	19.0	13.2	11.5	8.3
S_r	1.7	0.8	0.8	0.8
σ_r (MPa)				
moy.	37.1	33.8	39.4	34.3
S_R	2.3	2.6	2.4	2.4
$S_R(\%)$	7.5	7.7	6.2	6.9
ϵ_r (%)				
moy.	677.5	776.0	726.9	883.0
S_R	25.0	32.5	27.8	32.1

En plus des propriétés mécaniques du film, plusieurs autres paramètres sont aussi étudiés. Parmi ceux-ci, deux sont mesurés par des instruments. Il s'agit de la température de surface à un point précis de la bulle (T_s) et la pression interne de la bulle (P_b). Dans ces deux

cas, la reproductibilité de l'instrument déterminée par le fabricant est utilisée pour calculer l'erreur expérimentale.

La reproductibilité du pyromètre infra-rouge utilisé pour mesurer T_m , se situe à 0.3% de l'échelle maximum, soit 0.3% de 600°F, c'est-à-dire 1.8°F ou 1.0°C. La variance de l'erreur expérimentale (s_R) associée à la lecture de T_m est donc de 1.0°C. La pression est lue par un capteur de pression différentielle dont la reproductibilité se situe à 0.5% de l'échelle maximum qui est 125 mm d'eau (5 pouces). Le s_R associé à P_b est donc de 0.64 mm d'eau. La hauteur de solidification est lue à l'aide d'un ruban à mesurer et une erreur (s_R) de 2.5 mm a été évaluée. Cette valeur est basée sur l'appréciation de l'expérimentateur.

Pour la cristallinité, trois lectures de deux expériences ayant les mêmes conditions d'opération, sont considérées; six valeurs sont donc disponibles pour chaque polymère. L'écart type (s) de la cristallinité pour le PEhd est de 1.3% et il est de 0.8 % pour le PEbd1.

4.2.2 L'analyse des résultats expérimentaux par analyse de la variance

Les 108 différentes expériences menées lors de cette étude (excluant les répétitions) génèrent des milliers de données. La première étape d'analyse des résultats consiste à déterminer si les variations des paramètres d'opération étudiés (RE , Q_{ar} , T_r) ont un certain effet sur des paramètres mesurés. La méthode utilisée afin d'établir les tendances générales, consiste à recourir à des tables d'analyse des variances. A cette étape-ci, seules les valeurs moyennes des propriétés mécaniques sont considérées.

La variance d'un paramètre mesuré associée à une variation de RE , de Q_{ar} et de T_r est alors testée à l'aide d'un test de Fisher à un niveau de signification de 95% .

4.2.3 Analyse détaillée des tendances générales

Dans l'étape précédente, l'analyse de la variance nous indique s'il existe des tendances générales reliant certains paramètres ou propriétés mesurées à certains paramètres d'opération. Dans un tel cas, une analyse plus poussée doit être faite afin de vérifier si cette tendance

est bien significative et si elle va dans la même direction pour les différentes expériences.

Les paramètres touchés par une analyse de la variance positive sont alors testés à l'aide de la méthode LSD ("Least Significant Difference") (#44). Cette méthode utilise un test de Student et est expliquée ci-dessous:

Méthode LSD

Pour comparer deux moyennes

$$t_o = \frac{(\bar{Y}_1 - \bar{Y}_2)}{\delta (1/n_1 + 1/n_2)^{1/2}} \quad \text{éq. 4.2.3-A}$$

$\bar{Y}_1$ et $\bar{Y}_2$ sont significativement différents si:

$$t_o > t_{\alpha/2, \beta}$$

$\bar{Y}_i$: moyenne i

n_i : nombre d'observations associées à une moyenne i

δ : variance de l'erreur expérimentale

α : niveau de signification (%) de test

β : degré de liberté associé à δ

t : valeur provenant d'une table de Student évaluée à $\alpha/2$ et β

Dans ce calcul, les estimés des erreurs expérimentales (s_R^2) déterminés par la procédure décrite dans la section 4.2.1, sont utilisés à la place de δ^2 .

Pour effectuer ces comparaisons pairées de moyennes, les données sont regroupées de façon à pouvoir isoler un effet à la fois. Ainsi, si une tendance est découverte en fonction du taux d'étirement, les moyennes d'un même niveau de refroidissement seront comparées entre elles. Les comparaisons se font entre les niveaux: inférieur et médian, médian et supérieur, et finalement entre inférieur et supérieur.

En fonction du genre de relation découverte, les données peuvent être regroupées entre elles, pour ainsi augmenter le nombre de points expérimentaux touchés par une relation. Ainsi si aucune relation existe entre le paramètre X et le RE, il est possible, et souvent souhaitable, de regrouper les données ayant un même RE. Davantage de points expérimentaux sont alors disponibles pour l'analyse détaillée de l'effet d'un autre paramètre sur X .

Les paramètres d'opération et le type de polymère ne sont pas étudiés d'une façon quantitative dans cette étude. Leurs effets sont plutôt analysés d'une façon qualitative et comparative par rapport aux relations qui existent entre les paramètres mesurés et RE, Q_{ar} et T_r .

5 RESULTATS EXPERIMENTAUX

Les résultats expérimentaux sont analysés en trois étapes. La première étape consiste à étudier l'impact de certaines variables opératoires de l'extrudeuse (N_e , T_r) sur les conditions d'opération de celle-ci.

Dans une deuxième étape, une analyse est effectuée afin de déterminer les effets de certains paramètres d'opération sur les caractéristiques physiques de la bulle, comme sa forme (W et Z), sa température de surface en un point précis (T_s), sa pression interne (P_b), l'épaisseur (H) et la cristallinité (C) finale du film produit. Les changements que subissent alors la bulle et le film au niveau de ses caractéristiques physiques peuvent parfois influencer significativement les propriétés mécaniques du film .

Finalement, la troisième étape est consacrée à l'étude des effets des paramètres d'opération sur les propriétés mécaniques de traction des films.

5.1 EFFETS DE CERTAINES VARIABLES OPERATOIRES SUR LES CONDITIONS D'OPERATION DE L'EXTRUDEUSE

Les tableaux 1 et 2 de l'appendice E résument les conditions d'opération de l'extrudeuse pour les différentes séries et étapes d'expériences.

5.1.1 Effets de la vitesse de rotation de l'extrudeuse ($N_{\bullet}$)

Le premier effet d'une augmentation de vitesse de rotation d'extrudeuse ($N_{\bullet}$) est bien sûr l'augmentation du débit de polymère extrudé (G_p). On peut constater en examinant la figure 5.1.1-A que, pour les deux polymères dans la plage étudiée (25 à 35 tpm), le G_p est une fonction linéaire de $N_{\bullet}$. On remarque de plus que le G_p du PEbd1 est supérieur à celui du PEhd pour une même $N_{\bullet}$. Nous avons noté précédemment (voir section 4.1.1-a) que la viscosité du PEbd1 est plus élevée que celle du PEhd dans la plage de cisaillement de l'extrusion, ce qui semble aller à l'encontre de l'observation concernant les débits de polymère extrudé.

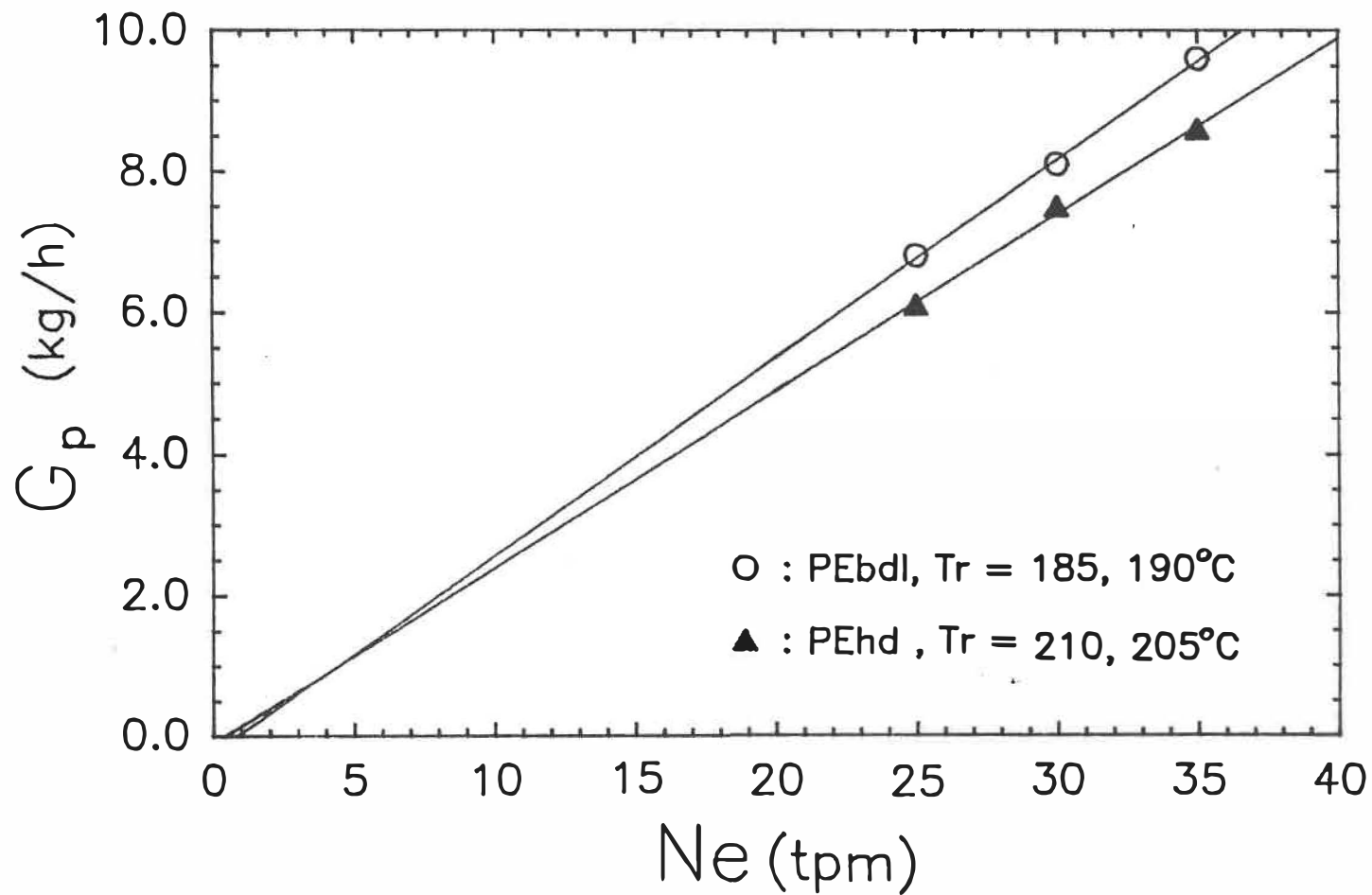


Figure 5.1.1-A : Effets de la vitesse de rotation de l'extrudeuse sur le débit de polymère extrudé

La figure 5.1.1-B présente la pression en bout d'extrudeuse (P_e) en fonction de N_e . Cette pression, qui peut être considérée comme la perte de pression de l'ensemble filière-adapteur, augmente pratiquement linéairement avec N_e . Cette pression est légèrement supérieure pour l'extrusion du PEhd.

La figure 5.1.1-C illustre comment la température du polymère fondu (T_{pf}) est affectée par N_e . On remarque que pour le PEhd, la T_{pf} demeure pratiquement constante malgré une augmentation de N_e . Ceci est une indication qu'aux températures de régulation employées, la dissipation visqueuse n'augmente pas significativement avec une augmentation de N_e . Par contre, du côté du PEbd1, une augmentation de N_e se traduit par une augmentation de T_{pf} .

Pour les conditions d'opération comme l'ampérage du moteur (I), et le couple exercé sur l'arbre d'entraînement de la vis (M_o), qui sont des indications de l'énergie nécessaire pour extruder un polymère, on note qu'ils augmentent linéairement avec N_e et qu'ils sont plus importants pour l'extrusion du PEbd1. Cette dernière observation vient confirmer la viscosité plus élevée du PEbd1 pour des N_e semblables, c'est-à-dire pour des taux de cisaillement identiques.

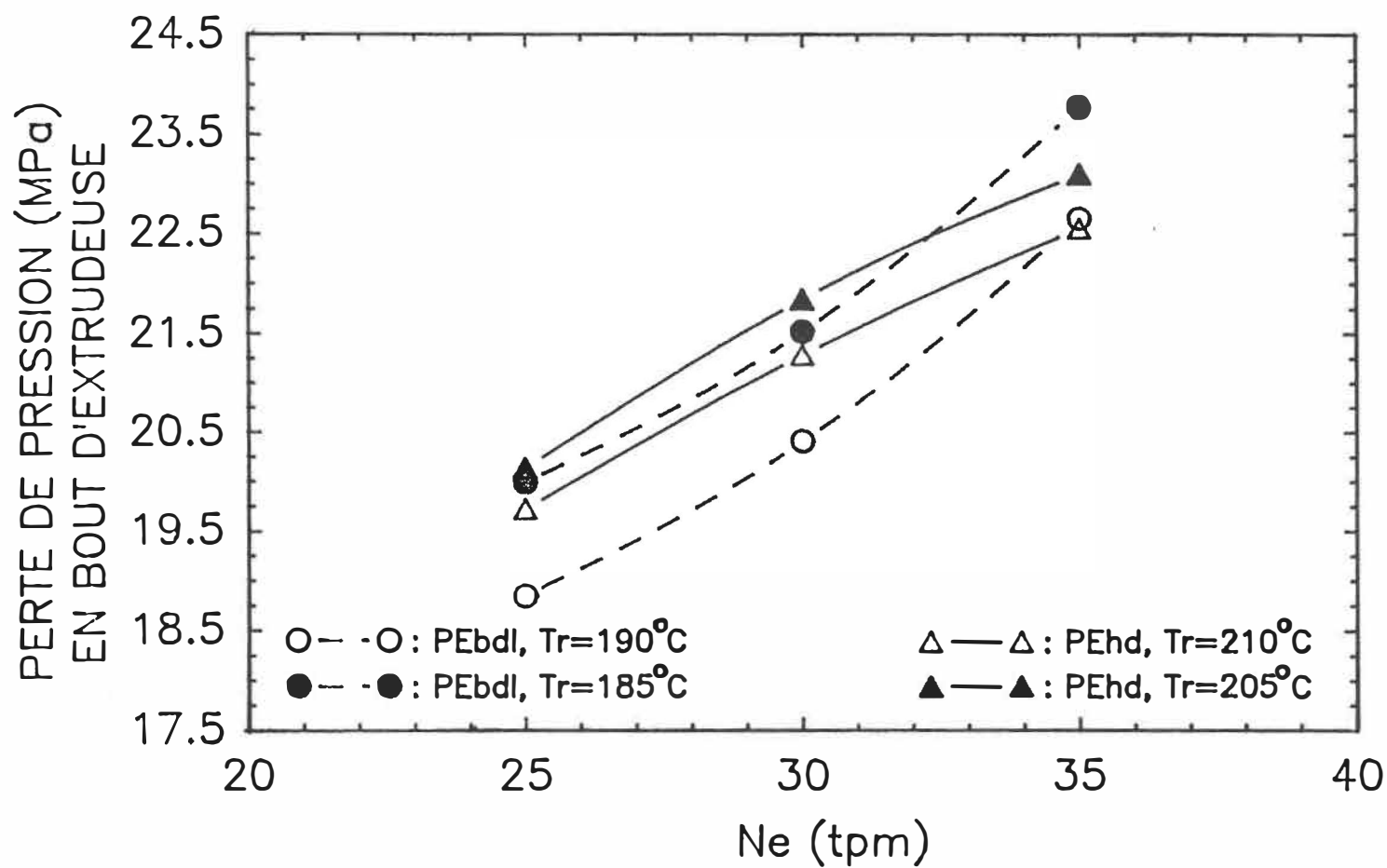


Figure 5.1.1-B: Effets de la vitesse de rotation de l'extrudeuse et des températures de régulation sur la pression en bout d'extrudeuse

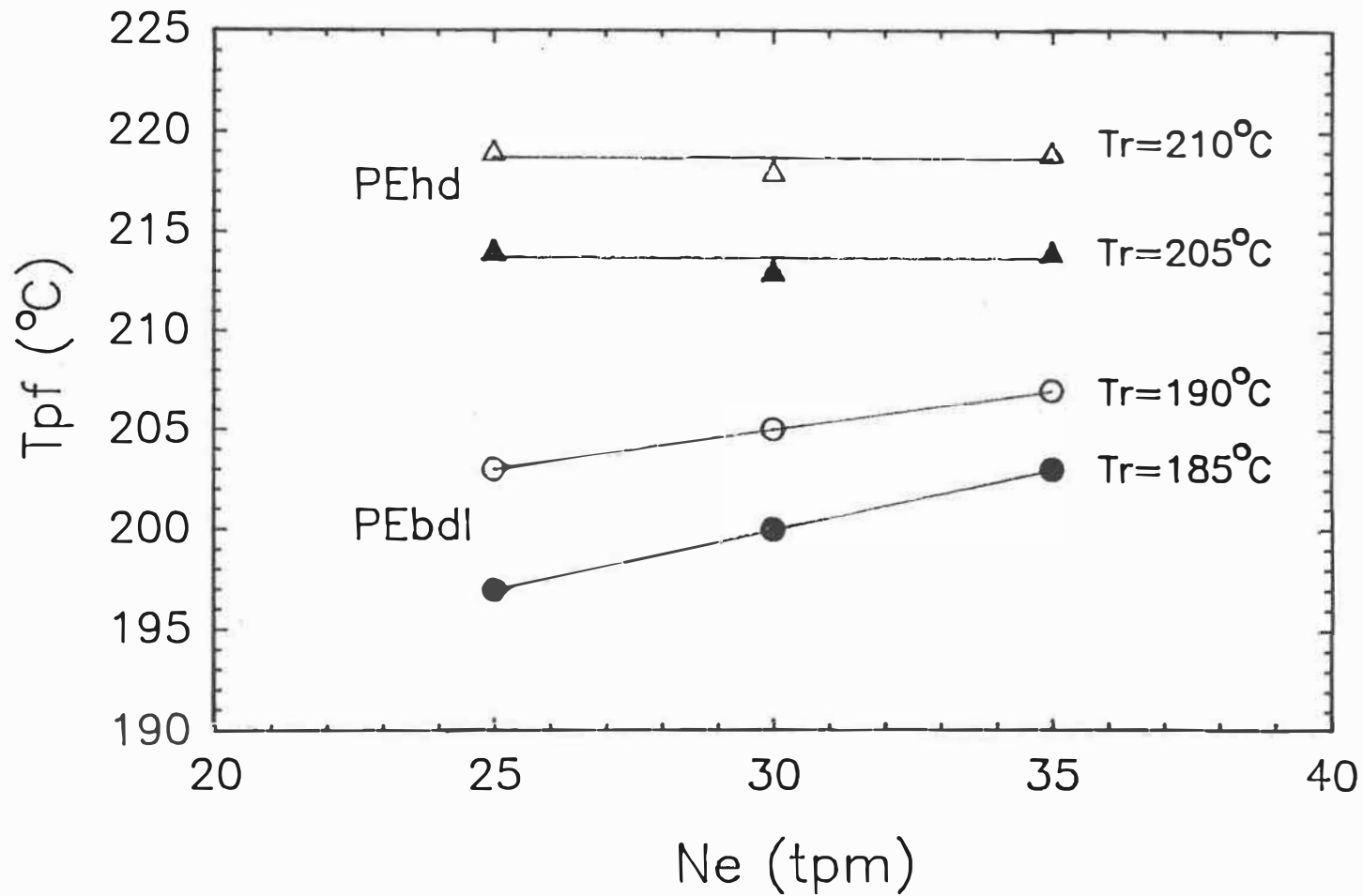


Figure 5.1.1-C : Effets de la vitesse de rotation de l'extrudeuse et des températures de régulation sur la température du polymère fondu

Comparons maintenant les conditions d'extrusion du PEbd1 et du PEhd pour une même $N_{\bullet}$. Nous avons observé que l'extrusion du PEbd1 produisait un plus grand débit de polymère extrudé, une pression en bout d'extrudeuse inférieure et requérait plus d'énergie vu sa viscosité plus élevée. L'équation simplifiée qui caractérise l'écoulement en bout d'extrudeuse, c'est-à-dire dans la zone de pompage, est la suivante (#45):

$$Q_p = (A * N_{\bullet}) - (C * P_{\bullet}) / \mu \quad \text{éq. 5.1.1-1}$$

A et C sont des constantes qui sont déterminées par la géométrie de la vis, μ est la viscosité et Q_p est le débit volumique de polymère. Q_p du PEbd1 est plus grand que le Q_p du PEhd pour une même $N_{\bullet}$; en moyenne, Q_p du PEbd1 représente 1.08 fois celui du PEhd. Cela implique que:

$$Q_{p \text{ PEbd1}} > Q_{p \text{ PEhd}}$$

$$\text{alors : } - (P_{\bullet} / \mu)_{\text{PEbd1}} > - (P_{\bullet} / \mu)_{\text{PEhd}}$$

$$\text{finalement : } (P_{\bullet} / \mu)_{\text{PEbd1}} < (P_{\bullet} / \mu)_{\text{PEhd}}$$

Les $P_{\bullet}$ associées au PEbd1 représente en moyenne 99% des $P_{\bullet}$ associées au PEhd, c'est-à-dire pratiquement identique. Ainsi, pour avoir un Q_p plus élevé pour le PEbd1, sa viscosité doit être plus élevée que celle du

PEhd. Les observations faites au sujet des viscosités et des débits de polymère extrudé sont donc correctes.

5.1.2 Effets des températures de régulation (T_r)

Il est bon de rappeler qu'une variation des températures de régulation (T_r) dans cette étude signifie une variation au niveau de la filière et au niveau de la zone de pompage de l'extrudeuse. Dans les expériences menées dans le cadre de cette étude, une variation de 5°C au niveau de T_r n'affecte pas significativement le débit de polymère extrudé (G_p).

Une diminution de T_r de 5°C augmente cependant de façon significative la pression en bout d'extrudeuse (P_e) et cette augmentation est plus importante dans le cas du PEbd1 (fig. 5.1.1-B). En examinant les courbes de viscosité des deux polymères (fig.4.1.1-A et B), on remarque que, pour des taux de cisaillement importants, la viscosité du PEbd1 est affectée plus sérieusement que celle du PEhd par une variation de température.

La température du polymère fondu ($T_{p,r}$) diminue de 5°C lors d'une diminution de 5°C au niveau de T_r .

L'ampérage du moteur n'est pas affecté significativement par une diminution de T_r de 5°C mais le couple augmente légèrement.

5.2 EFFETS DES PARAMETRES D'OPERATION SUR LES CARACTERISTIQUES PHYSIQUES DE LA BULLE ET DU FILM.

Les résultats expérimentaux concernant les caractéristiques physiques de la bulle pour chaque expérience sont présentés aux tableaux 1 à 12 de l'appendice F.

5.2.1 L'épaisseur du film (H).

L'épaisseur d'un film pour une opération se déroulant à un ratio de gonflement (RG) spécifique est déterminée essentiellement par le ratio d'étirement (RE) appliqué sur le film. Ceci ressort clairement de l'équation 1.1.2-3 et des résultats expérimentaux obtenus qui démontrent que l'épaisseur est inversement proportionnelle à RE (tableau G-1 de l'appendice G).

Afin de comparer les résultats expérimentaux avec

leurs équations théoriques spécifiques (1.1.2-3, page 17), ceux-ci sont tracés sur un graphique en fonction de l'inverse du produit de RG et de RE (voir fig. 5.2.1-A et B). Les résultats expérimentaux concernant le PEbd1 concordent parfaitement avec l'équation théorique. Du côté de PEhd, l'ajustement est moins parfait; la pente correspond mais les résultats expérimentaux sont décalés sur l'abscisse de 2 micromètres.

Ce décalage de la courbe du PEhd de 2 micromètres est lié à la mesure de H. Les valeurs de H associées aux expériences sont en effet une moyenne de 20 lectures d'épaisseur, prises lors des tests mécaniques de traction. Ces lectures représentent des valeurs minimales. Donc H dans cette étude n'est pas une lecture de l'épaisseur moyenne du film, mais bien une moyenne des épaisseurs minimales mesurées sur 20 échantillons. Les résultats discutés au paragraphe précédent suggèrent que: 1) pour les films de PEbd1, la moyenne des épaisseurs minimales correspond à l'épaisseur moyenne du film, 2) pour les films de PEhd, l'utilisation de la moyenne des épaisseurs minimales surestime de 2 micromètres l'épaisseur moyenne des films. Cela est le résultat d'une plus mauvaise distribution d'épaisseur autour du diamètre de la bulle.

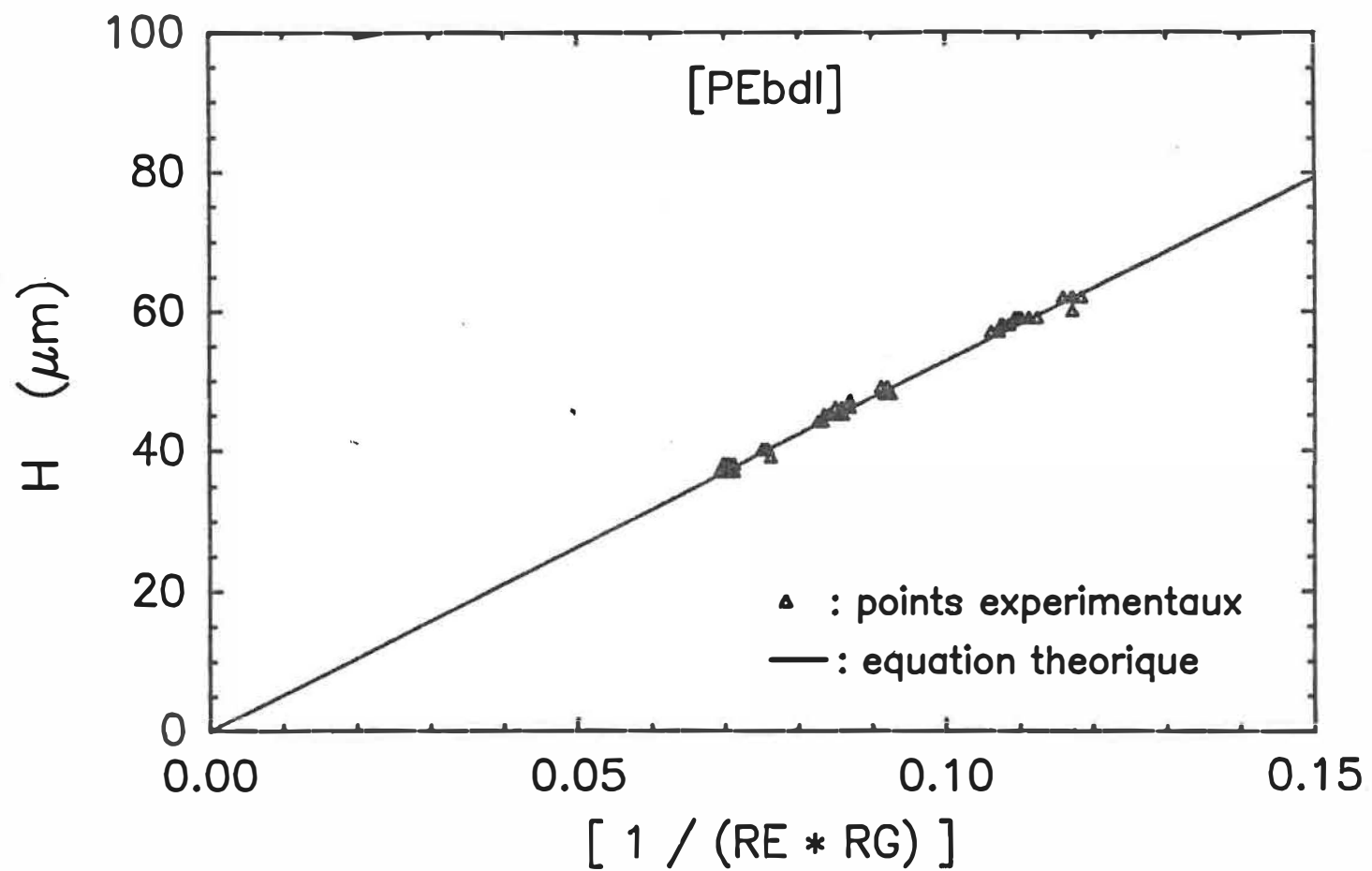


Figure 5.2.1-A: Epaisseur des films de PEBdl en fonction de l'inverse du produit de RE et RG

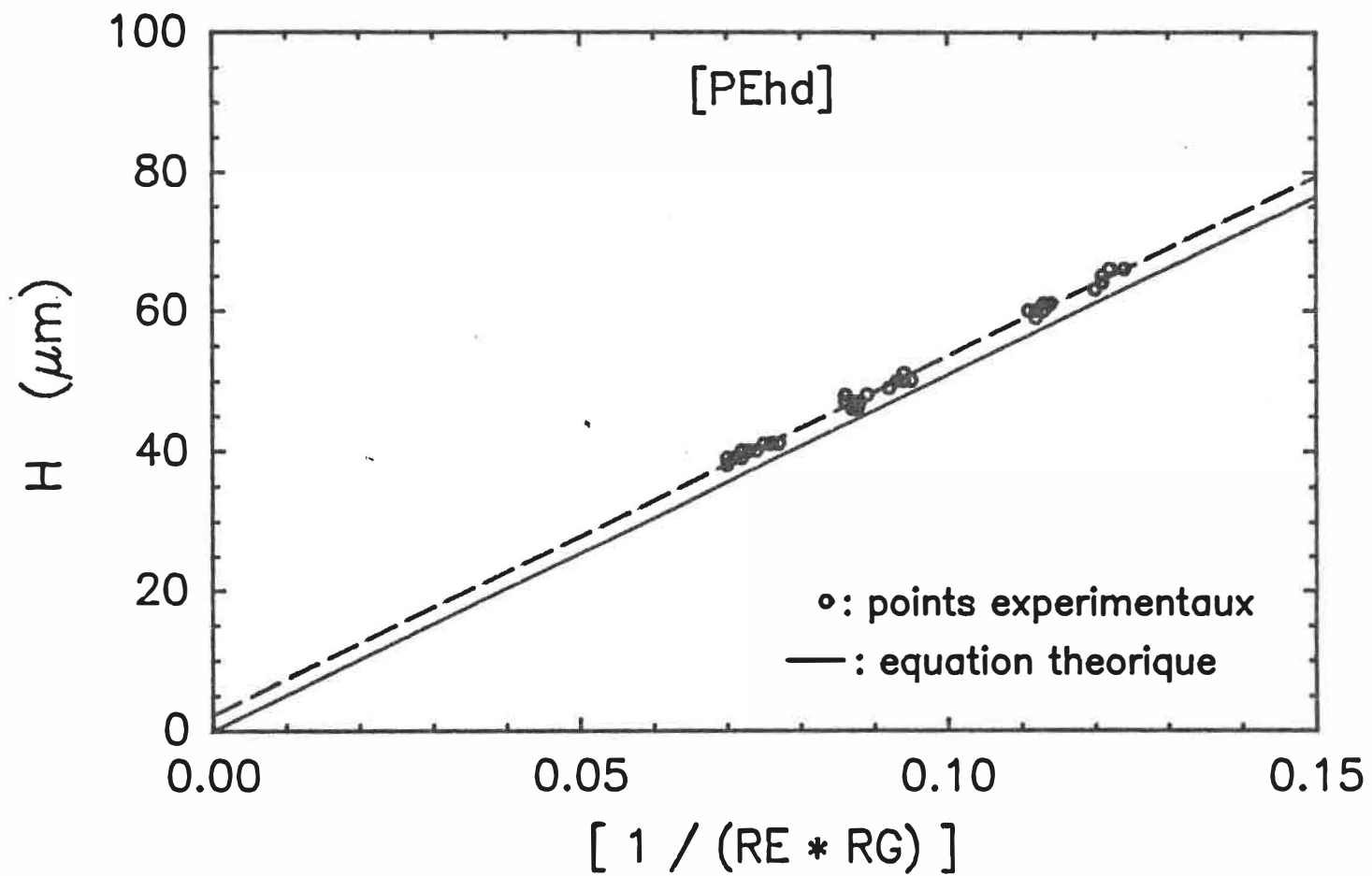


Figure 5.2.1-B: Epaisseur des films de PEhd en fonction de l'inverse du produit de RE et RG

Kwack, lors de ses expériences sur trois différents grades de PEbd (#10), a tracé le graphique des épaisseurs des films en fonction du produit de RG et de RE. Les résultats expérimentaux collaient très bien à l'équation théorique.

5.2.2 La hauteur de solidification (Z)

La hauteur de solidification est affectée par des variations au niveau du ratio d'étirement (RE), du débit de l'air de refroidissement (Q_{ar}) et des températures de régulation (T_r). Les effets de ces trois paramètres sont présentés globalement aux figures 5.2.2-A et B, de même qu'aux tableaux G-2 et G-3.

a) Effets du ratio d'étirement (RE)

La hauteur de solidification augmente généralement avec une augmentation du RE dans les expériences menées dans cette étude. Pour le PEbd1, ce comportement n'est toutefois qu'une tendance non-significative; Z augmente en moyenne de 5 mm lorsque RE augmente de 3.5 à 4.5, mais demeure constant lorsque RE augmente de 4.5 à 5.5. Pour le PEhd, ce comportement est significatif, et une variation moyenne de 16 mm au niveau de Z est observée lorsque le RE

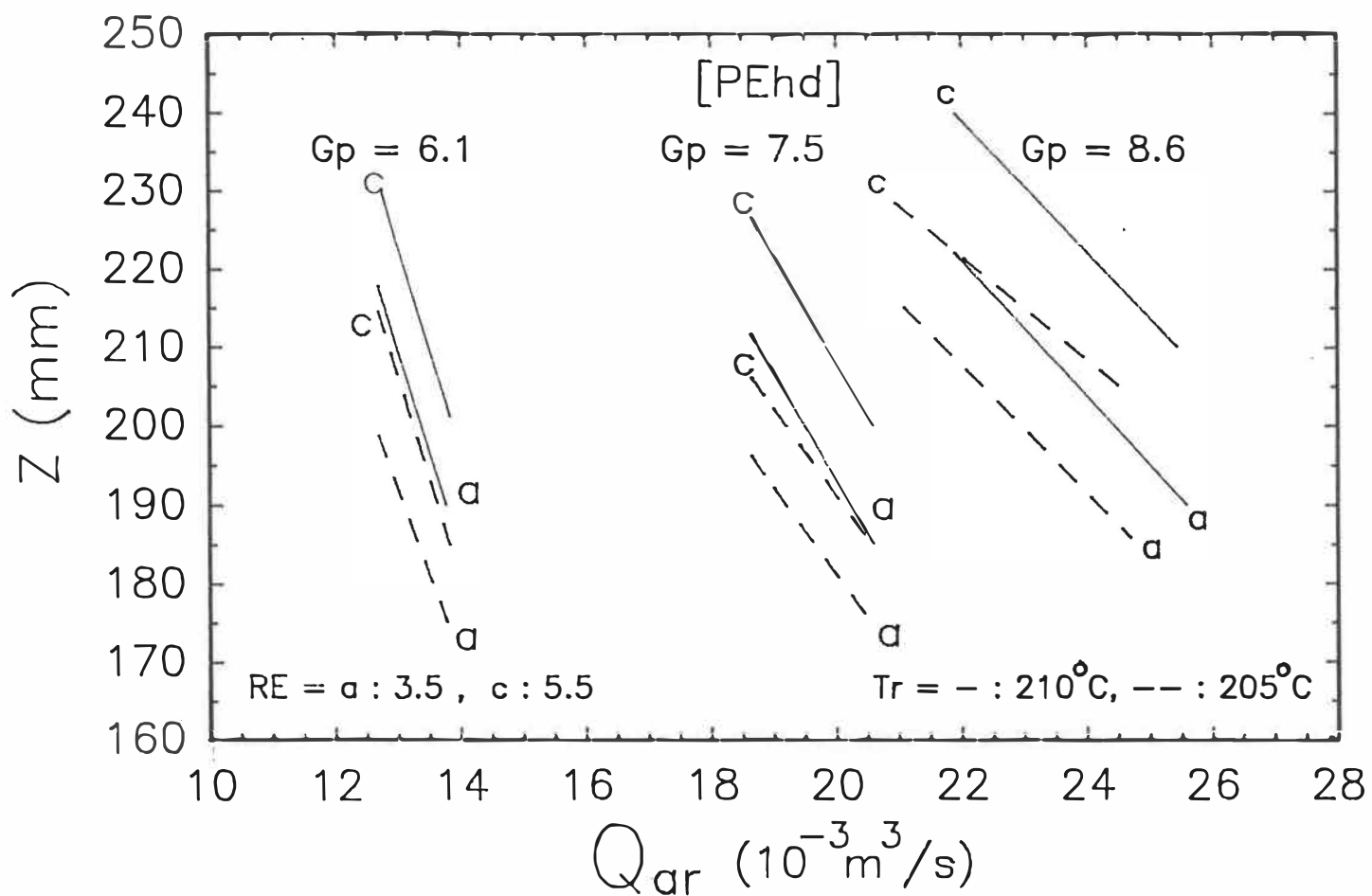


Figure 5.2.2-A: Effets de RE, de Q_{ar} et de T_r sur la hauteur de solidification des films de PEhd

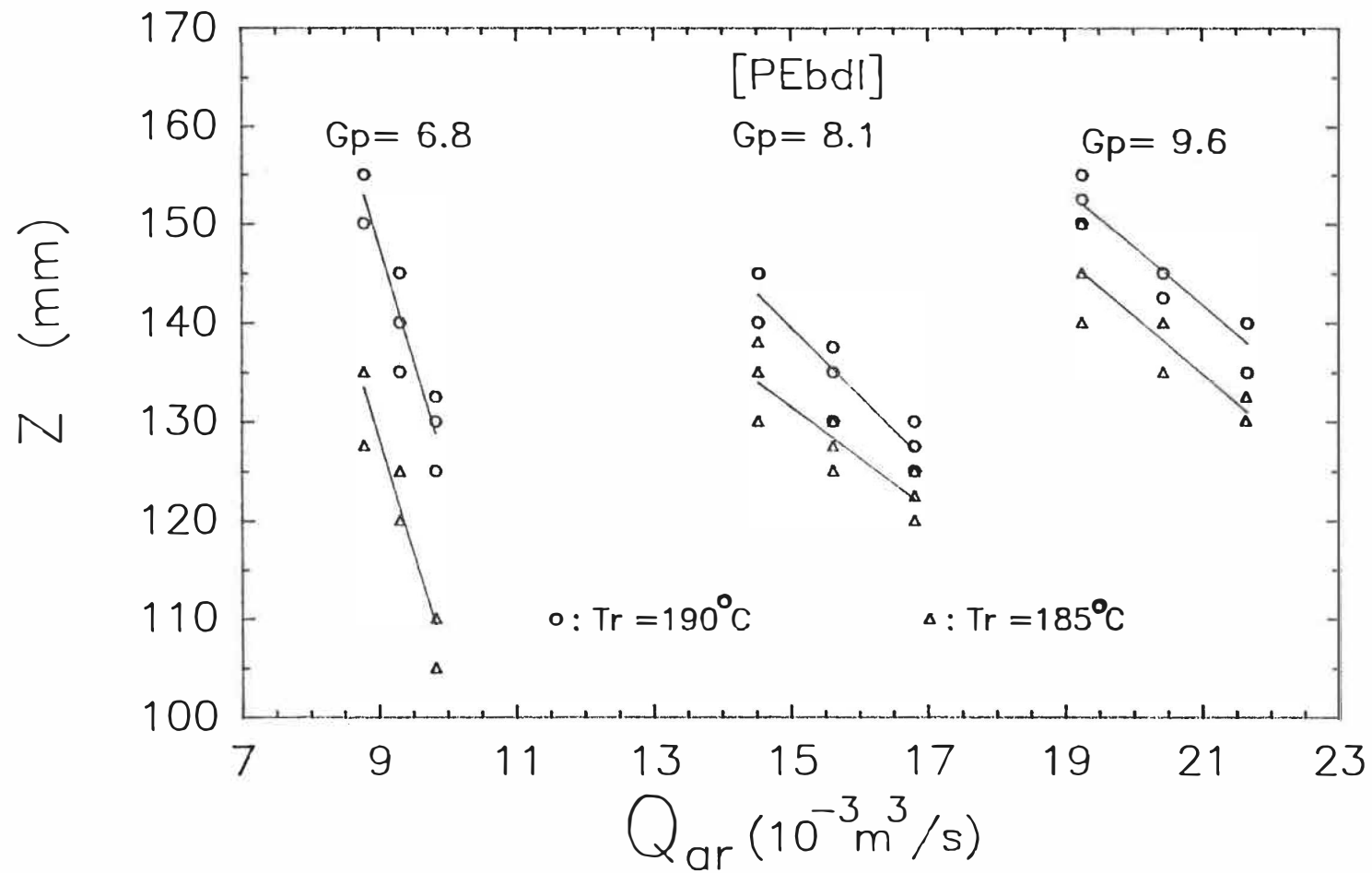


Figure 5.2.2-B: Effets de Q_{ar} et de Tr sur la hauteur de solidification des films de PEbdI ($RE = 3.5, 4.5, 5.5$)

passé de 3.5 à 5.5 .

Wagner (#17) a observé le même comportement lors de ses travaux menés sur du PEbd. Haw (#34), par contre, a observé l'effet contraire pour du PET et du PEbd. Haw explique qu'une augmentation au niveau de RE entraîne une réduction de l'épaisseur du film dans la région située entre la filière et la ligne de solidification. Les travaux de Park (#24,46) ont en effet démontré que le profil de réduction d'épaisseur (H/H_r) le long de l'axe de la bulle, diminuait pour un RE plus élevé. La température d'un film plus mince étant plus facile à réduire, Z se doit donc de diminuer.

L'argument de Haw est correct. Cependant, si une augmentation de RE entraîne une réduction de l'épaisseur entre la filière et la ligne de solidification, la vitesse de déplacement du film dans cette région augmente et les conditions régissant le transfert thermique par convection forcée changent. A ce sujet, Throne a développé des équations de transfert thermique qui démontrent que le coefficient de transfert thermique par convection, diminue lorsque la vitesse d'étirement augmente (#47).

Dans le cas du PEbd1, l'angle avec lequel l'air de refroidissement frappe le film est pratiquement perpendiculaire au déplacement de la bulle. Une augmentation de la vitesse de déplacement du film implique donc, dans ce cas-ci, un temps de contact plus court, entraînant du même coup une réduction du transfert thermique par convection forcée. La hauteur de solidification devrait donc augmenter. Comme l'effet du RE est une tendance non-significative pour le PEbd1, ceci nous indique que l'effet de la réduction de l'épaisseur sur le transfert thermique, est légèrement inférieur à l'effet du temps de contact plus court. Le transfert thermique n'est donc pas affecté suffisamment pour que Z soit changé significativement. Cependant, à des RE plus élevés, l'effet de réduction de l'épaisseur compense totalement l'effet de contact plus court car Z ne varie plus avec une augmentation de RE.

Dans le cas du PEhd, l'angle de sortie de l'air de refroidissement engendre un écoulement qui est pratiquement parallèle au déplacement du film. Une augmentation de la vitesse de déplacement de la bulle implique donc dans ce cas-là, une vitesse relative plus faible de l'air de refroidissement par rapport au film. La turbulence (nombre de Reynolds) au niveau du film est donc moins importante,

ce qui entraîne une baisse du coefficient de transfert thermique par convection forcée et une augmentation de Z . L'effet de la diminution de la turbulence sur le transfert thermique est donc plus important pour le PEhd que l'effet de la diminution d'épaisseur, ce qui entraîne une augmentation de Z .

L'effet d'une augmentation de RE sur Z est donc le résultat de deux phénomènes qui s'opposent. S'il y a divergence entre les différents observateurs au sujet de l'effet de RE sur Z , cela est probablement imputable à une différence au niveau des conditions de refroidissement, qui font changer le phénomène qui prédomine sur le transfert thermique. Les résultats concernant le PEbd1 illustrent bien cela.

b) Effets du débit de l'air de refroidissement (Q_{ar})

La hauteur de solidification diminue avec une augmentation du débit de l'air de refroidissement. Ce résultat était attendu intuitivement et il est démontré par les résultats expérimentaux de cette étude et par les résultats d'autres chercheurs (réf. #16,10). Une augmentation de Q_{ar} augmente en effet la turbulence au niveau de la surface du film qui entraîne alors un meilleur

transfert thermique.

Pour les deux polymères, l'amplitude avec laquelle Z est affecté par Q_{ar} est influencée par le débit de polymère extrudé (G_p). Les valeurs de $(\Delta Z/\Delta Q_{ar})$ tracées en fonction de G_p (voir fig. 5.2.2-C) nous permettent en effet d'observer que Z est moins affecté par une variation de Q_{ar} à débit élevé qu'à bas débit. A bas débit ($G_p < 7.0$ kg/h), les deux polymères voient leur Z diminuer d'environ 24 mm par 10^{-3} m³/s d'air de refroidissement, tandis qu'à G_p élevé ($G_p > 9.0$ kg/h) Z ne diminue que de 6 mm par 10^{-3} m³/s. Ce phénomène se produit parce qu'à G_p plus élevé, le Q_{ar} requis pour obtenir un même Z est plus important. Donc pour une variation de Q_{ar} donnée, cette variation est relativement plus importante à bas G_p qu'à G_p élevé.

Pour le PEbd1, un état d'équilibre au niveau du refroidissement semble atteint autour de 8.0 kg/h puisque $(\Delta Z/\Delta Q_{ar})$ atteint un plateau à ce moment.

Le coefficient de transfert thermique par convection (h) entre la filière et la ligne de solidification a été étudié par Kanai et White (#19). Ils ont considéré un cylindre de hauteur dz dont le diamètre varie avec Z . Il ont trouvé que h était proportionnel au nombre de Reynolds

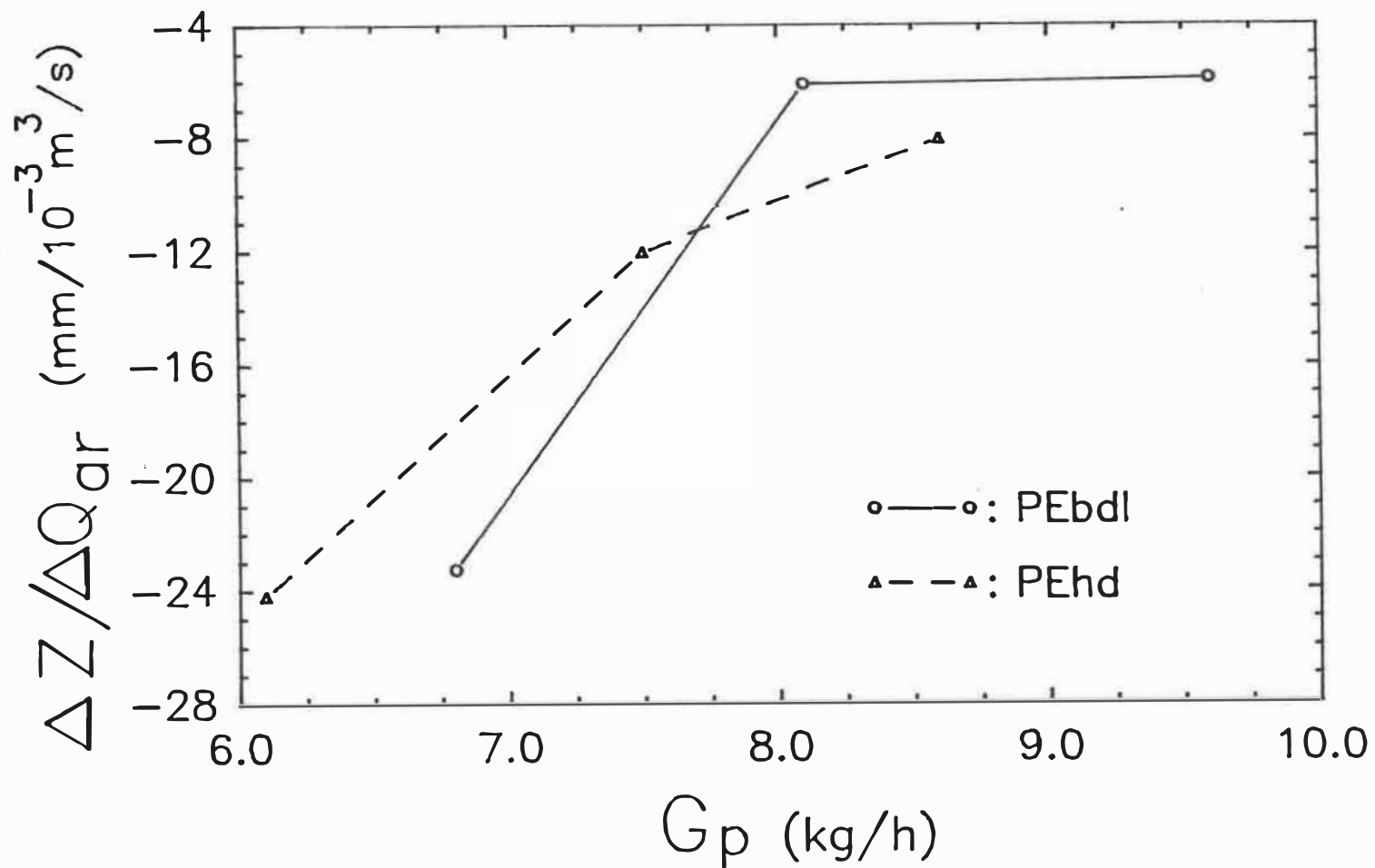


Figure 5.2.2-C: Effets du débit de polymère extrudé sur la variation de Z en fonction de la variation de Q_{ar}

à la puissance 0.76 . Rappelons que le nombre de Reynolds dépend directement de la vitesse relative de déplacement de l'air. Leurs résultats montrent de plus, qu'une fois arrivé à un certain nombre de Reynolds (5×10^3), le coefficient de transfert atteint un plateau et n'augmente plus que très légèrement avec une augmentation du nombre de Reynolds. Ainsi donc, h n'augmente pas d'une façon illimitée avec une augmentation de vitesse de l'air, mais atteint un plateau. Ceci explique probablement le plateau que $(\Delta Z / \Delta Q_{ar})$ atteint pour le PEbd1. Comme l'air de refroidissement frappe assez perpendiculairement la bulle de PEbd1, les vitesses de déplacement de l'air sont plus grandes que si l'air s'écoulait parallèlement à la bulle.

c) Effets des températures de régulation (T_r)

La hauteur de solidification diminue avec une diminution des températures de régulation (fig. 5.2.2-A et B). Lorsque T_r diminue, cela entraîne une diminution de la température du polymère fondu (T_{pf}). La température à laquelle le film sort de la filière étant plus basse, il est possible de refroidir le film plus rapidement et ainsi abaisser Z .

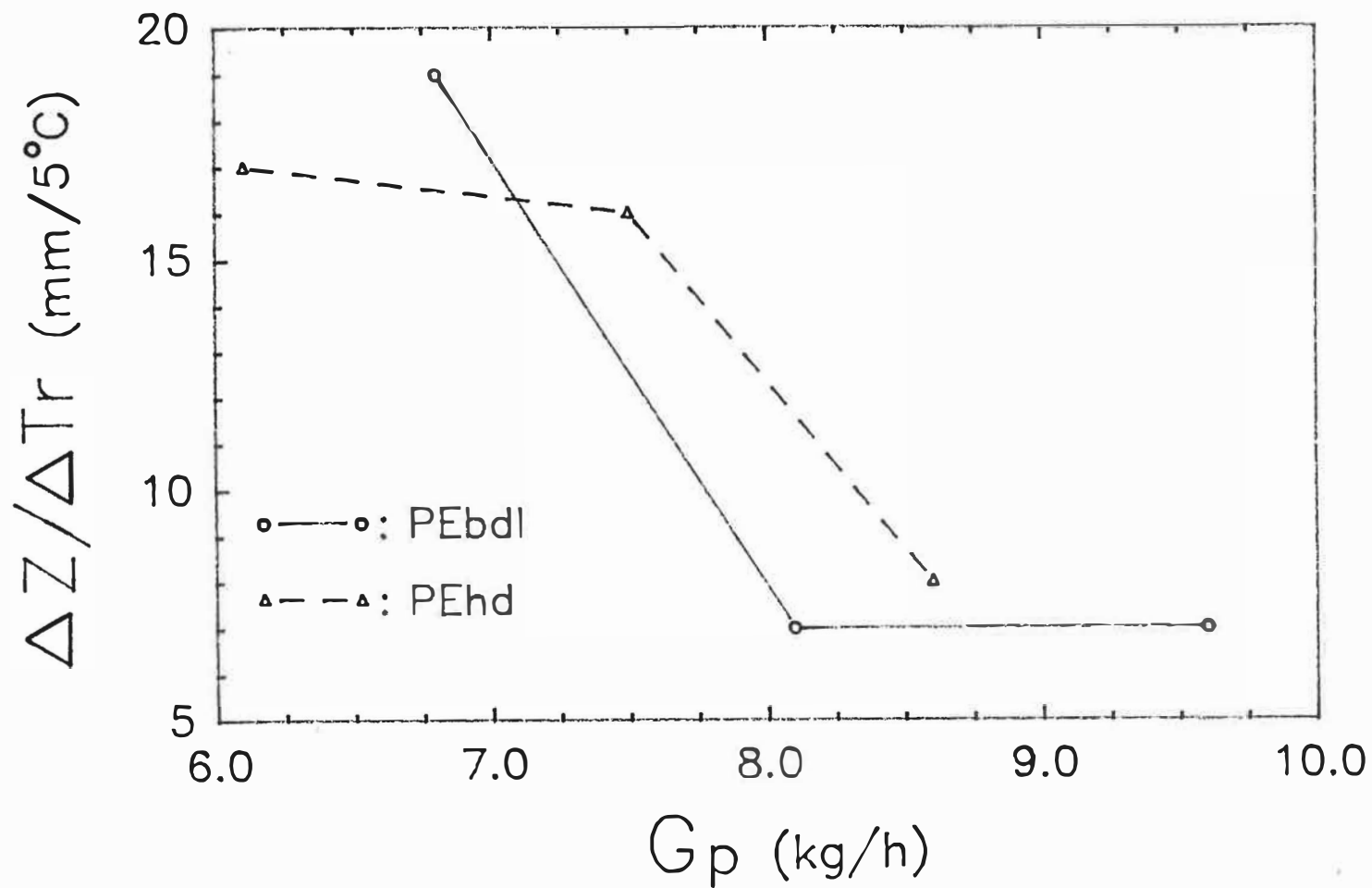


Figure 5.2.2-D: Effets du débit de polymère extrudé sur la variation de Z en fonction de la variation de T_r

Le G_p influence le comportement de Z vis-à-vis T_r . A la figure 5.2.2-D on peut constater que Z est influencé davantage par une variation de T_r à bas débit qu'à débit élevé. On observe ainsi qu'à bas débit ($G_p < 7.0$ kg/h), Z diminue en moyenne de 18 mm pour une réduction de T_r de 5°C pour les deux polymères, tandis qu'à débit plus élevé ($G_p > 8.0$ kg/h), cette diminution de Z n'est plus que de 7.5 mm en moyenne.

Il peut être utile à ce moment-ci d'examiner le transfert thermique qui se produit entre la filière et la ligne de solidification. Pour ce faire, une approche simplifiée est considérée. Ainsi, le rayonnement et la conduction sont négligés (voir section 3.1.3-a), et nous considérons un cylindre de diamètre constant comme forme à analyser. Dans le cas des bulles de PEhd, cette dernière approximation n'est pas trop mauvaise. L'expression de la chaleur à éliminer est la suivante (#48):

$$Q_r = G_p (C_p * (T_{pr} - T_m) + \Delta H_c) \quad \text{éq.5.2.2-1}$$

Ici ΔH_c représente la chaleur dégagée lors de la cristallisation. L'expression de la chaleur transférée par convection forcée est la suivante:

$$Q_r = h * A * (\Delta T)$$

$$= h * (\pi * D_r * Z) * ((T_{pr} + T_m)/2 - T_{ar}) \quad \text{eq. 5.2.2-2}$$

En combinant les équations 5.2.2-1 et 5.2.2-2, on obtient:

$$Z = \frac{G_p * (C_p * (T_{pr} - T_m) + \Delta H_c)}{h * (\pi * D_r) * ((T_{pr} + T_m)/2 - T_{ar})} \quad \text{eq. 5.2.2-3}$$

Nous verrons dans la section 5.2.6-b, que la cristallinité des films des deux polymères n'est pas affectée par une variation de T_r . En considérant ce dernier point, plusieurs essais mathématiques ont été faits, à l'aide de l'équation 5.2.2-3, afin de tenter d'expliquer pourquoi la bulle est plus affectée à bas G_p par une variation de T_r . L'explication qui découle de ces tentatives est que le coefficient de transfert thermique serait augmenté d'une façon significative lorsque que T_r est diminuée à bas G_p . Aucune explication valable n'a cependant pu être trouvée pour expliquer pourquoi le coefficient de transfert thermique serait amélioré lorsque T_r est diminuée à bas débit.

Il est intéressant de noter qu'en plus de retrouver le même comportement observé précédemment pour Z vis-à-vis Q_{ar} , les formes des deux courbes (PEhd et PEbd1) sont très similaires à celles des deux courbes de $(\Delta Z / \Delta Q_{ar})$ en fonction de G_p . Ainsi, pour le PEhd, l'effet T_r en fonction de G_p diminue d'une façon parabolique tandis que pour le PEbd1, un équilibre est atteint autour de 8.0 kg/h.

5.2.3 La largeur du film (W)

La largeur du film démontre les mêmes comportements que la hauteur de solidification face à des variations de RE , de Q_{ar} et de T_r . C'est-à-dire que W augmente si RE augmente, qu'il diminue lorsque Q_{ar} augmente et qu'il diminue lorsque T_r diminue. De plus, la largeur du film est déterminée par le volume d'air contenu à l'intérieur de la bulle. Ainsi, lorsque Z varie, la forme de la bulle change, entraînant alors un changement au niveau du diamètre de la bulle, donc au niveau de W . La largeur du film est donc dépendante de la hauteur de solidification, et varie dans la même direction.

Les résultats des régressions linéaires sont présentés au tableau G-4. On peut observer que les variations de W

par rapport aux variations de Z sont pratiquement de même amplitude pour les deux polymères étudiés, c'est-à-dire de 0.134 mm/mm. Cette amplitude est toutefois légèrement inférieure pour le PEbd1 à un débit de 9.6 kg/h, qui est de 0.104 mm/mm.

5.2.4 La température de surface (T_s)

Intuitivement, on peut dire que la température de la surface de la bulle (T_s) mesurée à un point spécifique, fixe dans l'espace et localisé juste après la filière, est déterminée par la T_{pr} et l'efficacité du refroidissement. Les résultats expérimentaux, qui sont présentés aux figures 5.2.4-A et B, de même qu'aux tableaux G-5 et G-6, montrent que T_s est effectivement dépendant du débit d'air de refroidissement (Q_{ar}) et des températures de régulation (T_r). De plus, il s'avère que cette variable est aussi influencée par le ratio d'étirement.

a) Effets du ratio d'étirement (RE)

Il a été mentionné à la section 5.2.2-a, que le RE changeait le coefficient de transfert thermique entre l'air de refroidissement et la surface de la bulle. Il est donc normal de voir T_s affectée par un changement de RE. La

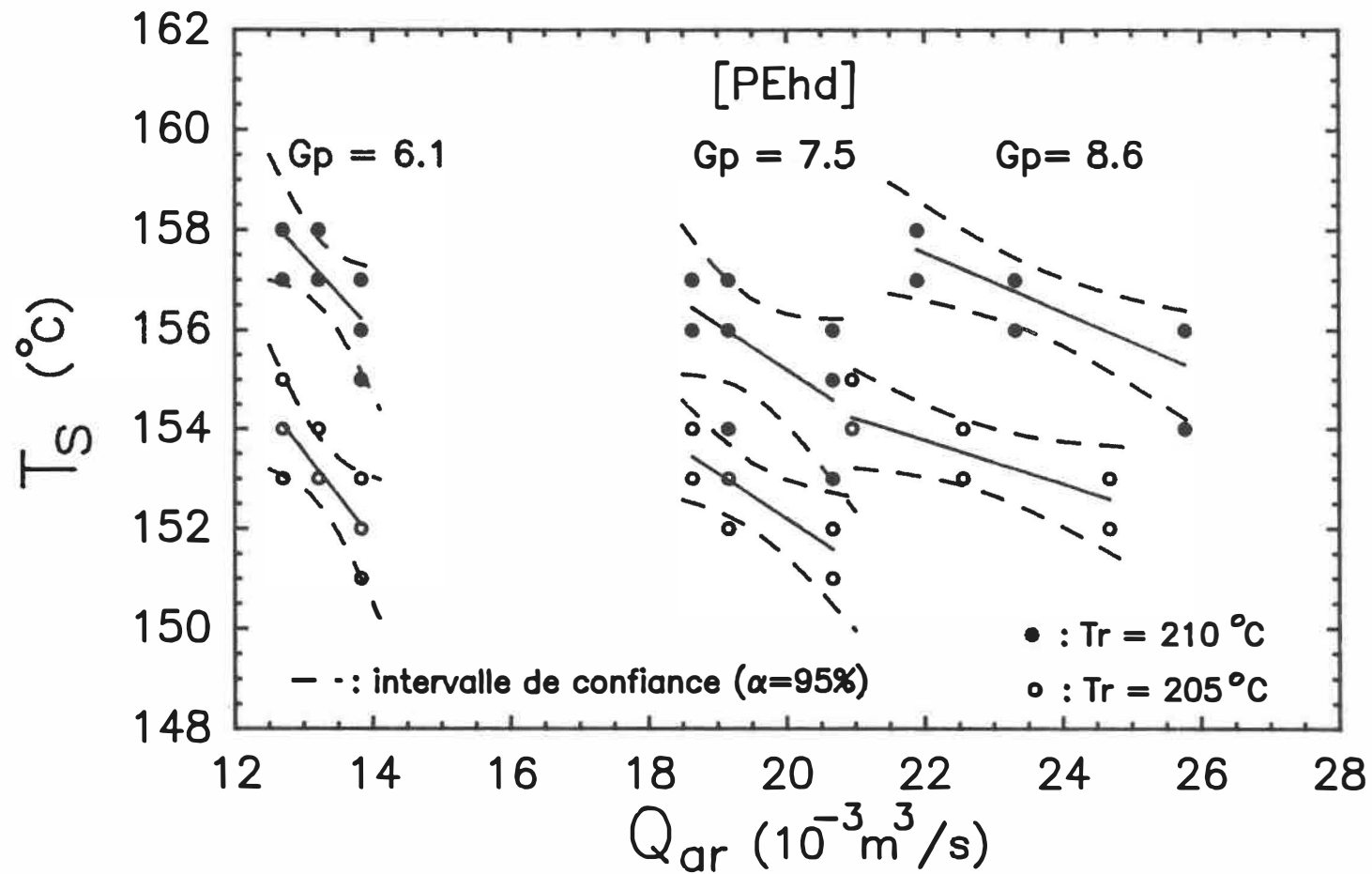


Figure 5.2.4-A: Effets de Q_{ar} et de T_r sur T_s pour les films de PEhd

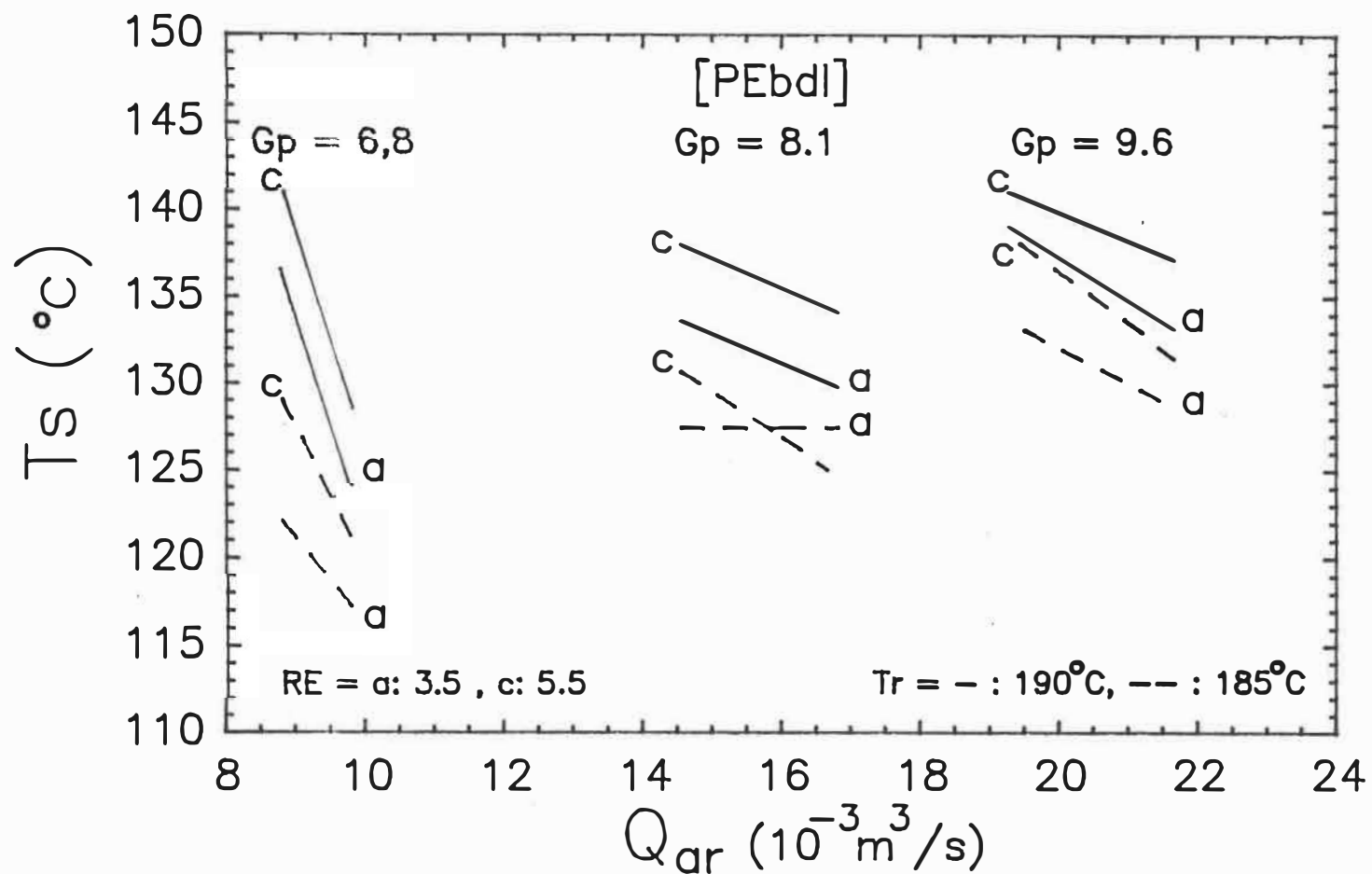


Figure 5.2.4-B: Effets de RE, de Q_{ar} et de T_r sur T_s pour des films de PEbd1

température $T_{\bullet}$ augmente généralement avec une augmentation du RE. Ceci confirme l'allégation faite à la section 5.2.2-a concernant l'effet plus important du changement de coefficient de transfert thermique de convection forcée comparativement à la réduction de l'épaisseur du film. Il est bon de noter que Haw, qui avait observé un comportement contraire concernant Z en fonction de RE a aussi observé un comportement contraire à celui observé dans cette étude concernant $T_{\bullet}$ en fonction de RE. Il y a donc cohérence dans les deux études concernant l'effet de RE sur Z et sur $T_{\bullet}$, malgré leurs conclusions différentes.

La relation entre $T_{\bullet}$ et RE n'est toutefois qu'une tendance non significative pour le PEhd, mais est significative pour le PEbd1. La température $T_{\bullet}$ pour le PEbd1 augmente en moyenne de 1°C lorsque RE est augmenté d'une unité, c'est-à-dire lorsque RE passe de 3.5 à 4.5, ou de 4.5 à 5.5.

Le fait que la $T_{\bullet}$ du PEhd ne soit pas affectée de façon significative par une variation de RE mais que Z le soit, et que ce phénomène soit l'inverse pour le PEbd1, s'explique par deux raisons. Premièrement le Z du PEhd est très élevé par rapport au Z du PEbd1, ce qui donne au PEhd beaucoup plus de temps pour réduire son épaisseur et

refroidir sa température; la température de surface de la bulle de PEhd diminue donc plus lentement que celle du PEbd1 jusqu'à Z (ex. 5°C/210mm pour le PEhd versus 5°C/140mm pour le PEbd1). Deuxièmement, le point de lecture de T_s , qui est fixe dans l'espace, se trouve relativement loin de Z pour le PEhd et près de Z pour le PEbd1. Ainsi, en prenant la filière comme référence, le point de lecture de T_s pour le PEhd se situe à environ 28 % de la distance séparant la filière et la ligne de solidification et celui du PEbd1 se situe à environ 43 %.

Donc, la lecture de T_s n'est pas une bonne indication de ce qui se passe au niveau du profil complet de la température de surface du film, entre la filière et Z.

Les résultats concernant le PEbd1 semblent suggérer que, malgré le fait qu'une augmentation de RE provoque une augmentation significative de T_s , cela n'est pas suffisant pour affecter significativement Z.

b) Effets du débit de l'air de refroidissement (Q_{ar})

Une augmentation du débit d'air de refroidissement diminue d'une façon significative la température T_s . Un Q_{ar} plus grand produit une vitesse supérieure au niveau de la surface de la bulle et un meilleur transfert thermique est alors possible, ce qui fait diminuer T_s . Ce comportement est toutefois amenuisé avec une augmentation de G_p . Ainsi, tel qu'illustré à la figure 5.2.4-C, la variation de T_s par rapport à une variation de Q_{ar} , diminue d'une façon linéaire avec G_p pour le PEhd. L'effet de Q_{ar} sur T_s diminue d'un facteur de trois lorsque G_p passe de 6.1 à 8.6 kg/h.

Pour le PEbd1, l'effet de refroidissement est 6 fois supérieur à un débit de 6.6 kg/h qu'à un débit de 9.6 kg/h pour des T_r de 190°C, et 2,5 fois supérieur pour des T_r de 185°C. On peut constater que pour le PEbd1, une augmentation de G_p amène le comportement de T_s vis-à-vis Q_{ar} à se stabiliser vers 2.0 °C/(10⁻³m³/s) et que les températures de régulation influencent aussi ce comportement.

Une augmentation de G_p diminue l'impact que Q_{ar} a sur T_s car pour une variation spécifique, elle est relativement

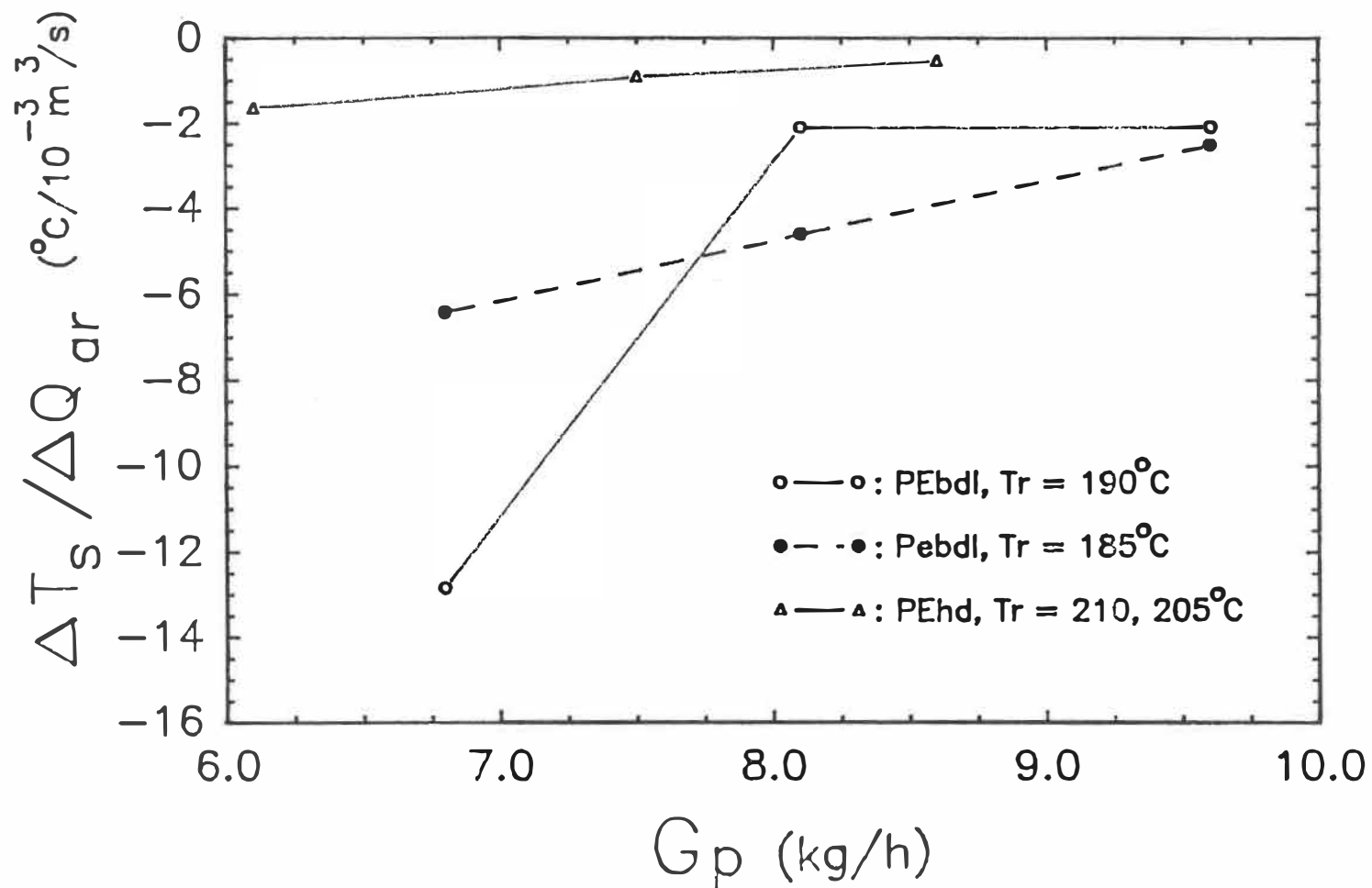


Figure 5.2.4-C: Effets du débit de polymère extrudé sur $(\Delta T_s / \Delta Q_{ar})$ pour les films de PEhd et de PEbdI

plus importante par rapport au niveau de Q_{ar} à bas débit qu'à débit élevé; et ce pour la même raison qui a été invoquée à la section précédente pour expliquer pourquoi l'impact de Q_{ar} sur Z diminuait avec une augmentation de G_p .

c) Effets des températures de régulation (T_r)

On sait qu'une diminution de T_r provoque une diminution de T_{pr} ; la quantité de chaleur à être échangée avec l'extérieur est donc réduite. Comme Q_{ar} demeure constant, le coefficient de transfert thermique demeure sensiblement le même et permet d'abaisser T_m .

Pour les résultats expérimentaux concernant le PEhd, une variation moyenne de 3.5°C au niveau de T_m est observée pour une variation de 5°C au niveau de T_r . Pour le PEbd1, cette variation de T_m varie selon G_p (fig. 5.2.4-D). Ainsi, elle est de $10.5^{\circ}\text{C}/5^{\circ}\text{C}$ pour un G_p de 6.8 kg/h et diminue presque linéairement pour atteindre $4.6^{\circ}\text{C}/5^{\circ}\text{C}$. Le fait que la variation de T_m soit plus grande que la variation de T_r pour le PEbd1 s'explique par la proximité du point de lecture de T_m de la ligne de solidification. Comme Z est très affecté par une variation de T_r à bas débit (fig. 5.2.2-C), le point de lecture se retrouve

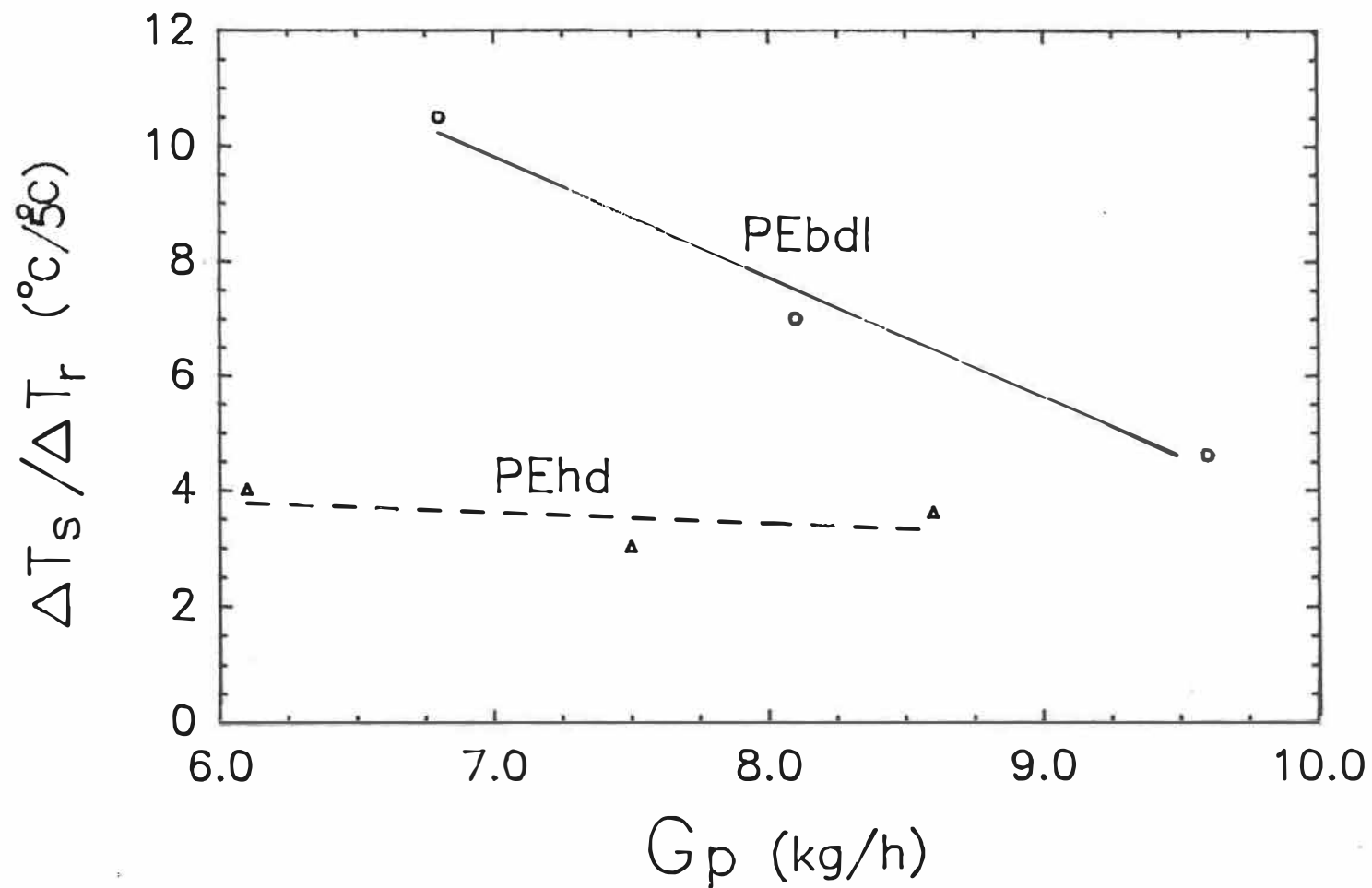


Figure 5.2.4-D: Effets du débit de polymère extrudé sur ($\Delta T_s / \Delta T_r$) pour les films de PEhd et de PEbdI

probablement dans la courbure de la bulle, ce qui fait réduire très rapidement l'épaisseur du film et conséquemment $T_{\bullet}$ est réduit.

d) Effets du débit de polymère extrudé (G_p)

On a vu à la section 5.1.1, qu'une augmentation de $N_{\bullet}$, donc de G_p , n'augmente pas la température du polymère fondu ($T_{p\tau}$) du PEhd, mais augmente celle du PEbd1. On retrouve exactement le même comportement avec $T_{\bullet}$, ce qui confirme la validité de ces deux observations (voir fig. 5.2.4-E).

5.2.5 La pression interne de la bulle (P_b)

La pression interne de la bulle est une mesure de la force qui doit être appliquée sur la bulle pour produire son expansion (#23). Pour un point localisé entre la filière et la ligne de solidification, et en négligeant le poids de la gaine, P_b peut s'exprimer comme suit (#19, 49, 50):

$$P_b = \frac{H \sigma_{11}}{R_1} + \frac{H \sigma_{22}}{R_2} \quad \text{éq. 5.2.5-1}$$

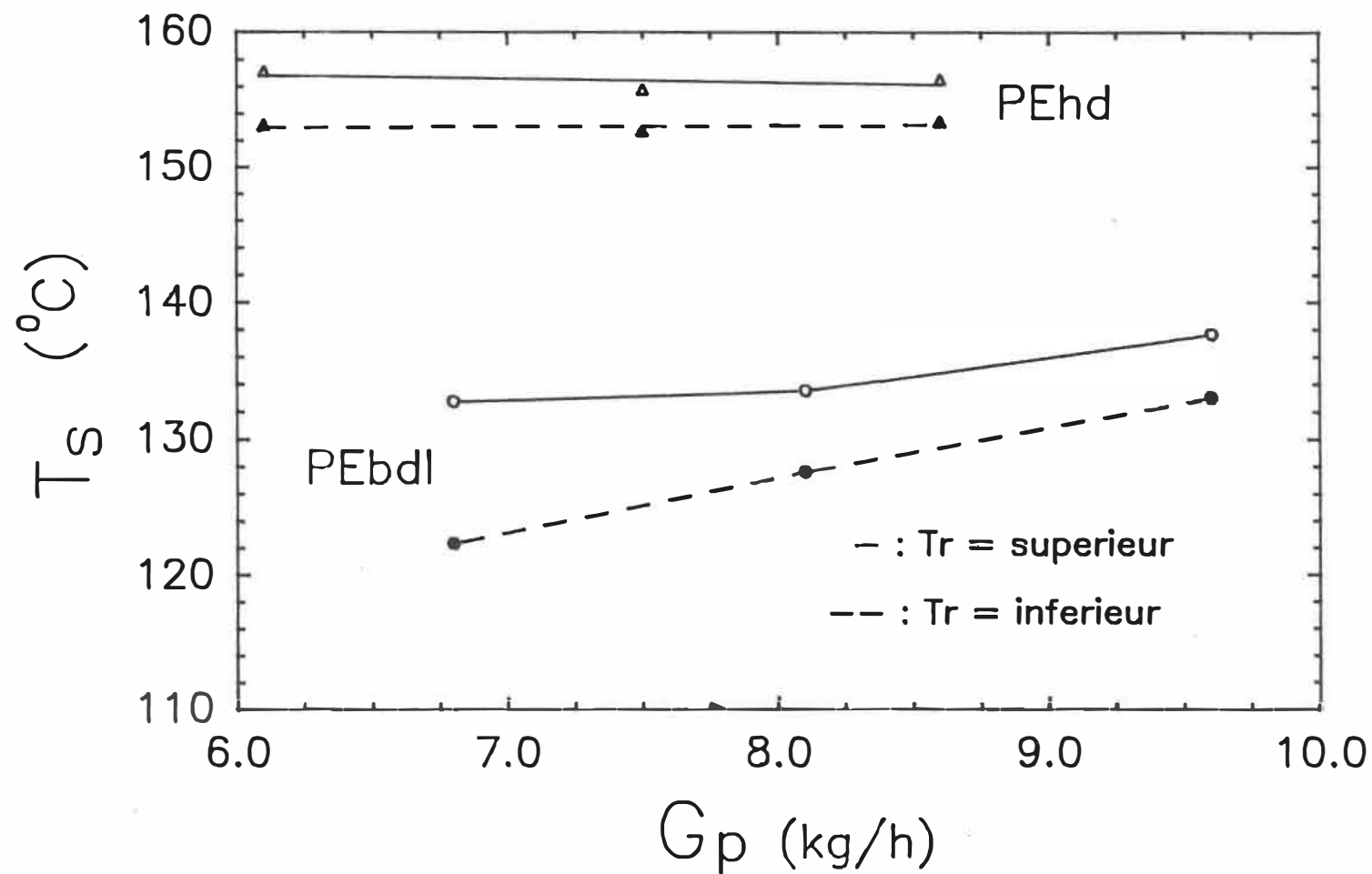


Figure 5.2.4-E: Effets du débit de polymère extrudé sur T_s des films de PEhd et de PEbd1

où σ_{11} : contrainte exercée sur le film à un point X dans le sens DM

σ_{22} : contrainte exercée sur le film à un point X dans le sens DT

R_1 et R_2 : rayons de courbure principaux de la bulle au point X

H : épaisseur du film au point X considéré

A partir de la ligne de solidification, le rayon de courbure R_1 devient infini, puisque la paroi du film dans le sens DM devient parallèle au déplacement de la bulle (#51). L'expression présentée plus haut devient donc :

$$P_b = \frac{H \sigma_{22}}{D_b/2} \quad \text{éq. 5.2.5-2}$$

Dans cette expression, H est l'épaisseur finale du film et D_b est le diamètre final de la bulle.

La pression interne de la bulle est déterminée par la masse d'air introduite dans la bulle et le volume occupé

par cette masse d'air. La masse d'air introduite pour un volume de bulle donné, est fonction de la force que l'air doit exercer sur la paroi du film afin que la bulle maintienne sa forme. Cette force dépend du comportement rhéologique du polymère à ces conditions. Le volume occupé par l'air, pour un polymère spécifique, est fonction du diamètre final de la bulle (D_b), des rayons de courbure de la bulle et de Z . Le diamètre de la bulle dépend du RG initial et de Z ; car nous avons vu précédemment que Z influence W , donc RG. Les rayons de courbure de la bulle dépendent aussi de la position de la ligne de solidification, donc de Z . Il est tout à fait raisonnable de penser que P_b peut être relié à Z lorsque la masse d'air à l'intérieur de la bulle demeure constante.

Les résultats expérimentaux concernant la pression interne de la bulle de PEhd démontrent que la P_b diminue d'une façon non significative avec une augmentation de RE, et augmente significativement avec une augmentation de Q_{ar} et une diminution de T_r . Les résultats expérimentaux se sont de plus avérés être fonction de Z , comme il était anticipé (fig. 5.2.5-A & B). Comme P_b est fonction de Z et que les relations liant Z avec RE, Q_{ar} et T_r ont déjà été analysées, les relations liant P_b à ces paramètres ne sont étudiées que qualitativement.

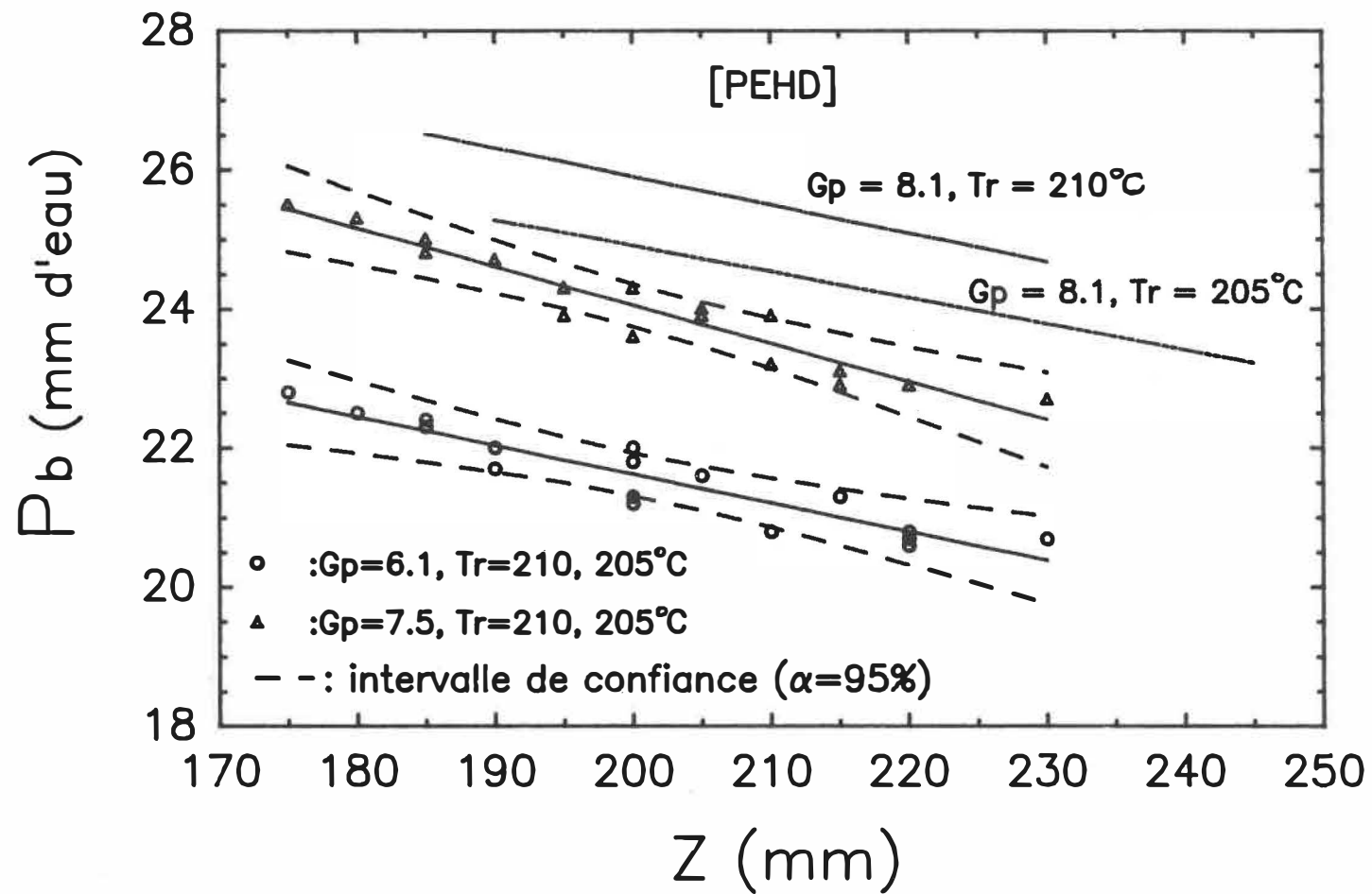


Figure 5.2.5-A: Effets de Z sur la pression interne de la bulle de PEhd
($RE=3.5, 4.5$ et 5.5)

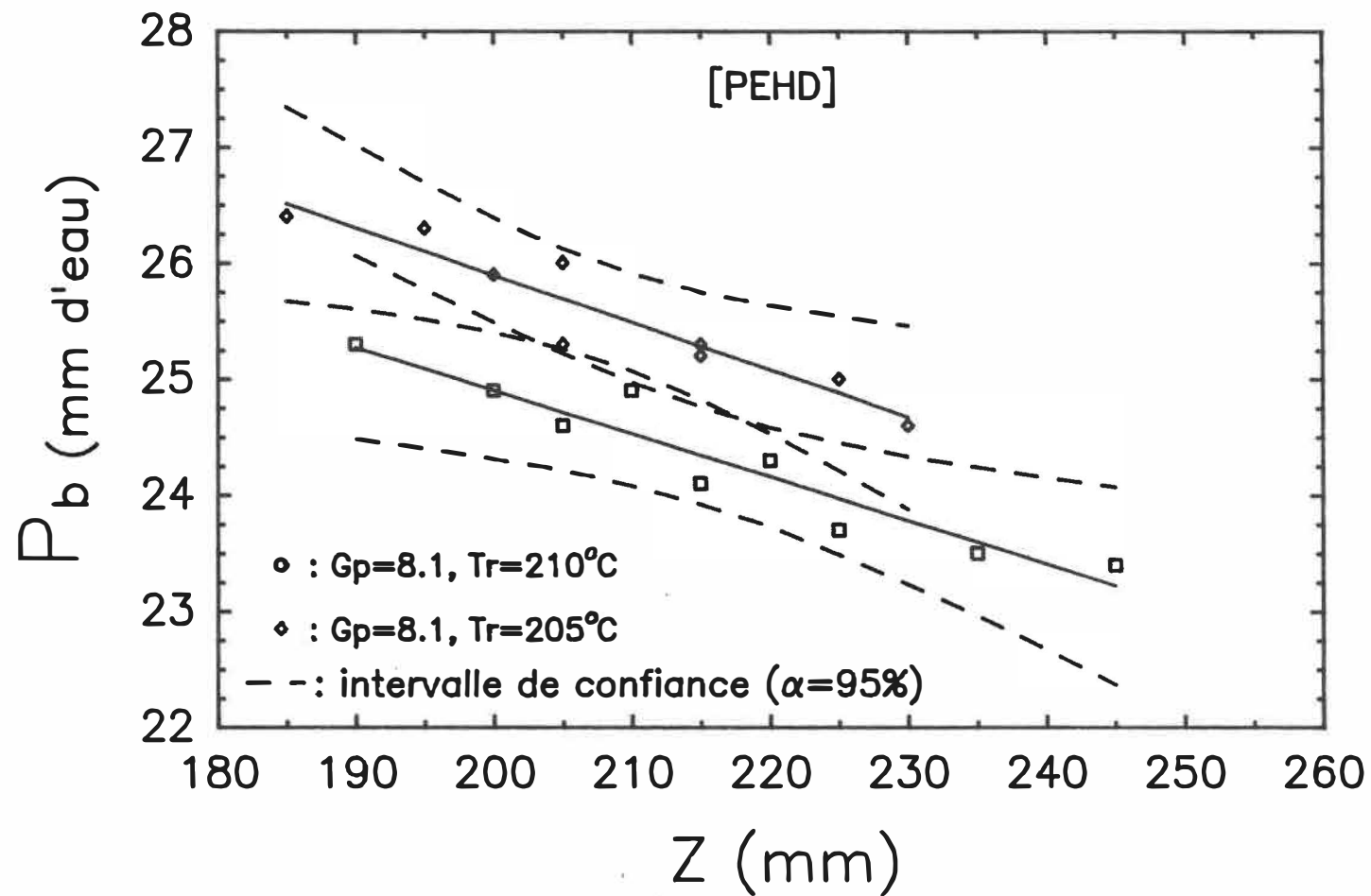


Figure 5.2.5-B: Effets de Z et de T_r sur la pression interne de la bulle de PEhd, pour $G_p=8.1$ kg/h et $RE=3.5$, 4.5 et 5.5

a) Effets du ratio d'étirement (RE)

Les résultats de cette étude ont montré que P_b diminue, mais de façon non significative, avec une augmentation de RE. Kwack (#10) a observé le même comportement pour du PEbd et deux autres chercheurs (#19,#51) ont observé le comportement inverse, pour du PEbd, du PEbd1 et du PEhd. La diminution de P_b avec RE trouve son explication dans la réduction d'épaisseur qui est produite par une augmentation de RE. L'augmentation de P_b avec une augmentation de RE s'explique par une augmentation de σ_{11} et de σ_{22} avec RE, qui a été observée par Kwack (#10,#11,52), Kanai (#19) et Montes et Ramirez (#53). Wagner (#17) a observé quelque chose de très intéressant concernant cette divergence de comportement. Il a en effet observé pour du PEbd, qu'à des RG supérieurs à 2.0, P_b diminuait avec une augmentation de RE, et qu'à des RG inférieurs à 2.0, ce comportement s'inversait.

Donc RE agit sur deux éléments importants qui déterminent la pression interne de la bulle, soit l'épaisseur (H) et les contraintes dans le film (σ_{11} et σ_{22}). Les résultats divergents concernant l'effet de RE sur P_b suggèrent que, dépendant des conditions sous lesquelles la bulle se trouve, un phénomène l'emporte sur

l'autre.

b) Effets du débit de l'air de refroidissement (Q_{ar})
et des températures de régulation (T_r)

Une augmentation de Q_{ar} ou une diminution de T_r entraîne une réduction de Z . Cette baisse de Z permet d'obtenir une orientation plus importante qui a comme effet, à RG constant, d'augmenter les contraintes σ_{11} et σ_{22} à la ligne de solidification (#10,19,52,53). L'épaisseur restant la même, une augmentation de σ_{11} et de σ_{22} entraîne une augmentation de P_b . Les résultats expérimentaux ont confirmé cette allégation, de même que les travaux de Kanai et de Kwack.

c) Effets de la hauteur de solidification (Z)

Les résultats des P_b en fonction de Z sont présentés à la figure 5.2-5-A et B et au tableau 7 de l'appendice G. Le résultat global est que P_b diminue avec Z , pour les raisons expliquées précédemment. On constate que les régressions linéaires de P_b en fonction de Z donnent de bons résultats, et que P_b est de plus fonction de G_p .

d) Effets du débit de polymère extrudé (G_p)

Une augmentation du débit de polymère extrudé (G_p) entraîne une augmentation de pression interne de la bulle pour un même Z et R_G . Cette dernière observation a aussi été faite par Dowd (#23) pour du PEbd de très haute masse moléculaire.

Si on revient aux deux équations présentées au début de cette section, on peut remarquer que pour une même épaisseur et un même R_G , la pression n'augmente que si les contraintes exercées sur le film augmentent. Intuitivement, on peut constater que lors d'une augmentation de débit sans modifier $V_{r\bullet}$ et la masse d'air à l'intérieur de la bulle, l'épaisseur du film augmente et R_G diminue. Si on veut avoir l'épaisseur et le R_G initial, il faut augmenter $V_{r\bullet}$ et la masse d'air à l'intérieur de la bulle. Ce faisant, l'épaisseur diminue et les contraintes qui s'exercent sur le film augmentent, faisant augmenter P_b .

A débit élevé, P_b , en plus d'être fonction de Z et de G_p , varie selon T_r . Si on se rappelle l'effet de G_p sur $(\Delta Z / \Delta T_r)$ pour le PEhd, on se souviendra que, pour une variation de T_r de 5°C , Z varie de 17 et de 16 mm pour des

G_p de 6.1 et de 7.5 kg/h, et varie seulement de 8 mm pour un G_p de 8.6 kg/h. Z n'est donc pas affecté de la même manière par T_r à débit élevé, ce qui explique la différence de comportement au niveau de la P_b .

5.2.6 La cristallinité des films (C)

Les résultats concernant la cristallinité de certains films sont présentés au tableau 5.2.6-A. Comme il a été mentionné à la section 1.1.3-b, la cristallinité est favorisée par un refroidissement lent.

Tableau 5.2.6-A : Cristallinité des films produits

Cristallinité (%)			
PEbd1		PEhd	
Expérience	C (%)	Expérience	C (%)
J-1	48.8	G-1	53.7
J-16	48.9	G-16	53.4
L-1	47.2	I-1	53.2
L-5	47.2	I-5	53.2
L-8	47.7	I-8	53.6
K-1	46.9	H-1	52.9
K-2	46.8	H-2	54.9
K-3	47.1	H-3	51.0
K-16	46.2	H-16	52.3

a) Effets du ratio d'étirement (RE)

La cristallinité du PEbd1 n'est pas affectée significativement par une augmentation du ratio d'étirement, mais celle du PEhd l'est. Dans le cas du PEbd1, une augmentation de RE n'affecte pas significativement Z et T_m augmente légèrement. Donc, on a un film plus mince mais légèrement plus chaud, ce qui donne un Z semblable, donc un temps de refroidissement semblable. La cristallinité n'est donc pas affectée.

Pour le PEhd, une augmentation de RE augmente significativement Z (fig. 5.2.6-A). Donc, malgré le fait que le film soit plus mince, le refroidissement se fait plus lentement, ce qui favorise un niveau de cristallisation plus élevé. On trouve que la cristallinité du PEhd varie linéairement avec RE selon la régression suivante:

$$C_{PEhd} (\%) = 1.960 (RE) + 44.1, \quad n = 3 \quad \text{et} \quad r = 1$$

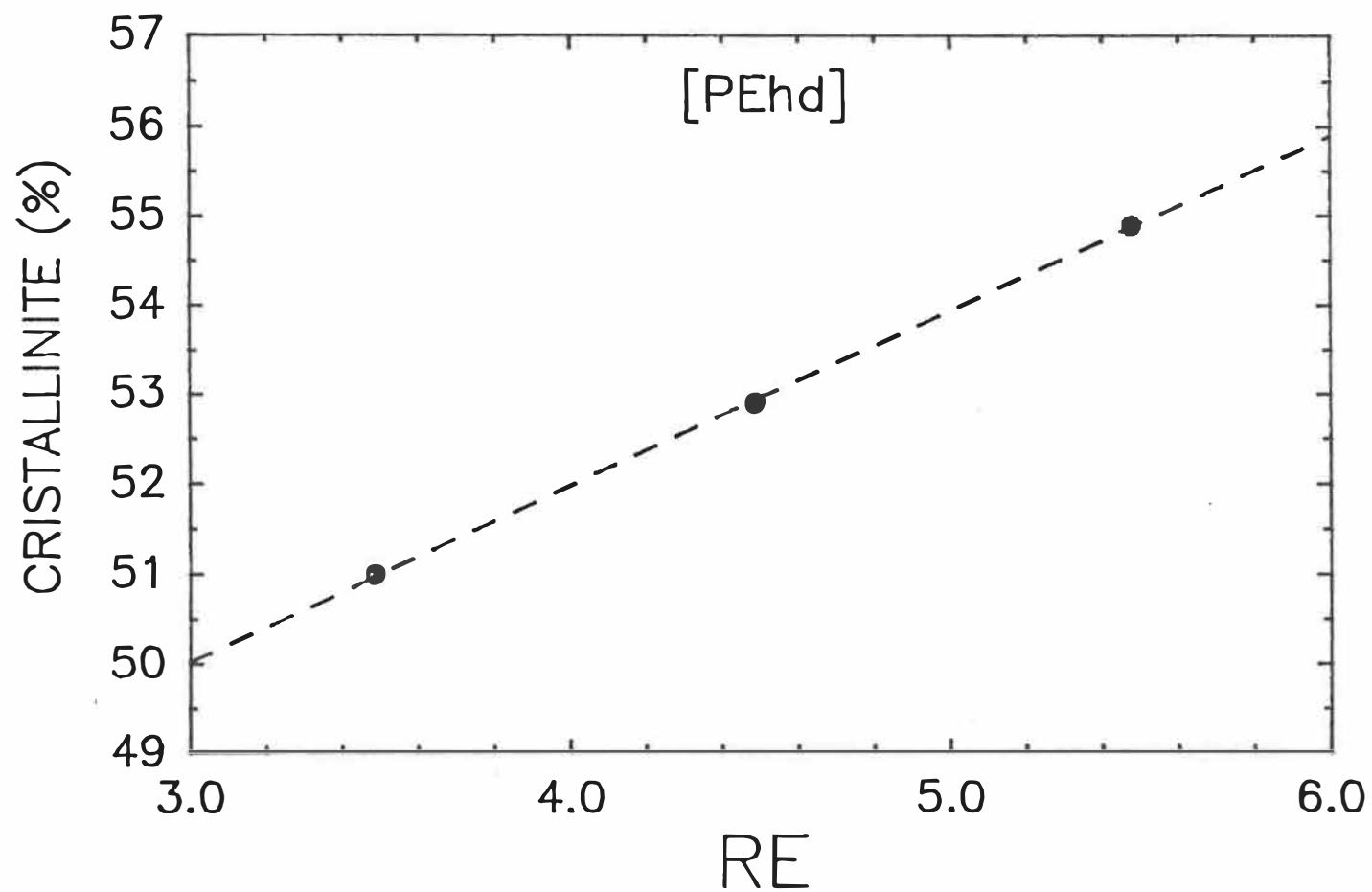


Figure 5.2.6-A: La cristallinité des films de PEhd en fonction de RE

b) Effets du débit de l'air de refroidissement (Q_{ar})
et des températures de régulation (T_r)

Les résultats de cristallinité démontrent que dans le cadre de cette étude, une variation de Q_{ar} ou de T_r n'affecte pas significativement la cristallinité des films produits. La cristallinité des deux polymères a toutefois tendance à diminuer lorsque T_r diminue ou que Q_{ar} augmente, c'est-à-dire lorsque Z diminue et que T_m augmente. Le refroidissement du tube de polymère fondu s'effectue donc plus rapidement, ce qui défavorise le processus de cristallisation.

c) Effets du débit de polymère extrudé (G_p)

La cristallinité du PEbd1 est affectée par le débit de polymère extrudé. On note en effet que la cristallinité diminue légèrement, mais significativement, passant de 48.9% à 46.8% lorsque G_p passe de 6.8 à 9.6 kg/h (fig. 5.2.6-B). Cette diminution est linéaire en fonction de G_p et voici la régression:

$$C_{PEbd1} (\%) = -0.6981 (G_p) + 53.3, \quad r = 0.911, \quad n = 9$$

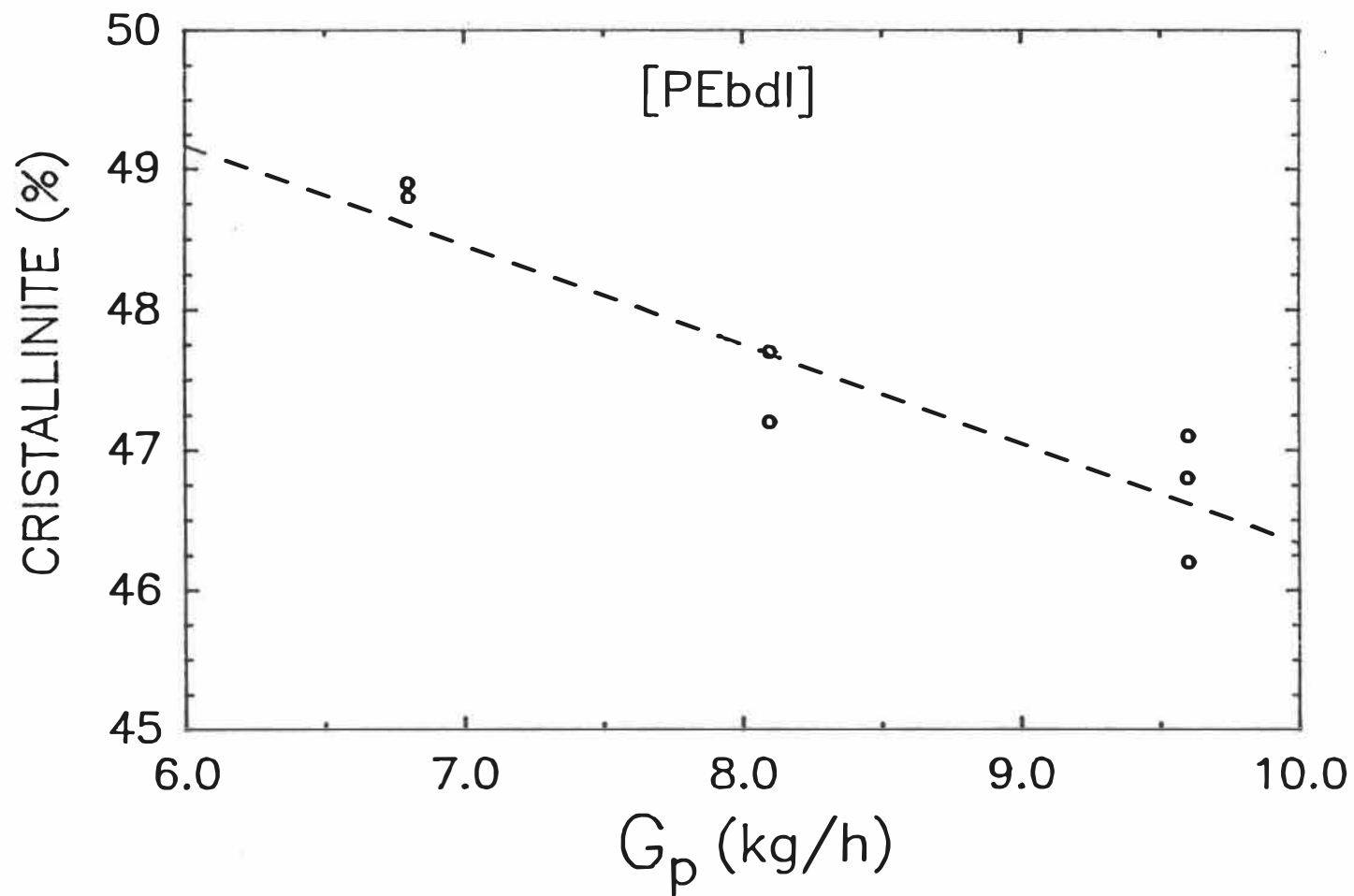


Figure 5.2.6-B: La cristallinité des films de PEbdI en fonction du débit de polymère extrudé

Il a été déterminé précédemment pour le PEbd1, qu'une augmentation de G_p augmente la T_{p+} et la T_m (voir section 5.1.1 et 5.2.4). Donc le film produit à G_p plus élevé est plus chaud. Alors si le Z est le même, le refroidissement s'effectue donc plus rapidement pour des G_p élevés, ce qui défavorise la cristallinité du film. Donc, si une augmentation de G_p provoque une augmentation de T_{p+} , la cristallinité diminue.

Pour le PEhd, une augmentation de G_p n'augmente pas les T_{p+} . La vitesse de refroidissement restant à peu près la même, la cristallinité des films de PEhd n'est pas influencée par une augmentation de G_p .

5.3 EFFETS DES PARAMETRES D'OPERATION SUR LES PROPRIETES MECANQUES DE TRACTION DES FILMS

Dans les sections qui suivent, les effets des paramètres d'opération sur la rigidité, l'élasticité et la robustesse des films, sont analysés.

5.3.1 Effets du ratio d'étirement (RE)

a) Rigidité (E_s)

Une augmentation du ratio d'étirement (RE) n'affecte pas significativement le module d'élasticité sécant (E_s) du PEbd1. Il y a cependant une tendance à ce que les modules (E_s), dans les deux directions principales (DM et DT), diminuent avec une augmentation de RE. Des réductions moyennes de 6.2% du E_s -DM et de 4.6% du E_s -DT sont observées lorsque RE est augmenté de 3.5 à 5.5.

Le E_s du PEhd est affecté d'une façon significative dans le sens DM par une variation de RE (fig. 5.3.1-A et tableau 1 de l'appendice H). Une réduction de 18 MPa est en effet observée pour une augmentation de RE d'une unité, c'est-à-dire lorsque RE augmente de 3.5 à 4.5 ou de 4.5 à 5.5. Le E_s -DM passe donc de 350 à 315 MPa (-10%)

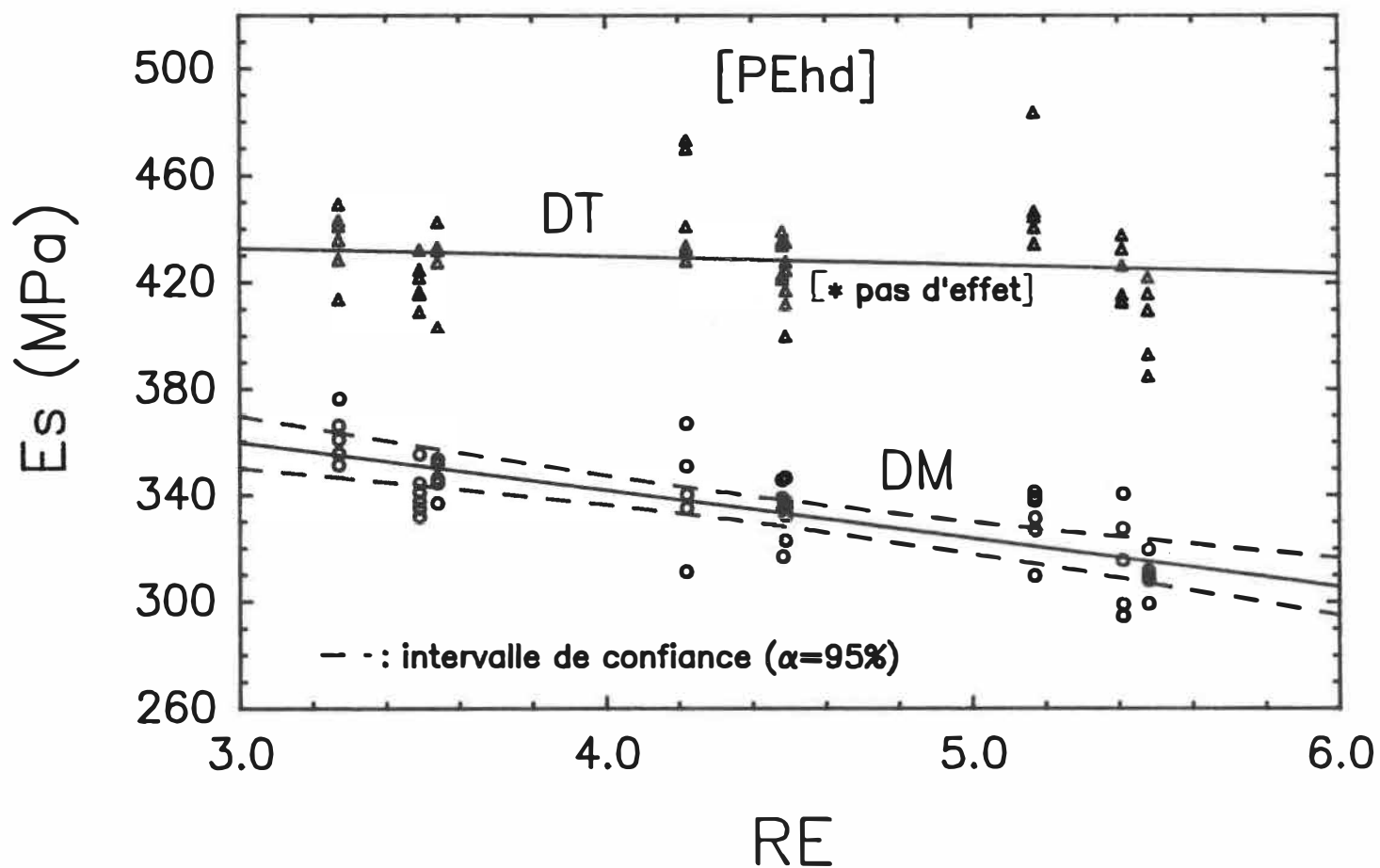


Figure 5.3.1-A: Effets de RE sur le module sécant d'élasticité des films de PEhd

lorsque RE augmente de 3.5 à 5.5, tandis que le E-DT demeure pratiquement inchangé, diminuant de moins de 1%.

En général, on observe pour les résultats expérimentaux obtenus dans cette étude, qu'une augmentation de 3.5 à 5.5 au niveau de RE entraîne une diminution des E_c dans les deux directions, de 0 à 10%

b) Elasticité (σ_c et ϵ_c)

Le seuil critique des deux polymères est abaissé significativement par une augmentation de RE, c'est-à-dire que les contraintes (σ_c) et les elongations critiques (ϵ_c) diminuent. L'épaisseur diminue aussi avec RE, mais la force requise pour atteindre la striction des films diminue plus rapidement que l'épaisseur, et par conséquent les σ_c diminuent.

Les résultats expérimentaux concernant les ϵ_c sont présentés aux figure 5.3.1-B,C,et D de même qu'au tableau H-2 tandis que les résultats concernant les σ_c le sont aux figures 5.3.1-E et F et au tableau H-3.

En examinant les régressions linéaires tirées des résultats expérimentaux (tableaux H-2 et H-3), on constate

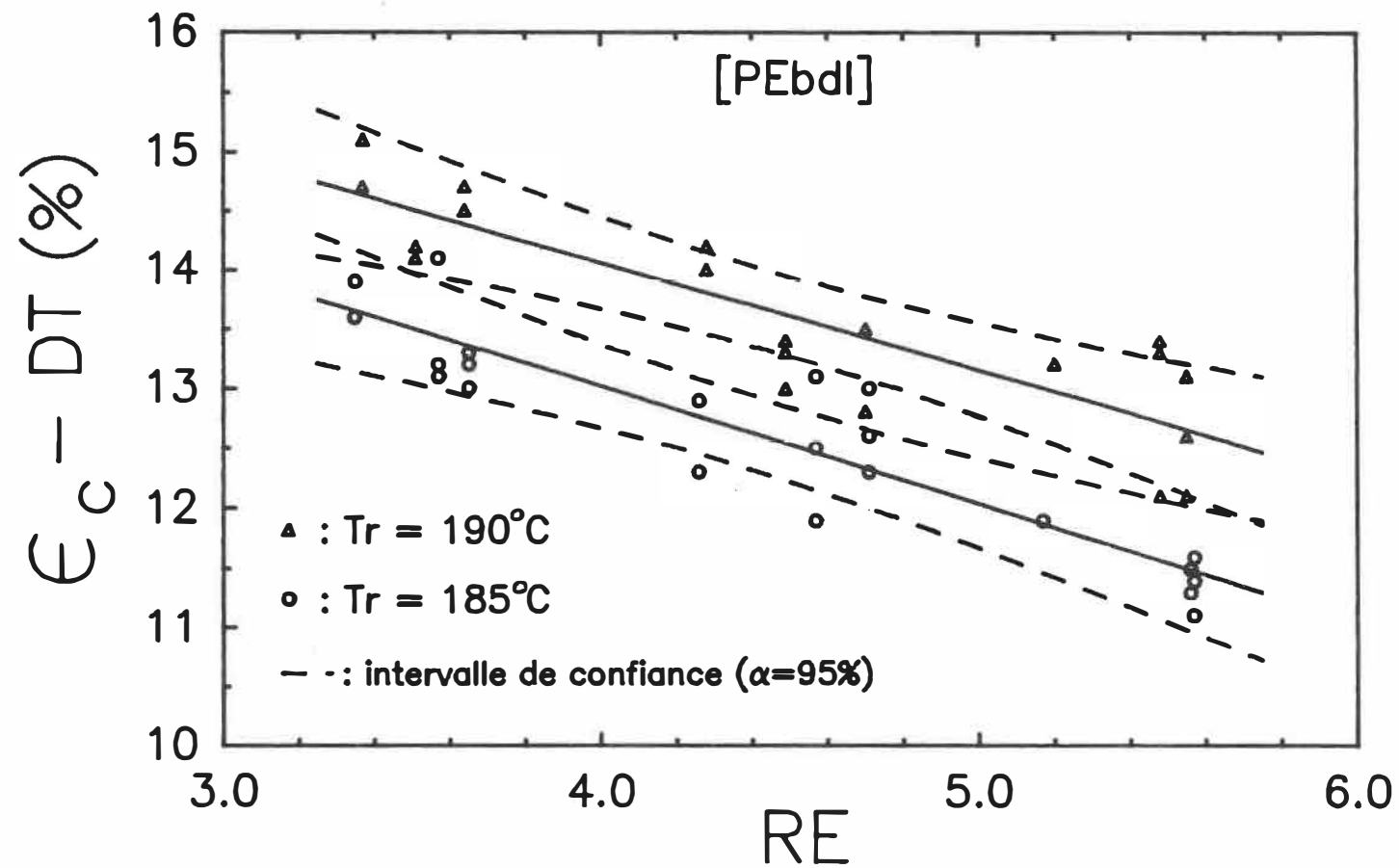


Figure 5.3.1-B: Effets de RE et de T_r sur l'élongation critique DT des films de PEbd1

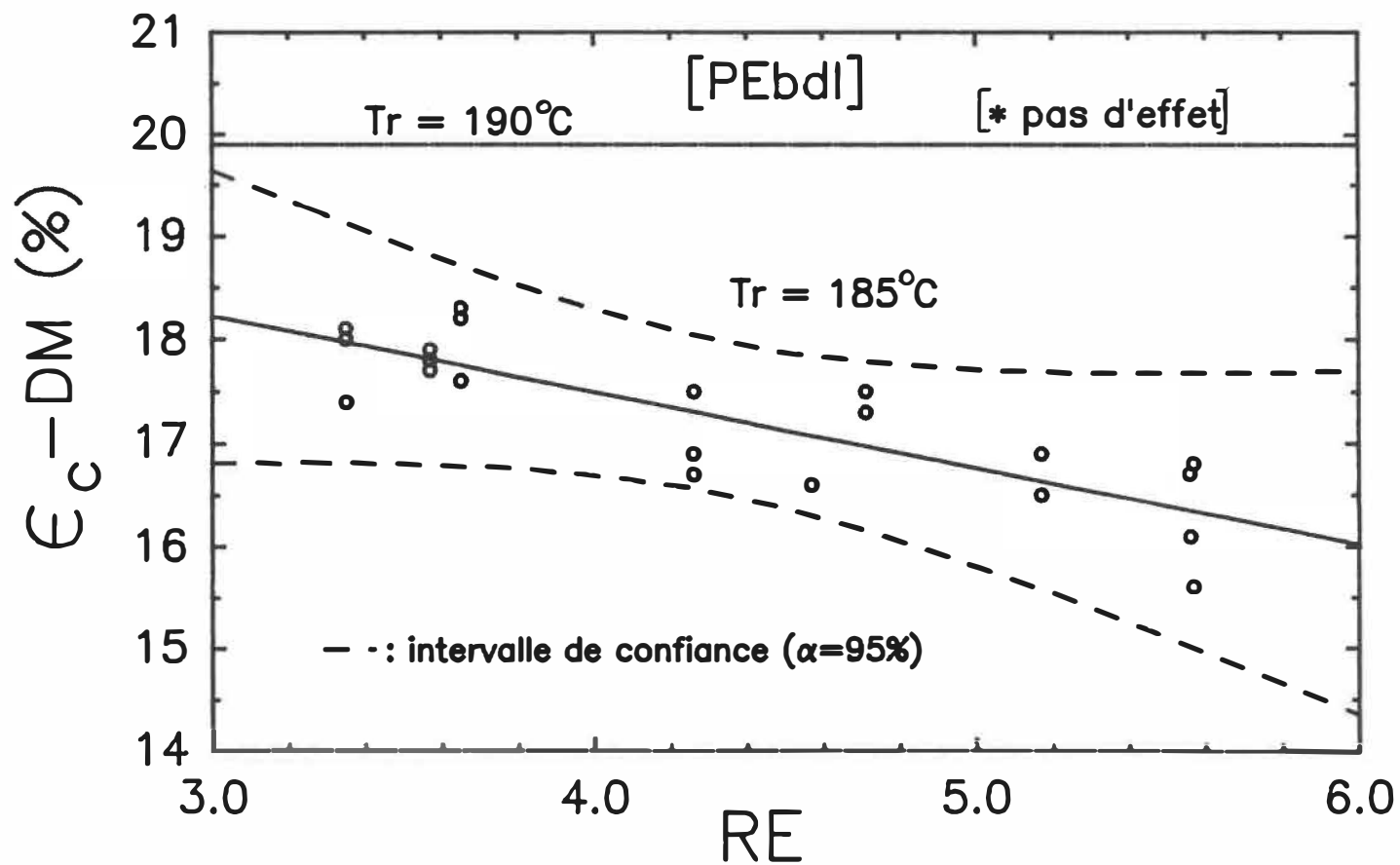


Figure 5.3.1-C: Effets de RE et de T_r sur l'élongation critique DM des films de $PEbdI$

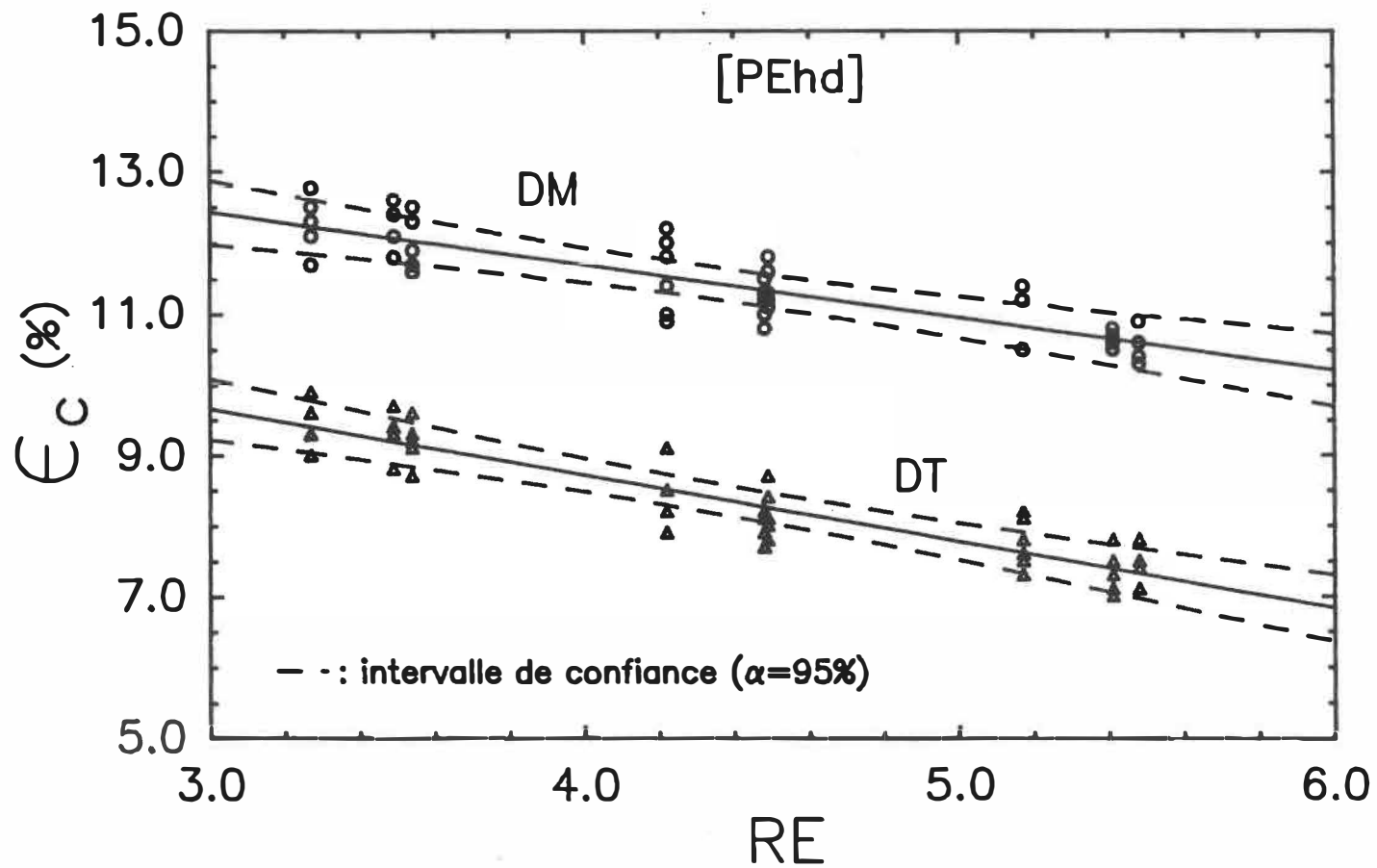


Figure 5.3.1-D: Effets de RE sur les élongations critiques DM et DT des films de PEhd

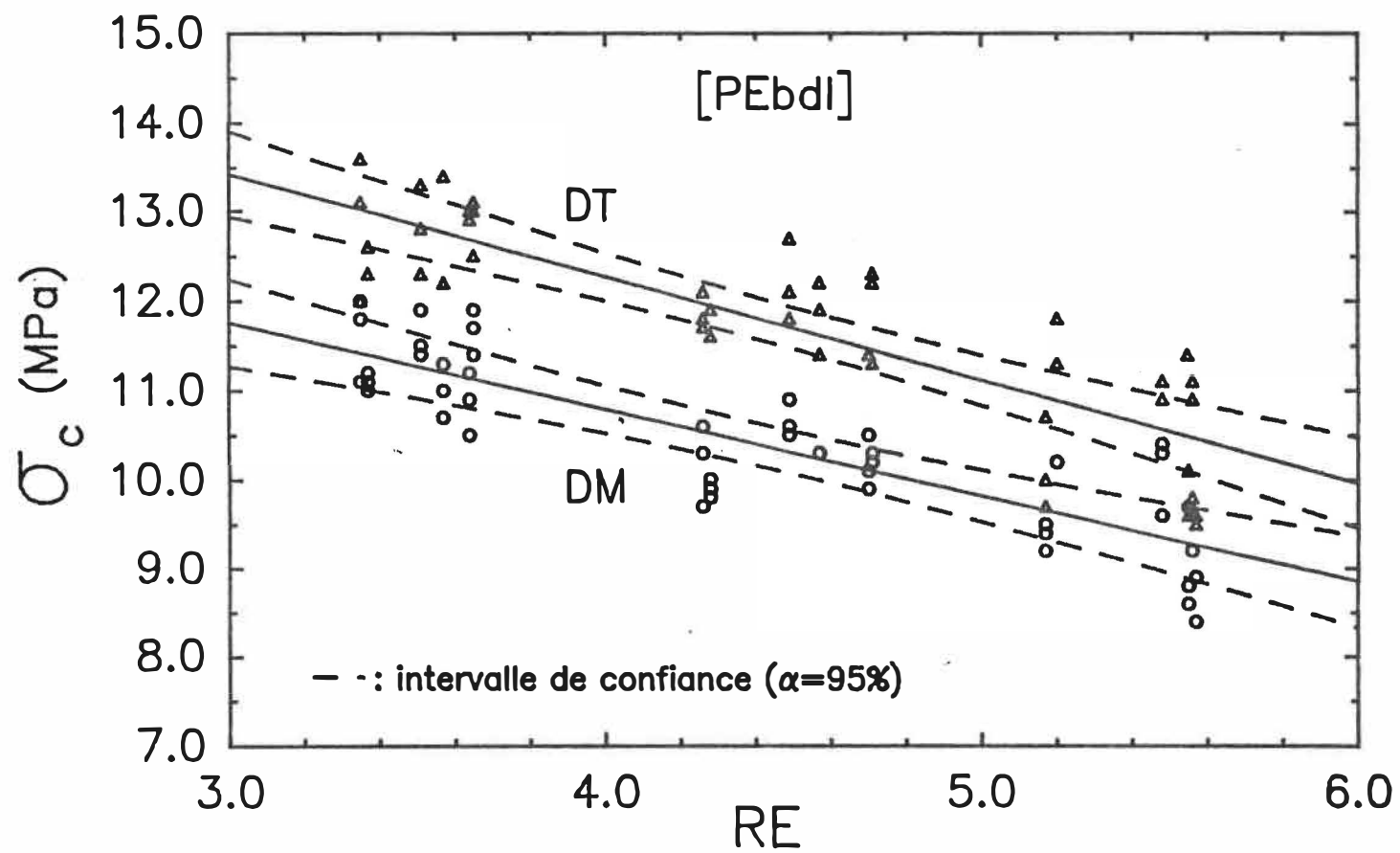


Figure 5.3.1-E: Effets de RE sur les contraintes critiques DM et DT des films de PEbdI

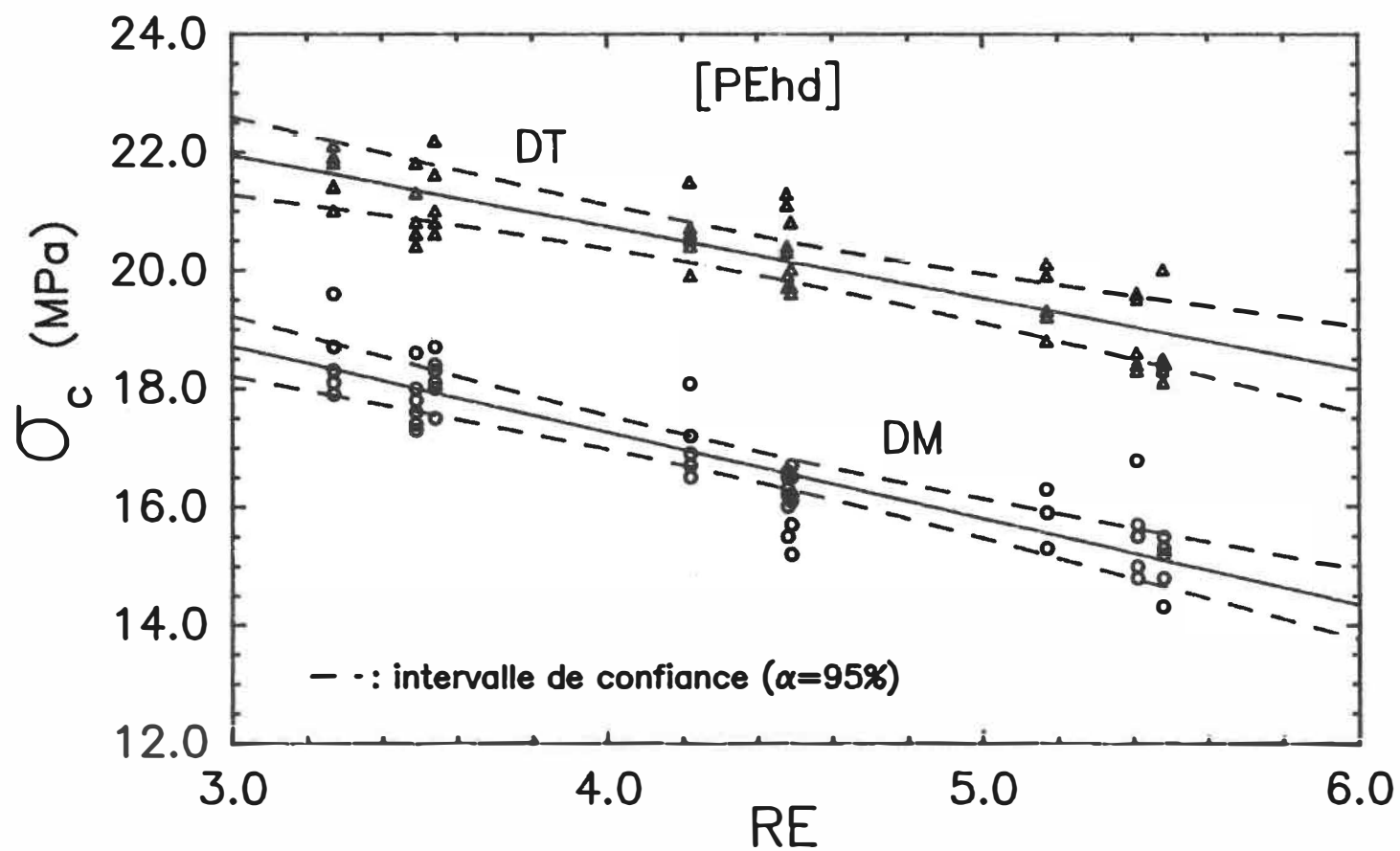


Figure 5.3.1-F: Effets de RE sur les contraintes critiques DM et DT des films de PEhd

que l'impact de RE sur les propriétés au seuil critique est très semblable pour les deux polymères. Ainsi, σ_c -DM et DT diminuent en moyenne de 1.2 MPa lorsque RE augmente d'une unité (3.5 à 4.5, ou 4.5 à 5.5) tandis que ϵ_c -DM diminue de 0.7% et ϵ_c -DT de 0.9%. Seul ϵ_c -DM du PEbd1 à une T_r de 190°C n'est pas affecté par une variation de RE.

On observe donc que généralement, dans les limites de cette étude, les propriétés au seuil critique diminuent lorsque RE augmente.

c) Robustesse (σ_r et ϵ_r)

Les contraintes à la rupture ne sont pas, en général, affectées par une augmentation de RE. Seuls les σ_r -DT du PEbd1 sont affectés significativement par un changement de RE (voir fig 5.3.1-G). Ainsi, σ_r -DT pour le PEbd1 diminue en moyenne de 3.5 MPa (-10.0%) pour une augmentation de RE de deux unités (3.5 à 5.5). Cette variation est par contre plus importante, - 7.4 MPa (-21.0%) , pour un G_p de 9.6 kg/h et une T_r de 185°C. De plus, σ_r -DM pour le PEbd1 est affecté par une augmentation de RE à $G_p = 9.6$ kg/h et $T_r=185^\circ\text{C}$.

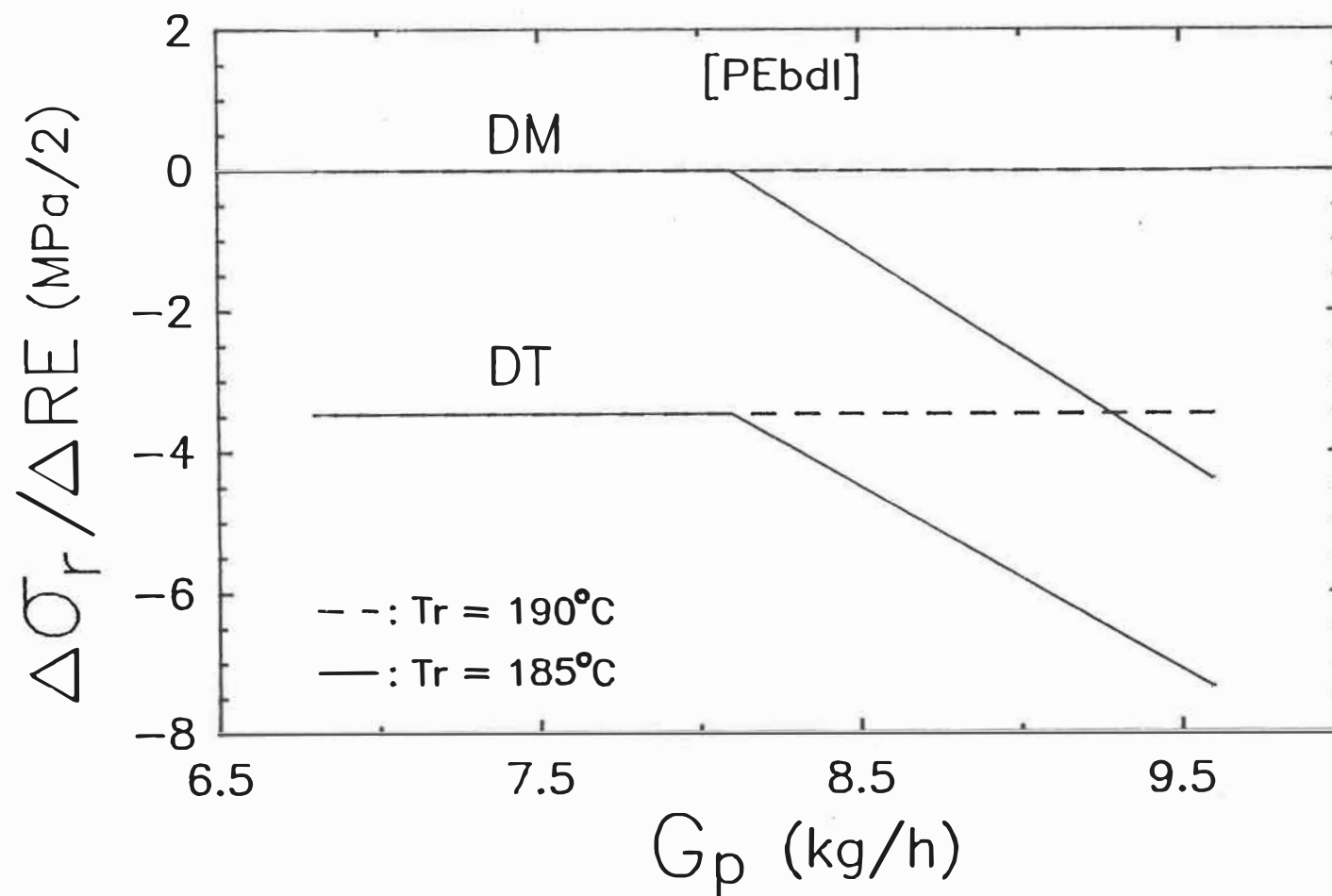


Figure 5.3.1-G: Effets du débit de polymère extrudé sur ($\Delta\sigma_r/\Delta RE$) pour les films de PEBdl

Les élongations à la rupture (ϵ_r) pour les deux polymères diminuent dans les deux directions principales lorsqu'il y a une augmentation de RE. Les résultats expérimentaux sont présentés aux figures 5.3.1-H, I, J et K de même qu'au tableau H-4. On peut observer pour le PEhd que la réduction de ϵ_r est significative dans le sens DM, soit moins 64% pour une augmentation de RE d'une unité, mais non significative pour le sens DT, soit -20%.

Pour le PEbd1, l'impact d'une augmentation de RE sur ϵ_r est influencé par le débit (G_p) et les températures de régulation (T_r). A des G_p de 6.8 et de 8.1 kg/h, T_r n'intervient pas et ϵ_r -DM diminue significativement de 52% lorsque RE est augmenté d'une unité et ϵ_r -DT diminue non significativement de 23%. Ces résultats sont assez similaires à ceux obtenus pour le PEhd. Par contre, à un débit de 9.6 kg/h, T_r influence l'impact de RE sur les ϵ_r , comme pour les σ_r . Ainsi à $T_r = 190^\circ\text{C}$, ϵ_r -DM diminue en moyenne de 56%, et ϵ_r -DT de 41%, tandis qu'à $T_r = 185^\circ\text{C}$, ϵ_r -DM diminue de 69% et ϵ_r -DT de 61%.

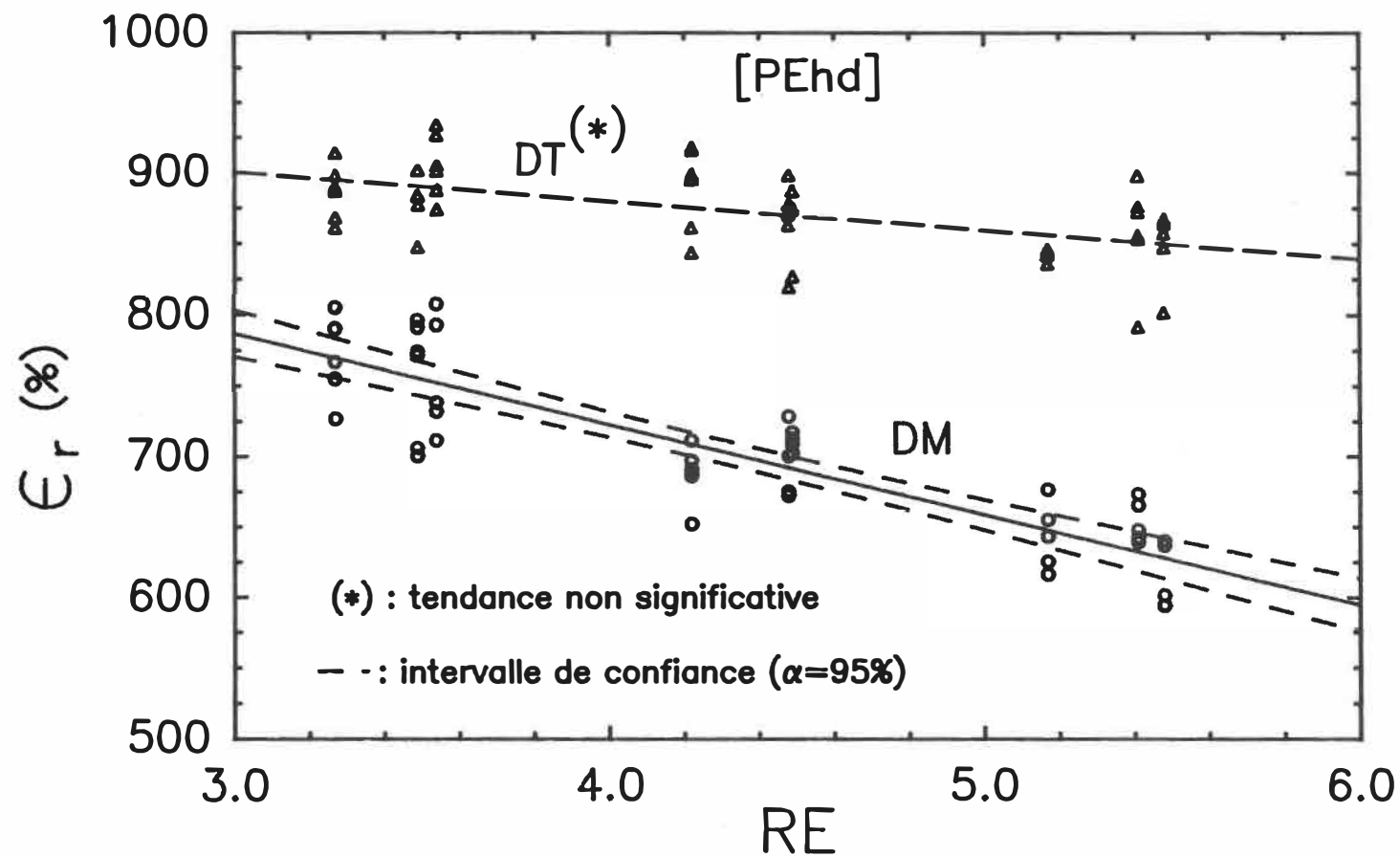


Figure 5.3.1-H: Effets de RE sur les élongations à la rupture DM et DT des films de PEhd

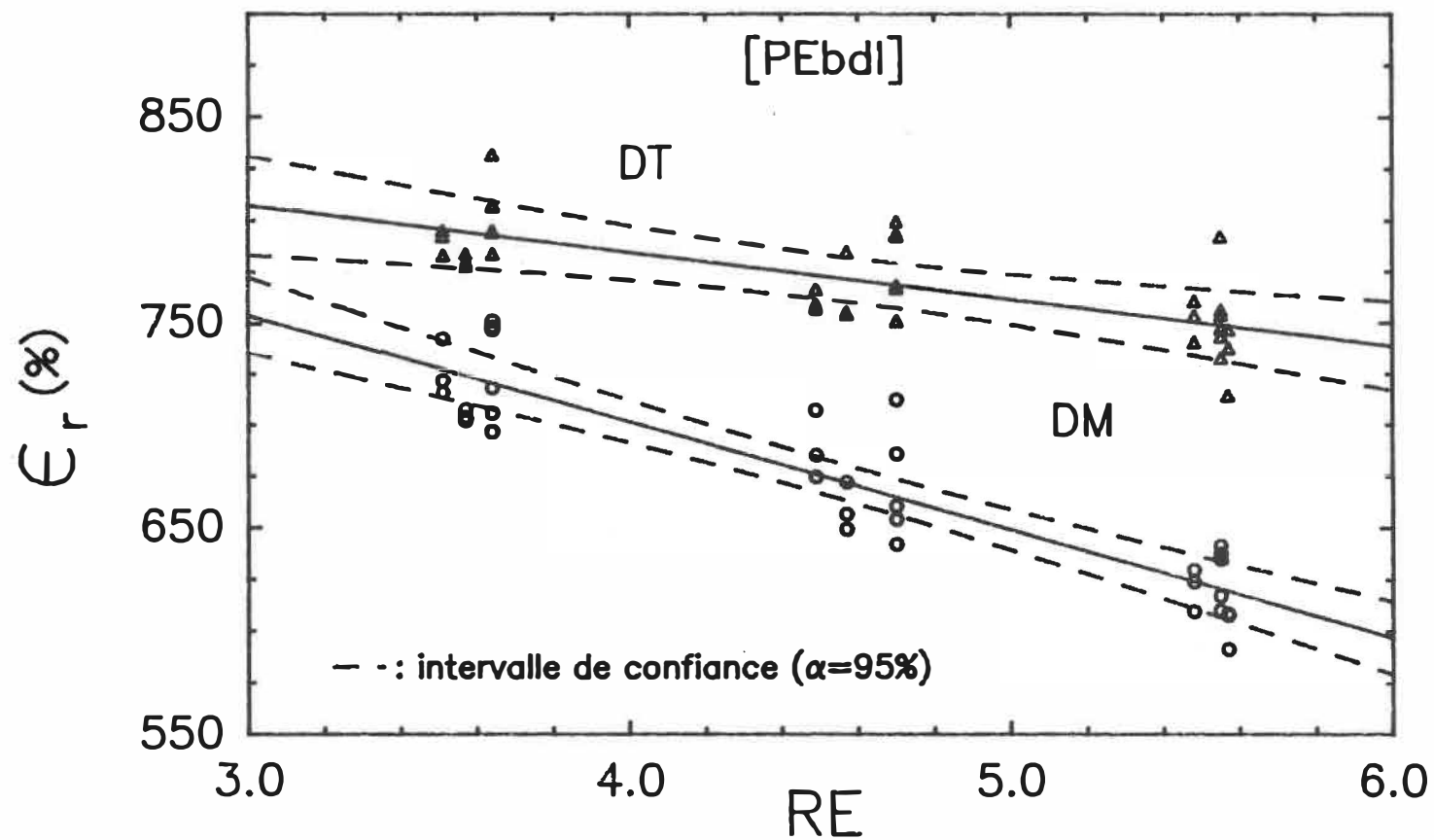


Figure 5.3.1-I: Effets de RE sur les élongations à la rupture DM et DT des films de PEbdI à des G_p de 6.8 et de 8.1 kg/h

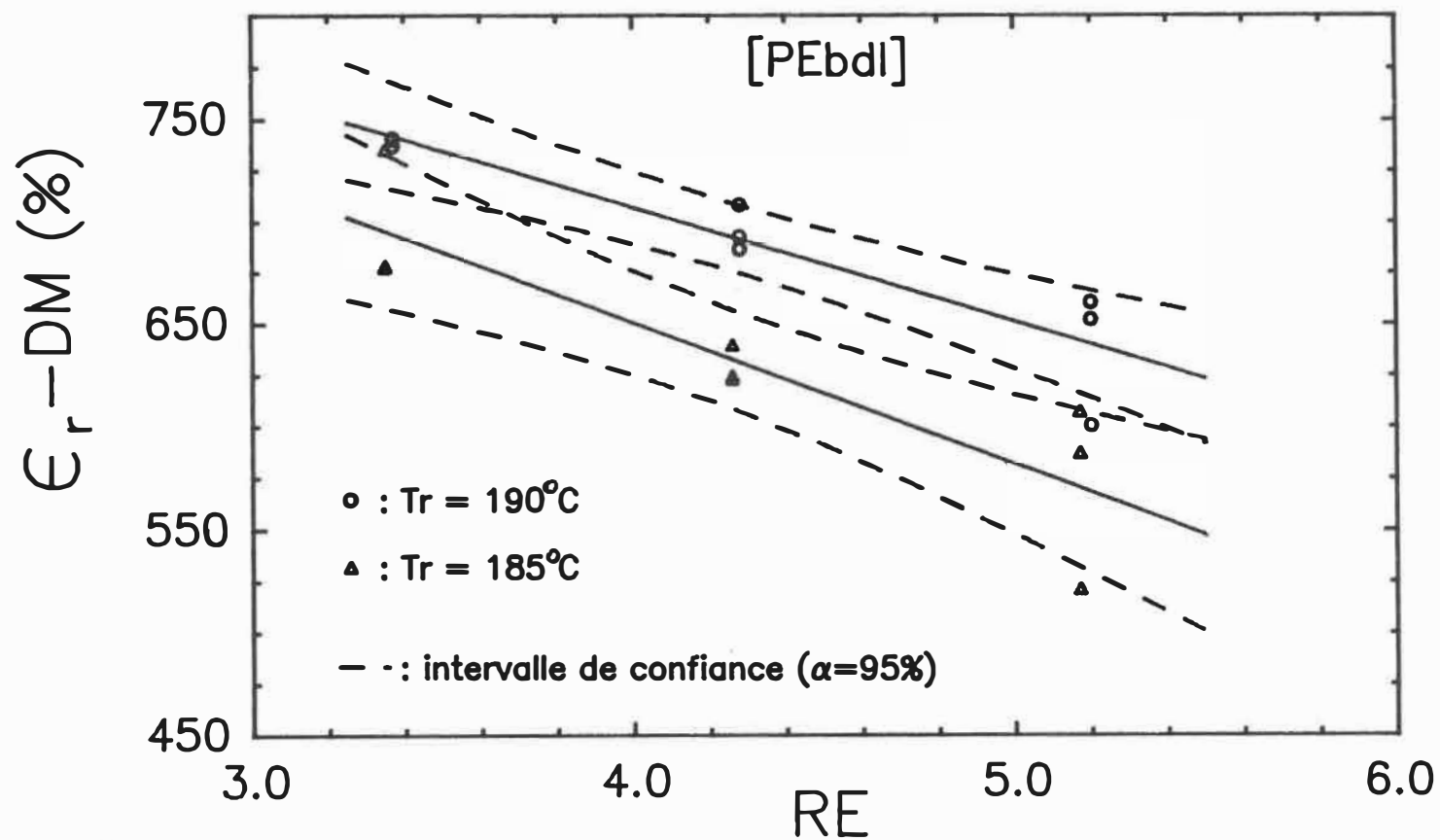


Figure 5.3.1-J: Effets de RE et de T_r sur les élongations à la rupture DM des films de PEBdl à $G_p = 9.6 \text{ kg/h}$

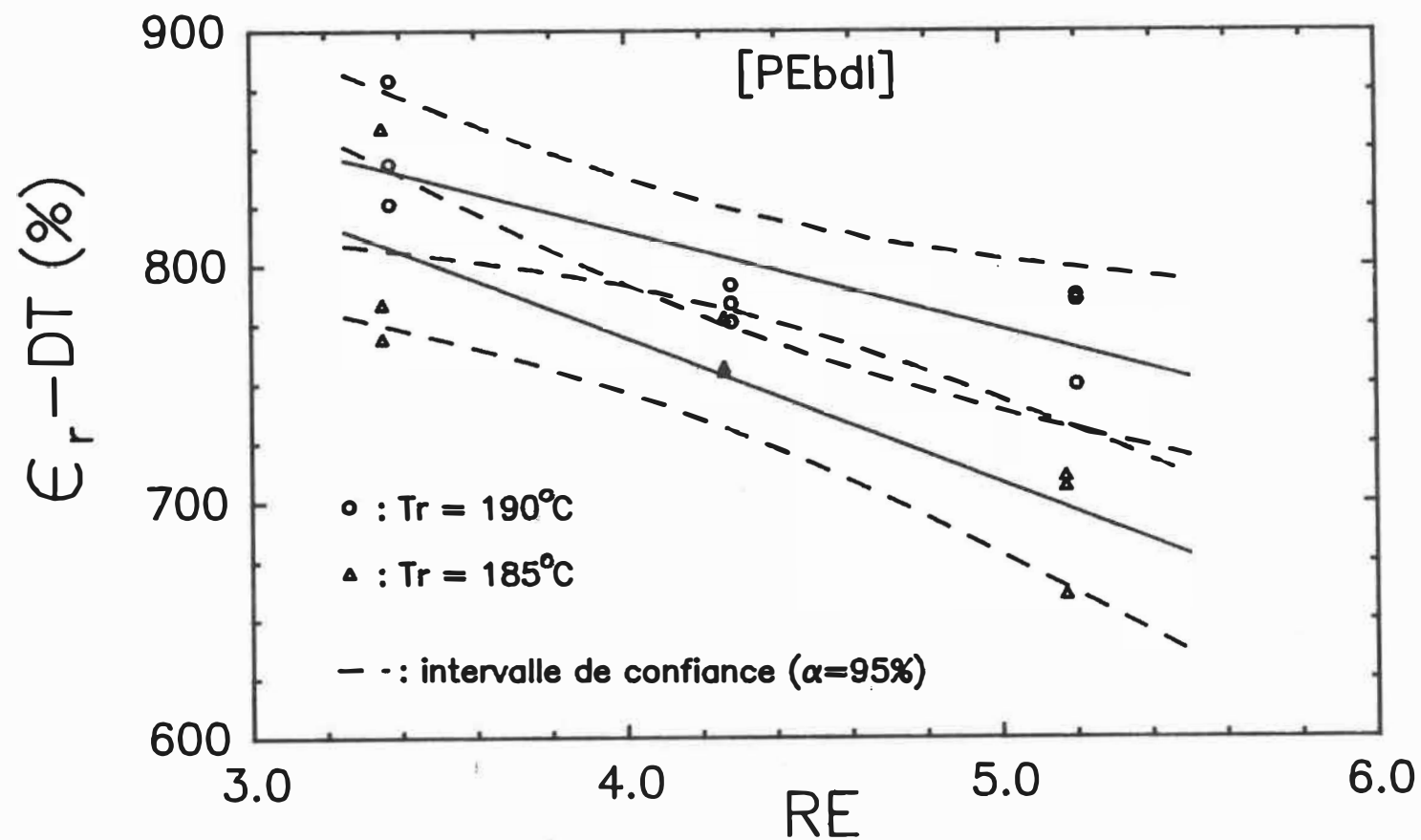


Figure 5.3.1-K: Effets de RE et de T_r sur les élongations à la rupture DT des films de PEbdI à $G_p = 9.6$ kg/h

D'un point de vue global, on constate que pour une augmentation de RE d'une unité:

- σ_r -DM pour le PEbd1 et pour le PEhd ne sont pas affectés
- σ_r -DT n'est pas affecté pour le PEhd mais il diminue de 1.8 à 3.7 MPa pour le PEbd1
- ϵ_r -DM diminue en moyenne de 60%
- ϵ_r -DT diminue en moyenne de 20% (non-sign.) mais diminue de 40% pour un G_p de 9.6 kg/h pour le PEbd1

Les films de PEbd1 semblent être davantage affectés par une augmentation de RE à débit élevé et à T_r basse. Ceci est probablement relié à la cristallinité des films qui diminue lorsque G_p augmente pour le PEbd1. Ce phénomène est intensifié avec une diminution de T_r , qui baisse davantage la cristallinité.

d) Sommaire des effets d'une augmentation de RE

On note donc qu'une augmentation de RE diminue en général l'ensemble des propriétés mécaniques de traction pour les deux directions principales. Les propriétés les plus affectées sont les σ_c , les ϵ_c et les ϵ_r . Les $E_{\perp}$ sont affectés à des niveaux non significatifs tandis que les

résultats concernant les σ_r démontrent une grande variabilité, ce qui nuit passablement à l'établissement de relation avec les paramètres d'opération.

Malgré le fait que pour le PEhd la cristallinité augmente avec une augmentation de RE, les propriétés mécaniques de traction diminuent. Ceci vient à l'encontre de ce que la plupart des chercheurs ont trouvé (voir section 1.2.2 a). Il est cependant d'à propos de rappeler que la plupart des résultats présentés par ces chercheurs couvraient des plages très élevées de RE, exemple: 8 à 15.

Un des tableaux de la publication de Rohn (#26) présente les propriétés mécaniques de traction d'un poly(butène-1) à différents ratio RE/RG. Si on reprend ce tableau en supposant qu'un RG de 2.55 est utilisé, comme dans notre étude, on remarque que la plupart des propriétés mécaniques de traction diminuent lorsque RE passe de 2.3 à 3.06 et de 3.06 à 4.23. Pour des RE plus grands (>4.23), les propriétés mécaniques de traction augmentent dans le sens DM et diminuent dans le sens DT.

Le fait que les résultats de Rohn montrent que les propriétés mécaniques de traction diminuent pour une augmentation de RE lorsque les RE/RG se situent autour de

ceux étudiés dans ce projet, suggère que le comportement des propriétés mécaniques vis-à-vis une augmentation de RE, dépend de la plage de RE étudiée.

Il semble que l'explication de ce comportement qui diffère selon la plage de RE étudiée, réside dans l'importance de la réduction de l'épaisseur des films. Des expériences supplémentaires, menées afin d'étudier les instabilités géométriques des bulles de PEhd, nous fournissent quelques données additionnelles à des RE plus élevés. Le tableau 5.3.1-A présente les épaisseurs de film associées à différents RE.

Tableau 5.3.1-A: Epaisseur des films de PEhd associées à certains RE

RE	RG	H mesuré	H calculé ₁
3.50		58.9 ₂	
4.50		47.7 ₂	
5.50		36.6 ₂	
9.41	2.60	25	23.2
11.88	2.64	16	18.7
14.34	2.68	----	15.6
16.80	2.68	----	13.6

note 1): calculé à l'aide de l'équation 1.1.2-3

2): valeur mesurée moyenne

Comme les épaisseurs de film pour les RE supérieurs à 6.0 ont été prises à l'aide d'un micromètre peu précis et que les lectures ont été prises durant la production, les épaisseurs calculées à l'aide de l'équation 1.1.2-3 seront plutôt considérées dans l'analyse qui suit.

Si on trace les épaisseurs des films en fonction de RE sur un graphique (fig.5.3.1-L), on remarque que la réduction d'épaisseur avec RE comprend deux zones bien distinctes. Dans la première zone (RE=3.5 à 5.5), la réduction de H versus RE est très importante: $-11.3 \mu\text{m}$ pour une augmentation de RE d'une unité. Autour de RE=7.0, il y a un point d'inflexion et pour des RE supérieurs à celui-ci, la réduction de H versus RE devient beaucoup moins importante: $-1.3 \mu\text{m}$ pour une augmentation de RE d'une unité. L'épaisseur dans la deuxième zone diminue donc de près de 9 fois moins que dans la première zone lorsque RE est augmenté.

Le fait que la réduction d'épaisseur soit importante à de faibles RE est une indication que les forces d'étirage DM et DT servent surtout à cette activité. Malgré le fait qu'une certaine orientation supplémentaire puisse être induite par une augmentation de RE dans cette zone, il semble que cette orientation soit faible et qu'elle ait le

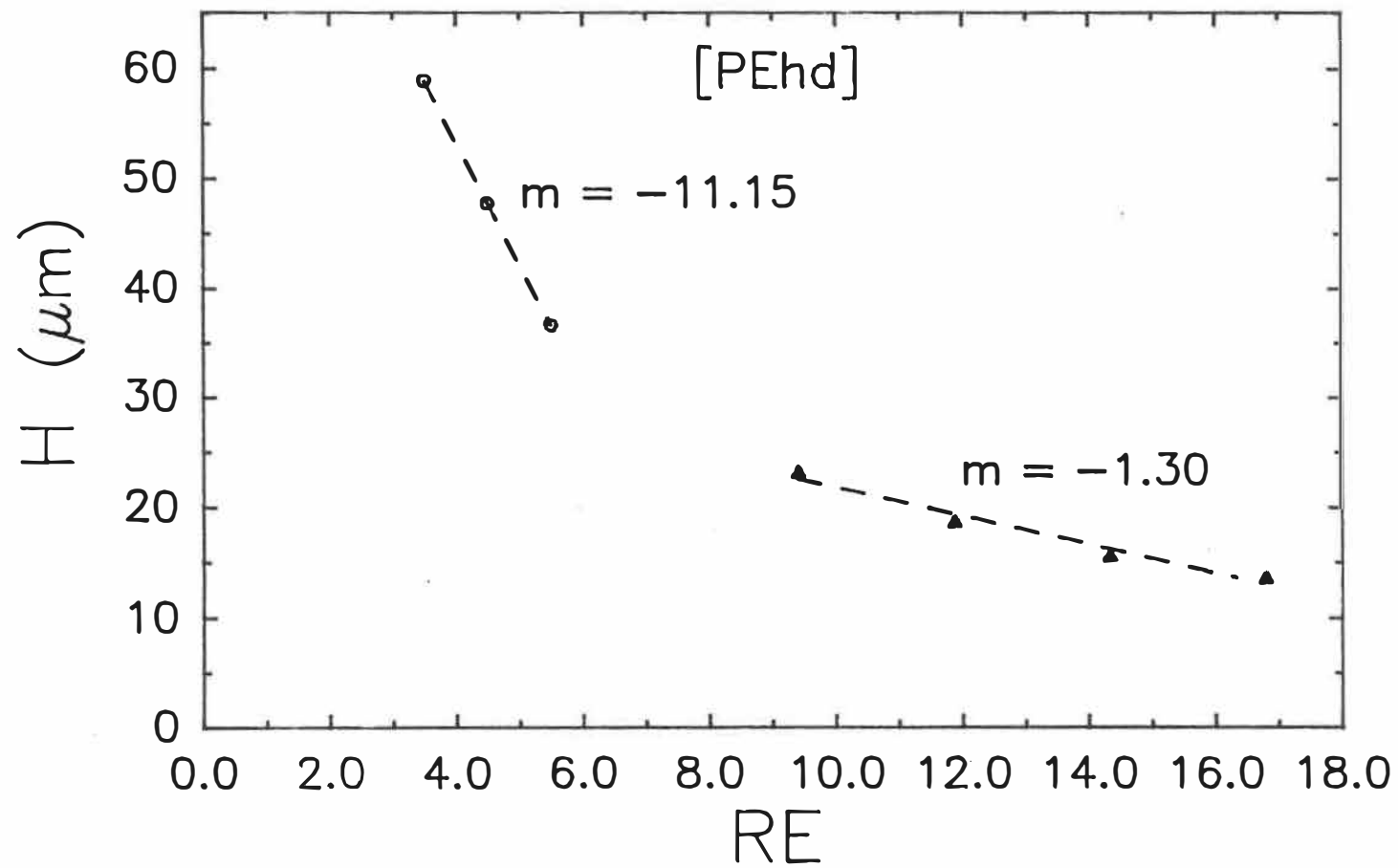


Figure 5.3.1-L: Epaisseur des films de PEhd en fonction du ratio d'étirement

temps de relaxer avant la ligne de solidification. On se rappellera en effet que Z augmente lorsque RE augmente (section 5.2.2-a), ce qui augmente le temps disponible pour la relaxation des orientations. De plus, l'observation généralisée d'une réduction des propriétés mécaniques de traction amène à penser que le niveau d'orientation, après une augmentation de RE , serait inférieur au niveau initial.

Lors d'une réduction importante d'épaisseur, c'est le phénomène d'orientation associé à l'écoulement visqueux (ϵ_3) qui provoque le glissement de molécules les unes sur les autres, diminuant ainsi l'épaisseur. On a vu à la section 1.1.3-a, que lorsque ϵ_3 est important, ϵ_2 a plus de temps pour relaxer et perd ainsi une partie de son orientation.

Dans la zone où la réduction de H est importante versus une augmentation de RE , ϵ_3 est important et ϵ_2 est faible, ce qui entraîne une réduction d'orientation et donc, une réduction des propriétés mécaniques. Lorsque H atteint une certaine valeur, dans la deuxième zone, ϵ_3 devient moins important que ϵ_2 , et l'orientation augmente, augmentant du même coup les propriétés mécaniques de traction.

5.3.2 Effets du débit de l'air de refroidissement (Q_{ar})

a) Rigidité (E_s)

Le module sécant (E_s) du PEhd n'est pas affecté par une variation du débit de l'air de refroidissement (Q_{ar}). Par contre, celui du PEbd1 l'est lorsque Q_{ar} est augmenté d'une façon importante. En examinant les résultats expérimentaux de E_s tracés en fonction de Q_{ar} pour le PEbd1 (fig 5.3.2-A), on observe que pour chacun des G_p , le module demeure sur un plateau pour une première augmentation de Q_{ar} (<10%), mais chute légèrement lors d'une augmentation plus importante de Q_{ar} (>10%). De plus, cette réduction de E_s en fonction de Q_{ar} diminue lorsque G_p augmente, voir tableau 5.3.2-A. Cette influence de G_p est linéaire et les régressions sont présentées au tableau G-5.

Tableau 5.3.2-A: Influence de G_p sur ($\Delta E_s / \Delta Q_{ar}$)

G_p (kg/h)	$(\Delta E_s / \Delta Q_{ar})^*$ (MPa/ 10^{-3} m ³ /s)	
	DM	DT
6.8	- 22.5	- 27.7
8.1	- 15.8	- 19.5
9.6	- 4.6	- 5.2

* : $\Delta Q_{ar} > 10\%$

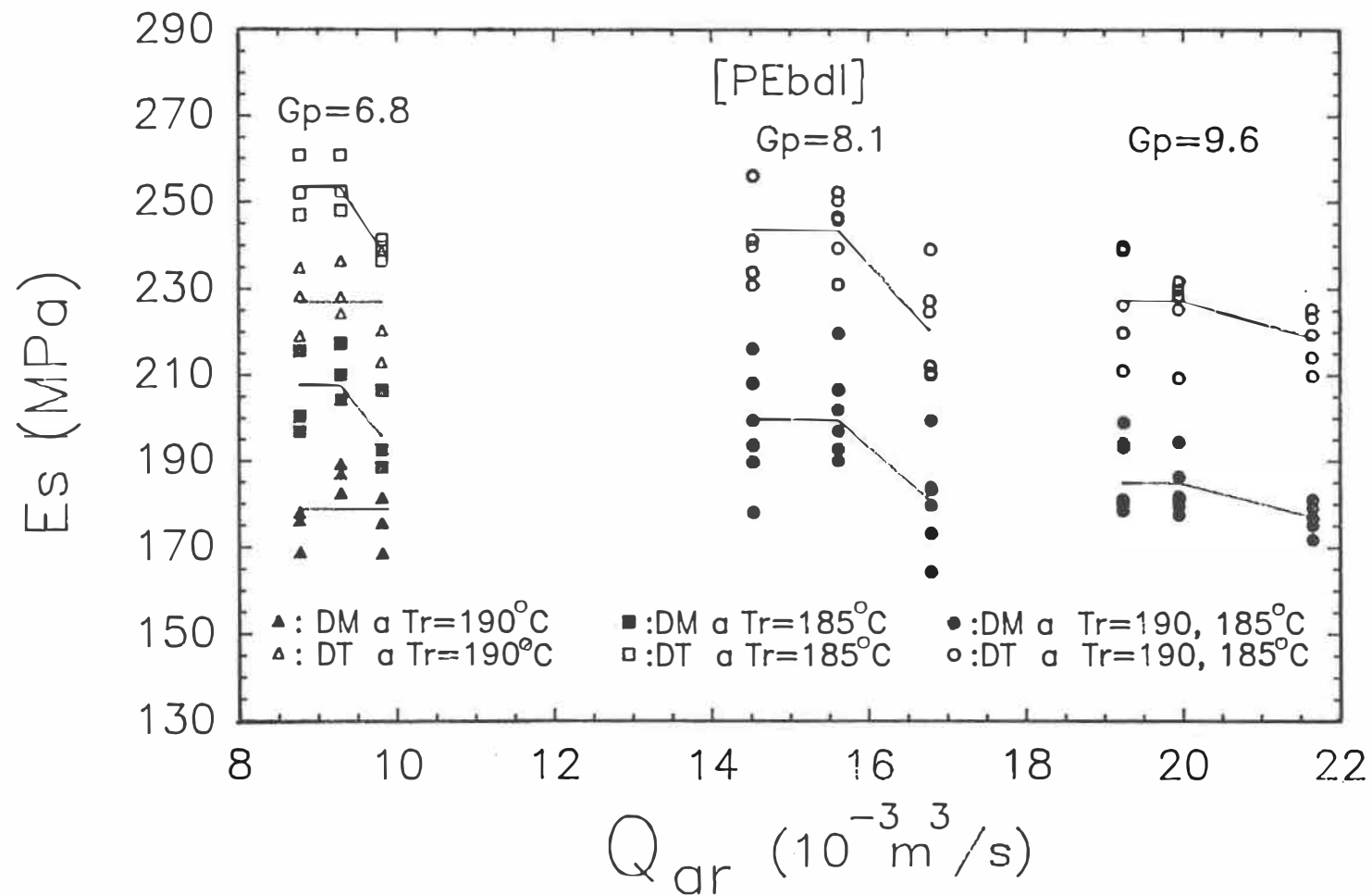


Figure 5.3.2-A: Effets de Q_{ar} et de T_r sur les modules sécants d'élasticité des films de PEBdl

Le fait que G_p influence $(\Delta E_a / \Delta Q_{ar})$ est relié aux variations relativement plus importantes de Q_{ar} à bas débit, qu'à débit élevé (voir section 5.2.4-b).

b) Elasticité (σ_c et ϵ_c)

Les contraintes critiques des deux polymères ne sont pas affectées par une variation de Q_{ar} . Du côté des elongations critiques, seuls les ϵ_c -DM du PEbd1 à $T_r=190^\circ\text{C}$ augmentent si Q_{ar} augmente. On se souviendra que ceux-ci étaient les seules ϵ_c à ne pas être influencées par une variation de RE. Les ϵ_c -DM augmentent en moyenne de 1.1 % par $10^{-3} \text{ m}^3/\text{s}$.

Donc, l'élasticité des films n'est généralement pas affectée par une variation de Q_{ar} . Comme Q_{ar} est le principal facteur qui influence Z , il s'avère qu'une variation de Z n'affecte pas l'élasticité des films de PEhd et PEbd1 dans les limites étudiées.

c) Robustesse (σ_r et ϵ_r)

Les résultats expérimentaux ont démontré que les contraintes et les elongations à la rupture ne sont nullement influencées par des variations de Q_{ar} .

d) Sommaire

En général, on peut dire que les propriétés mécaniques de traction ne sont pas affectées significativement par une augmentation de Q_{Ar} . Il semble que le temps de relaxation plus court (Z étant diminué lorsque Q_{Ar} augmente) qui augmente le niveau d'orientation du film, soit compensé par la légère baisse de cristallinité des films.

5.3.3 Effets de T_r a) Rigidité (E_s)

Le module d'élasticité du PEhd n'est pas affecté par une variation de 5°C au niveau de T_r . On peut toutefois observé à la figure 5.3.2-A, qu'une variation de T_r affecte E_s du PEbd1, mais seulement à très bas débit. On note en effet une augmentation moyenne de 23 MPa à $G_p = 6.8$ pour une diminution de 5°C au niveau de T_r .

b) Elasticité (σ_c et ϵ_c)

Les σ_c des deux polymères ne sont pas affectées par une variation de 5°C (190 à 185°C) au niveau de T_r . En ce qui a trait aux ϵ_c , celles du PEhd ne sont pas affectées

par une variation de T_r , mais du côté du PEbd1, elles diminuent avec une diminution de T_r (voir fig. 5.2.1-B et C). Ainsi, une diminution de 5°C au niveau de T_r , amène une diminution moyenne de 1.2% au niveau de $\epsilon_c\text{-DT}$ et de 2.9% au niveau de $\epsilon_c\text{-DM}$ pour les films de PEbd1.

c) Robustesse (σ_r et ϵ_r)

La robustesse des films de PEhd et de PEbd1 n'est généralement pas affectée par une variation de 5°C au niveau de T_r . Les films de PEbd1 produits à haut débit (9.6 kg/h) démontrent cependant une diminution significative au niveau des σ_r et des ϵ_r lors d'une réduction de T_r de 5°C . Les σ_r DM et DT diminuent en moyenne de 4.4 MPa à G_p élevé lorsque T_r est réduit de 5°C tandis que les ϵ_r DM et DT diminuent en moyenne de 54%.

d) Sommaire

Les propriétés mécaniques de traction des films de PEhd ne sont pas affectées par une variation de 5°C au niveau des températures de régulation. Quelques propriétés des films de PEbd1 sont cependant affectées. Les bulles de PEbd1, possédant un Z plus faible, sont plus influencées par une variation de T_r .

5.3.4 Effets du débit de polymère extrudé (G_p)

En analysant les résultats expérimentaux en fonction de RE, de Q_{ar} et de T_r , quelques relations mettant en jeu G_p sont mises en lumière. Premièrement, on observe une diminution de $E_{\bullet}$ pour le PEbd1 lorsque le débit augmente (fig. 5.3.4-A). Ceci est relié à la cristallinité du film qui diminue lorsque G_p augmente. Deuxièmement, on observe encore pour le PEbd1 à un G_p supérieur à 8.0 kg/h, une augmentation de l'impact de RE sur σ_r à $T_r = 185^\circ\text{C}$. Soulignons aussi que l'impact d'une variation de T_r sur Z est plus important à bas débit qu'à débit élevé.

5.3.5 Effets du type de polymère

En général, les deux types de polymères étudiés ont réagi assez similairement aux variations de RE, de Q_{ar} et de T_r . La différence qui semble le plus démarquer leurs réactions face à des perturbations d'un paramètre d'opération, est leur hauteur de solidification. Comme les bulles de PEbd1 sont formées avec une ligne de solidification assez basse, ces bulles sont un peu plus fragiles à certaines perturbations.

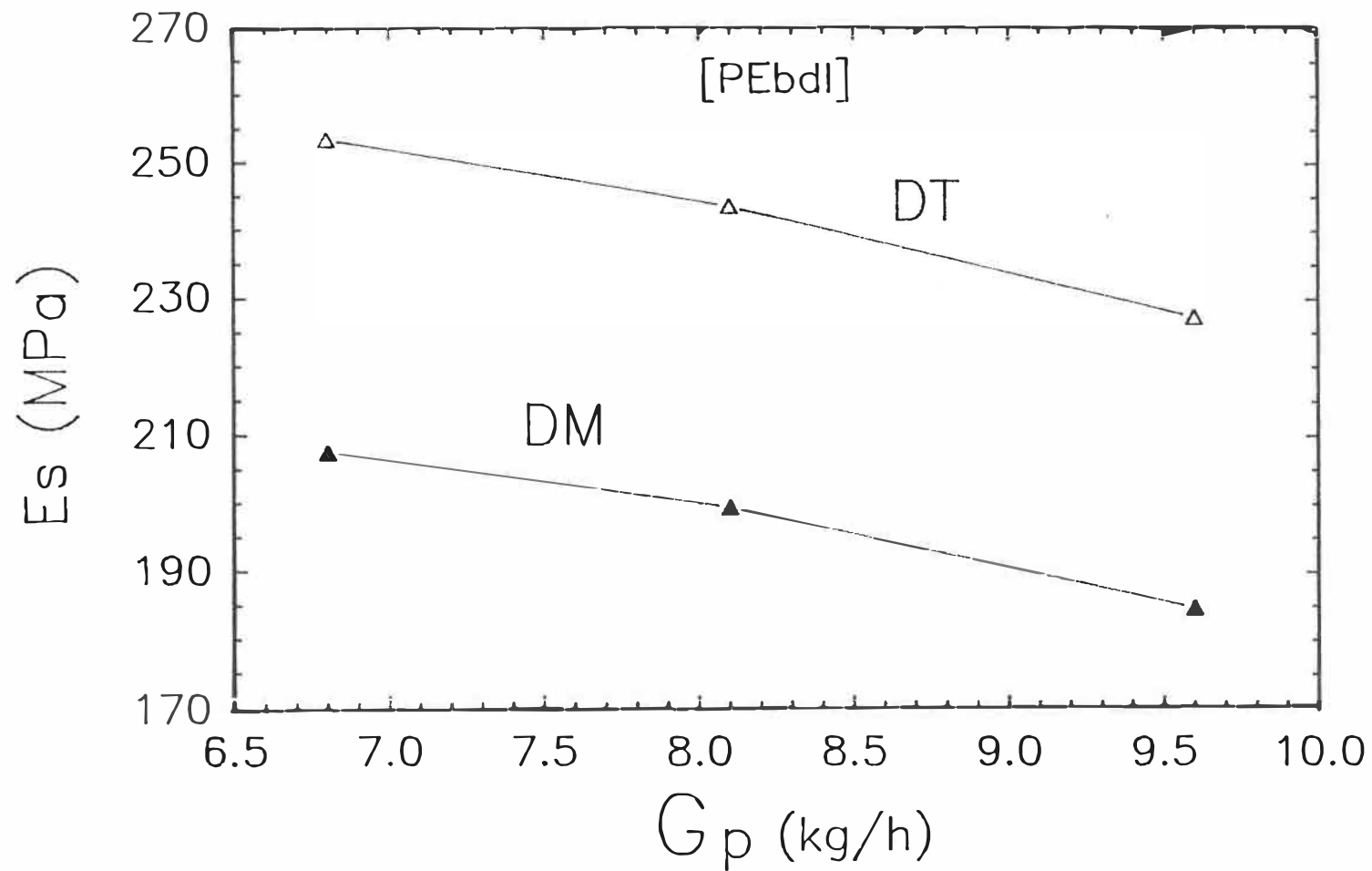


Figure 5.3.4-A: Effets du débit de polymère extrudé sur les modules sécants d'élasticité des films de PEbdI

CONCLUSIONS

Cette étude sur l'extrusion-gonflage illustre bien la complexité des phénomènes qui sont mis en cause lors de variations au niveau de certains paramètres d'opération. Voici les différents points que cette étude a fait ressortir et sur lesquels une attention particulière peut être portée:

- Le PEbd1 employé (13J4 de Dupont) démontre une viscosité plus élevée que le PEhd (16A de Dupont) à des vitesses de rotation de l'extrudeuse de 25 à 35 tpm. Les valeurs des indices de fluidité sont donc, dans ce cas-ci, trompeuses.
- L'effet d'une augmentation du ratio d'étirement sur la hauteur de solidification est le résultat de deux phénomènes qui s'opposent: soit la diminution du transfert thermique et la diminution d'épaisseur. La plage de RE étudiée de même que les conditions du refroidissement de la bulle semblent influencer ce comportement. Nos résultats démontrent qu'une augmentation de RE entraîne une augmentation de la hauteur de solidification.

- A bas débit, la hauteur de solidification est davantage affectée par une variation des températures de régulation.
- La pression interne de la bulle diminue lorsque la hauteur de solidification augmente, et augmente avec un accroissement du débit de polymère extrudé lorsque l'on désire conserver le même RG.
- Lorsqu'une augmentation du ratio d'étirement produit une augmentation de la hauteur de solidification, cela entraîne une augmentation de la cristallinité du film.
- Lorsqu'une augmentation du débit de polymère extrudé produit une augmentation de la température du polymère fondu, cela entraîne une diminution de la cristallinité du film.
- Une augmentation du ratio d'étirement dans la plage étudiée (3.5 à 5.5) diminue en général l'ensemble des propriétés mécaniques de traction d'un film. Ceci serait possiblement attribuable à une diminution des niveaux d'orientation du film dans les deux directions principales. Cette diminution d'orientation pourrait être imputable à la réduction d'épaisseur importante qui prend place dans cette

plage de RE. Les forces supplémentaires d'étirage serviraient alors principalement à réduire l'épaisseur, reléguant au second plan l'orientation des macro-structures comme tel. De plus, le temps de relaxation disponible étant plus important, l'orientation pourrait alors diminuée en-dessous des niveaux initiaux.

- Des variations de l'ordre de 5 à 10 % faites au niveau du débit de l'air de refroidissement modifient significativement la hauteur de solidification (Z). Les variations de Z ne sont toutefois pas suffisantes pour qu'il y ait des changements au niveau des propriétés mécaniques de traction des films.

- Une variation de 5°C au niveau de la température du polymère fondu n'influence pas généralement les propriétés mécaniques de traction des films de PEhd, mais influence certaines propriétés des films de PEbd1. Il semble que la hauteur de solidification plus basse des bulles de PEbd1 les rende plus vulnérables à ce type de variation.

- On note que le comportement des films de PEbd1 est souvent différent pour le débit inférieur, c'est-à-dire à 6.8 kg/h. La masse peu importante de polymère fondu extrudé rend la bulle plus vulnérable.

- La plupart des effets observés dans les plages étudiées ont pu être traduits sous forme de corrélation du premier ordre.

La grande conclusion que nous nous permettons de faire à la lumière des points énumérés ci-haut, c'est qu'il semble difficile de pouvoir un jour, dégager des corrélations générales liant les caractéristiques de la bulle ou les propriétés mécaniques de traction, aux paramètres d'opération. Chaque ligne d'extrusion-gonflage possède en effet certaines caractéristiques physiques et techniques qui lui est propres et qui rendent très difficile la généralisation de corrélation. Il nous appert que le système de refroidissement soit ce qui différencie le plus une extrudeuse d'une autre.

RECOMMANDATIONS

Les observations et conclusions faites dans le cadre de cette étude soulèvent quelques interrogations qui pourraient faire l'objet de recherches ultérieures.

- Des expériences supplémentaires pourraient être faites afin d'étudier l'effet du ratio d'étirement (RE) lorsque celui-ci se situe dans la deuxième zone de réduction d'épaisseur. Il serait ainsi possible de confirmer les allégations faites au sujet de l'effet différent d'une augmentation de RE sur les propriétés mécaniques de traction en fonction de la plage étudiée.

- Les niveaux d'orientation des films produits lors de ce projet pourraient faire l'objet d'une étude, à l'aide d'une méthode éprouvée, afin de déterminer si effectivement ils diminuent avec une augmentation de RE lorsque les RE se situent dans la première zone de réduction d'épaisseur.

- Il serait intéressant de tenter d'expliquer pourquoi les bulles produites à bas débit sont plus affectées par une variation au niveau des températures de régulation.

- Si on considère comme valable la dernière grande conclusion qui disait que chaque ligne d'extrusion-gonflage possède sa propre personnalité, il pourrait s'avérer très intéressant et surtout très pratique, de développer une procédure générale permettant de cerner rapidement la personnalité de n'importe quelle ligne d'extrusion-gonflage. Ceci permettrait d'optimiser d'une façon efficace la production d'un film spécifique et de réduire la période de pré-production.

Bibliographie

- #1 : Wrinkler, G., Extrusion of Blown Film, Chap.4 tiré de " Plastics Extrusion Technology ", Hanser Publishers, 1988, page 95 à 123
- #2 : Dunning, D.J., Blown Film Production, Chap. 3 tiré de " Development Plastic Technology ", Londres, 1982
- #3 : Briston, J.H., Plastics Films, troisième édition, Longman Scientific & Technical, 1989
- #4 : Haber, A., Kamal, M.R., Structure of Blown Film Goes with the Resin's Flow, tiré de " Plastics Engineering" , octobre 1987, page 43 à 46
- # 5 : Fritz, H.G., Plastification & Homogenization of Polyethylene in Extrusion of Tubular Blown Films, tiré de " Polymer Process Engineering ", 5 (3&4), Marcel Dekker Inc, 1988, page 209 à 294

- #6 : Moy, F.H., Kayyon, D.M, Tan, V., Bhakuni, S.,
Microstructure Developpement in the Blown Film
Extrusion of Linear Low Density Polyethylene as
Affected by Alpha-olefin Comonomers, tiré du
" Antec 1986 ", page 741 à 744, SPE Technical
Paper

- #7 : Brown, K.J., Extrusion, Chap. 9 tiré de " Plastics
forming ", The MacMillen Press limited, 1971

- #8 : En collaboration, Petrothene & Polyolefins... a
Process Guide, cinquième édition, éditée par
U.S.I, 1986

- #9 : Widdleman, S., Fundamentals of Polymer Processing,
McGraw Hill, New York, 1977

- #10 : Kwack, T.H., Processing-Structure-Property
Relationship in Blown Film Extrusion, Polytechnic
Institute of New York, Ph. D. 1984

- #11 : Han, C.D., Kwack, T.H., Rheology-Processing-Property Relationship in Tubular Film Extrusion, I- High Pressure Low-Density Polyethylene, tiré de " Journal of Applied Polymer Science ", vol. 28, page 3399 à 3418, John Wiley & Sons, 1983

- #12 : Han, C.D., MA, T.C., Processing-Structure-Property Relationship in Poly(ethylene terephthalate) Blown Film, tiré de " Journal of Applied Polymer Science ", vol. 35, page 1725 à 1757, John Wiley & Sons, 1988

- #13 : Powel, P.C., Engineering with Polymer, Chapman and Hall, 1983

- #14 : En collaboration, Précis de matière plastique, troisième édition, Afnor/Nanthan, 1985

- #15 : Park, W.R.R., Conrad, J., Biaxial Orientation, tiré de " Extrusion and other Plastics Operation " (encyclopedia reprints), Norbert M. Bikales, Wiley-Interscience, 1971

- #16 : Sirovic, I., Cvjeti C.N., Catic, I., The Influence of Adjustable Plant Parameters on the Mechanical Properties of Blown Film LDPE, tiré du Antec 1980, Society of Plastics Engineering, Technical Paper vol. 36

- #17 : Wagner, M.H., Experimental Investigation into the Analysis of Film Blowing Process, tiré de Kunststoffe, 68,1970, page 362

- #18 : Tadmor, Z., Gogos, C.G., Principles of Polymer Processing, Wiley-Interscience, 1979

- #19 : White, J.L., Kanai, T., Kinematics, Dynamics and Stability of Tubular Film Extrusion of Various PE, tiré de " Polymer Engineering and Science ", octobre 1984, vol. 24, no. 15, page 1185 à 1201

- #20 : Kanai, T., White, J.L., An Experimental Study of the Dynamics of Tubular Film Extrusion of Polyethylene, tiré de " Antec 1983 ", SPE Technical Paper, vol.24

- #21 : Alfrey, T., Effects of Processing Variables on Structure and Performance of Thermoplastic Polymers, tiré de " Science and Technology of Polymer Processing", MIT Press, 1977, page 185 à 199

- #22 : Cook, D.L., Tikuisis, J., Addition of Branched Molecules and High Molecular Weight Molecules to Improve Optical Properties of LLDPE Film, Antec 1989, page 22 à 27, Society of Plastics Engineering, Technical paper, vol 35

- #23 : Dowd, L.E., Optimizing Extrusion of High-Molecular Weight, Low Density Polyethylene Film, tiré de Tappi Journal, May 1984, page 96 à 99, vol. 67, no:5

- #24 : Park, J.Y., A Study of Blown Film Extrusion, Polytechnic Institute of New York, Ph.D. 1975

- #25 : Bergstrom, C. Honkanen, A., Villanen, M., The Influence of Two-Phase Synthesis Condition on Blown Film Extrusion of LDPE, tiré de " European Polymer Journal ", Vol. 15, page 201 à 305, 1979

- #26 : Rohn, C.L., Predicting the Properties of Poly(butene-1) Blown Film, tiré de " Journal Polymer Science ", Symposium no. 40, page 161 à 174, 1974

- #27 : Kanai, T., Theoretical Analysis of Tubular Film Extrusion and its Applications for HMW-HDPE, tiré de " International Polymer Processing ", Vol. 1, no. 3, 1987, page 137 à 143 , Hanser Publisher

- #28 : En collaboration, Plastics Engineering Handbook, quatrième édition, Society of Plastics Industry, 1970, Van Nostrad Reinhold Compagny

- #29 : Williamson, A.A, Plastic Polymer, no.38, 1970, page 169

- #30 : Perrar, P.J., Lederman, P.B., Polymer Engineering Science, vo. 12, 1972, page 340

- #31 : En collaboration, Extrusion and other Plastic Operation, Norbert M. Bikales, 1971, page 35 à 89

- #32 : Menges, G., Predohl, W.O., Certain Aspects of Film Blowing of Low-Density Polyethylene, tiré de " Polymer Engineering and Science ", mai 1975, vol. 15, no. 5, page 394 à 399

- #33 : O'Horo, J.F., Effects of Nip Roll Variables on Low-Density Polyethylene Blown Film Properties, tiré de " Tappi Journal ", mars 1975, vol.58, no.3

- #34 : Haw, J.S., A Study of Film Blowing Process, Polytechnic Institute of New York, Ph. D., 1984

- #35 : Huang, T.A., Campbell, G.A., Deformation and Temperature History Comparaison for LLDPE and LDPE Elements in the Bubble Expansion Region of Blown Films, tiré de " Journal of Plastic Film & Sheeting ", vol. 2, Janvier 1986, Technomic Publishing CO., page 30 à 39

- #36 : Manuel d'instruction de Ircon, série 3400

- #37 : En collaboration, Plastic Film Measurement, Technical Note (TN-100), édité par Ircon

- #38 : Fisher, E., Observations on Temperature Measurement during Blown Film Extrusion, tiré de " Kunststoffe " 70 (1980)9, page 541 à 547

- #39 : En collaboration, Handbook of Chemistry et Physics, CRC Press, 56^e édition, 1975-76, page C-787-788

- #40 : En collaboration, Differential Scanning Calorimeter Dupont 910, manuel de l'opérateur

- #41 : Skoog et West, Principles of Instrument Analysis

- #42 : En collaboration, Structure/Processing/Property Relationship for High Molecular Weight High Density Polyethylene Blown Film, Antec 1989, page 696 à 701, Society of Plastics Engineering, Technical paper vol. 35

- #43 : Box G.E.P., Hunter W.G., Hunter J.S., Statistics for Experiments, Wiley-Interscience, 1978

- #44 : Montgomery, D., Design et Analysis Experiments, 2^e édition, Wiley, New York, 1984

- #45 : Lafleur, P.G., Mise en forme et CAO/IAO des polymères, note de cours no. 4.607, Ecole Polytechnique de Montréal, 1988

- #46 : Han, C.D., Park, J.Y., Studies on Blown Film Extrusion, II- Analysis of the Deformation and Heat Transfer Processes, tiré de " Journal of Applied Polymer Science ", vol.19, page 3277 à 3290, John Wiley & Sons, 1975

- #47 : Throne, J.L., Plastic Process Engineering, Chap. 9, Dekker

- #48 : Dejunghe, R.J., Thermal Analysis of Blown Film Quenching, tiré de " Journal of Plastic Film & Sheeting ", vol. 2, Janvier 1986, Tappi, 1985

- #49 : Luo, X.L., Tanner, R.I., A Computer Study of Film Blowing, tiré de " Polymer Engineering and Science " juillet 1985, vol.25, no.10

- #50 : Han, C.D., Park, J.Y., Studies on Blown Film Extrusion I- Experimental Determination of Elongation Viscosity, tiré de " Journal of Applied Polymer Science ", vol 19, page 3257 à 3276, John Wiley & Sons, 1975

- #51 : Avenas, P., Agassant, J.F., Sergent, J.P., La mise en forme des matières plastiques, Chap. E-3, tiré de Technique et documentation (Lavoisier), Paris, 1982,

- #52 : Han, C.D, Kwack, T.H., Development of Crystalline Structure during Tubular Film Blowing of Low-Density Polyethylene, tiré de " Journal of Applied Polymer and Science ", vol.35, page 363 à 389, John Wiley & Sons, 1988

- #53 : Montes, S.A., Ramirez, J.L., The Use of Melt Strenght of Low-Density Polyethylene as a Processability Measure in Film Blowing Extrusion, ' tiré de " Polymer Engineering and Science ", vol.26, no.6, page 388 à 392, mars 1986

APPENDICES

APPENDICE A: Calcul du ratio d'étirement (RE)

La définition du ratio d'étirement (RE) est la suivante:

$$RE = V_{r\bullet} / V_f$$

où : $V_{r\bullet}$ est la vitesse linéaire des rouleaux d'entraînement et V_f est la vitesse de sortie de la filière du polymère.

On sait que:

$$V_{r\bullet} = (N_{r\bullet}) \times (2 \pi R_{r\bullet}) / 60 \quad ; \quad (m/s)$$

$$\text{et } R_{r\bullet} = 0.0286 \text{ m}$$

D'une courbe de calibration qui relie la vitesse de rotation des rouleaux d'entraînement ($N_{r\bullet}$) à la position du potentiomètre des rouleaux d'entraînement ($p_{\bullet}$), on obtient:

$$N_{r\bullet} = 1.725 (p_{\bullet}) - 3.25 \quad ; \quad (tpm)$$

Donc :

$$V_{r_{\text{e}}} = 5.1663 \times 10^{-3} (p_{\text{e}}) - 9.7337 \times 10^{-3} ; \quad (\text{ m/s })$$

De plus :

$$V_{\text{e}} = \frac{Q_{\text{p}}}{A_{\text{e}}} = \frac{(G_{\text{p}} / 3600 \Omega_{\text{p}\tau})}{\pi (R_{\text{r}}^2 - R_{\text{i}}^2)} ; \quad (\text{ m/s })$$

$$\text{où : } R_{\text{r}} = 0.02540 \text{ m}$$

$$R_{\text{i}} = 0.02475 \text{ m}$$

En substituant, on obtient :

$$V_{\text{r}} = 2.7125 \times (G_{\text{p}} / \Omega_{\text{p}\tau})$$

Finalement, en unissant les deux équations développées :

$$RE = (1.9046 \times 10^{-3} (p_{\text{e}}) - 3.5885 \times 10^{-3}) \times (\Omega_{\text{p}\tau} / G_{\text{p}})$$

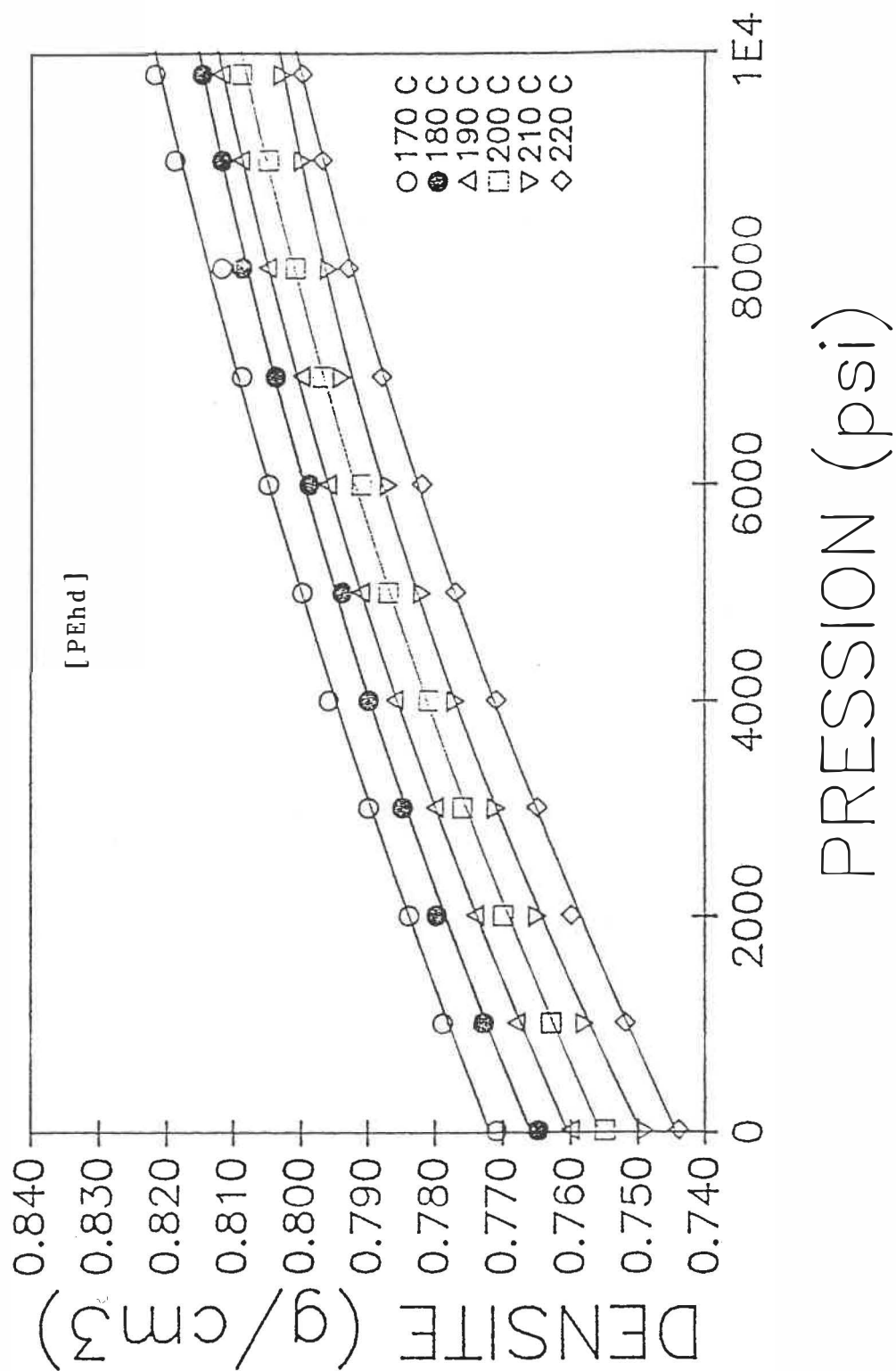
Dans l'équation finale de RE, Ω doit être déterminé pour une T_{pr} spécifique et pour la pression atmosphérique. Des diagrammes P-V-T (pression-volume-température) ont été faits pour les polymères utilisés et sont regroupés à l'appendice B. Des régressions linéaires reliant Ω à la température à une pression atmosphérique sont alors tirées de ces diagrammes pour chaque polymère.

$$\Omega_{pr \ 1334} = 873.4 - 0.5515 (T_{pr}) \quad \text{avec } n = 5$$

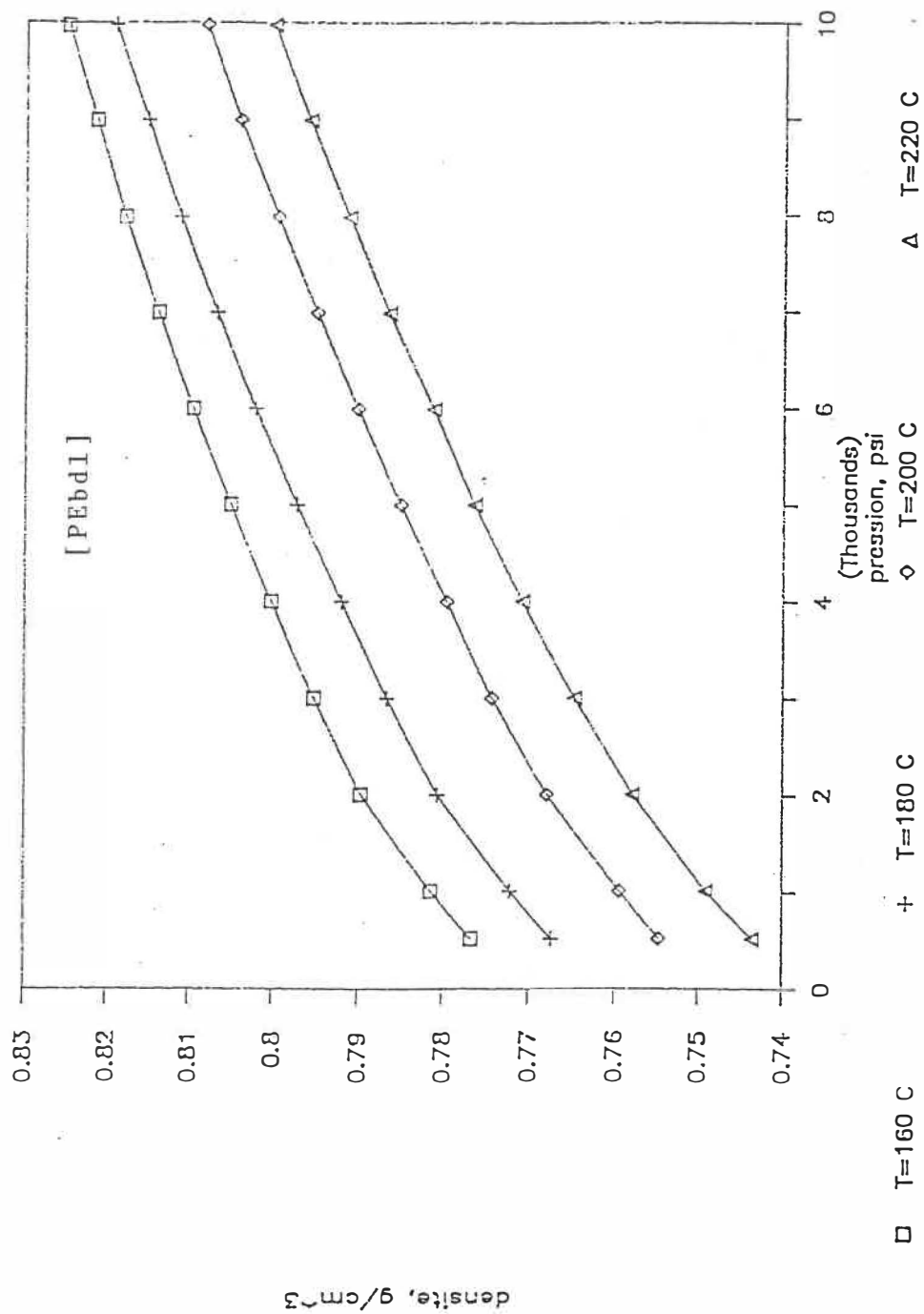
et $r = -1.000$

$$\Omega_{pr \ 16A} = 866.8 - 0.5370 (T_{pr}) \quad \text{avec } n = 5$$

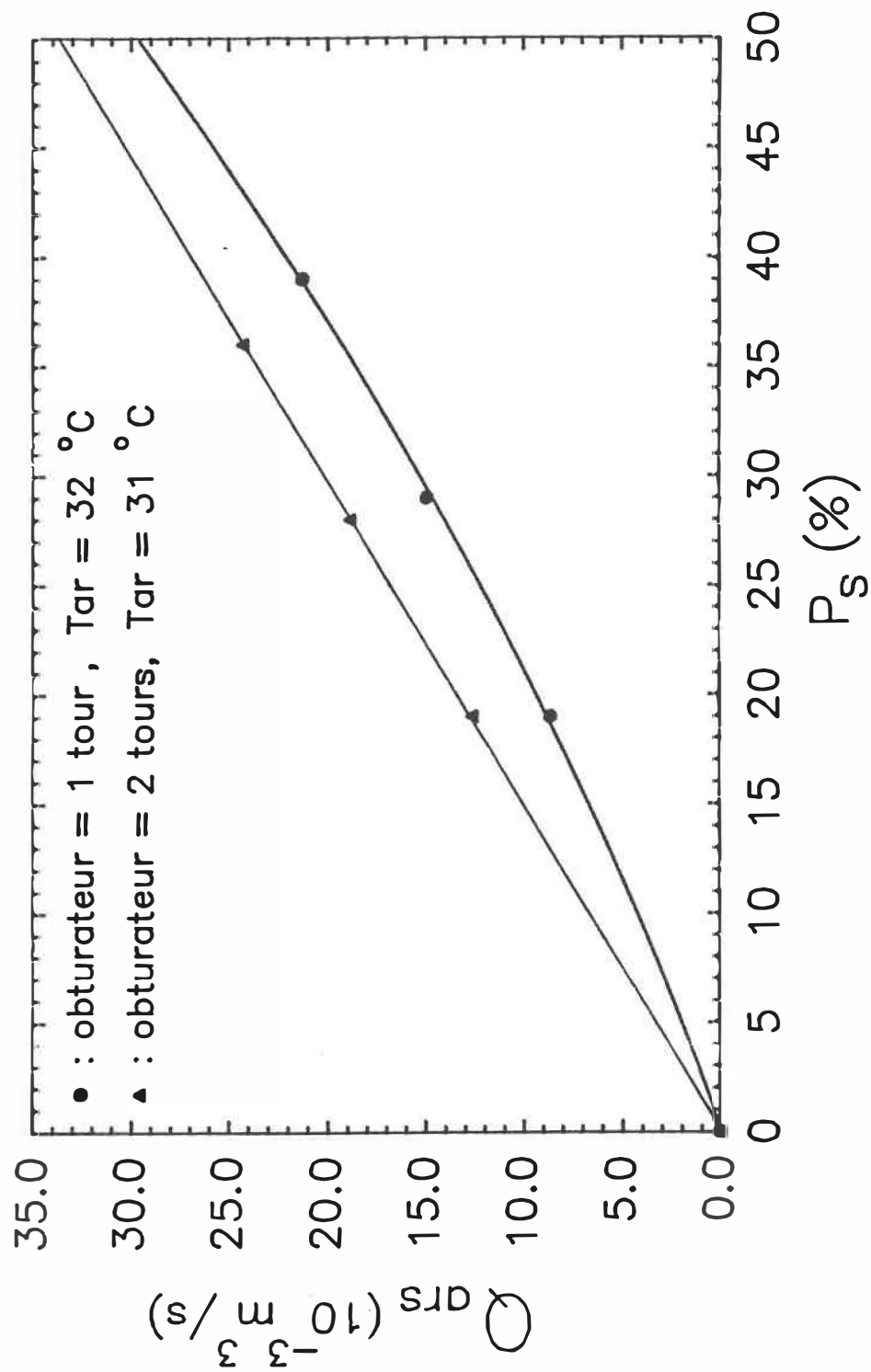
et $r = -1.000$



Appendice B:(suite) masse volumique pour le PEbd1



Appendice C: Courbes de calibration de la soufflante



Appendice D : Plan expérimental d'une série d'expériences

Série : XX

niveau inférieur : -

niveau médian : 0

niveau supérieur : +

<u>Etape : 1</u>	<u>Expérience</u>	<u>Tr</u>	<u>Qar</u>	<u>RE</u>
	1	+	0	0
	2	+	0	+
	3	+	0	-
	4	+	+	-
	5	+	+	0
	6	+	+	+
	7	+	-	+
	8	+	-	0
	9	+	-	-
répétitions	50	+	0	0
	51	+	+	-
	52	+	0	0
	53	+	-	+
	54	+	+	-
	55	+	-	+
<u>Etape : 2</u>	16	-	0	0
	17	-	0	-
	18	-	0	+
	19	-	-	+
	20	-	-	0
	21	-	-	-
	22	-	+	-
	23	-	+	0
	24	-	+	+
répétitions	56	-	0	0
	57	-	+	-
	58	-	0	0
	59	-	-	+
	60	-	+	-
	61	-	-	+

Appendice E: Conditions d'opération de l'extrudeuse

Tableau E-1: PEbd1

Série	J		K		L	
étape	1	2	1	2	1	2
N _e (tpm)	25.0	25.0	35.0	35.0	30.0	30.0
T _{pr} (°C)	203	197	207	202	205	200
P _e (MPa)	18.8	20.0	22.7	23.8	20.4	21.5
M _e (N*m)	363	367	418	425	391	392
I (A)	9.5	9.5	11.0	11.2	10.3	10.3
G _p (kg/h)	6.8	6.8	9.6	9.6	8.1	8.1
T _r (°C)						
zone 1	135	135	135	135	135	135
zone 2	175	175	175	175	175	175
zone 3	190	185	190	185	190	185

Tableau E-2: PEhd

Série	G		H		I	
étape	1	2	1	2	1	2
N _e (tpm)	25.0	25.0	35.0	35.0	30.0	30.0
T _{pr} (°C)	219	214	219	214	218	213
P _e (MPa)	19.7	20.1	22.6	23.1	21.3	21.8
M _e (N*m)	305	307	332	339	323	326
I (A)	8.0	8.2	8.9	8.9	8.5	8.5
G _p (kg/h)	6.1	6.1	8.6	8.6	7.5	7.5
T _r (°C)						
zone 1	135	135	135	135	135	135
zone 2	185	185	185	185	185	185
zone 3	210	205	210	205	210	205

Tableau F-3 : Série # H, étape 1, PEhd (16-A de Dupont), Ne = 35 tpm et Tr = 210 °C, RG = 2.55

EXPERIENCE :	H-1	H-2	H-3	H-4	H-5	H-6	H-7	H-8	H-9
REFROIDISSEMENT									
Taa (°C)	26.0	26.0	26.0	26.0	26.0	26.0	26.0	26.5	26.5
Tar (°C)	30.2	30.2	30.3	30.8	31.1	31.2	30.7	30.5	30.5
ps (X/60)	34.0	34.0	34.0	36.0	36.0	36.0	32.0	32.0	32.0
Vars (m/s)	2.98	2.96	2.86	3.11	3.35	3.38	2.95	2.96	2.99
Qar (10 ⁻³ m ³ /s)	23.09	22.93	22.18	24.15	26.07	26.32	22.92	22.99	23.18
FILM									
Z (mm)	215	220	205	190	200	210	245	235	225
W (mm)	202	203	200	198	200	201	205	203	201
H (µm)	46	39	60	61	47	39	39	47	60
pre (%)	29.0	35.0	23.0	23.0	29.0	35.0	35.0	29.0	23.0
RE	4.49	5.48	3.49	3.49	4.49	5.48	5.48	4.49	3.49
Pb (mm d'H2O)	24.1	24.3	24.6	25.3	24.9	24.9	23.4	23.5	23.7
Ts (°C)	157	157	156	154	156	156	158	158	157
DM									
Es (MPa) moy.	300.3	308.7	344.3	340.8	322.8	299.1	311.4	335.2	355.2
s	9.0	4.7	2.8	2.5	5.5	3.7	3.6	4.5	4.1
σc (MPa) moy.	16.5	15.2	18.6	17.4	15.2	14.3	14.8	16.7	17.8
s	5.2	6.3	6.2	7.1	6.5	3.3	4.2	2.4	2.7
εc (%) moy.	11.6	10.6	13.1	11.8	11.1	10.3	10.4	11.3	12.6
s	1.0	0.7	0.4	0.6	0.7	0.6	0.9	0.8	0.4
σr (MPa) moy.	43.3	39.1	43.6	39.6	42.4	40.0	44.1	40.4	39.0
s	3.3	5.4	2.7	4.6	2.2	4.1	2.9	5.8	5.5
εr (%) moy.	717.2	594.4	795.9	771.2	712.9	594.1	679.8	702.2	774.3
s	16.4	35.4	12.7	8.8	17.6	21.1	12.8	21.9	28.5
bris --->									
DT									
Es (MPa) moy.	399.7	415.6	424.6	421.7	411.7	392.7	421.8	442.4	431.9
s	6.0	3.3	2.2	5.3	3.5	4.5	2.7	3.4	4.6
σc (MPa) moy.	20.0	18.4	21.3	20.4	18.7	18.5	18.3	19.7	20.8
s	9.2	3.0	5.2	3.7	2.4	10.6	8.2	4.5	2.6
εc (%) moy.	8.4	7.1	9.4	9.4	8.1	7.4	7.8	8.1	9.4
s	0.8	0.2	0.8	0.7	0.3	0.5	0.5	0.4	0.5
σr (MPa) moy.	37.0	34.3	36.0	35.1	34.5	27.3	34.9	36.2	34.4
s	1.7	7.2	3.7	2.4	2.1	4.7	3.0	4.8	3.5
εr (%) moy.	873.7	863.8	883.5	883.2	875.8	801.9	846.8	875.1	877.2
s	29.6	26.1	13.8	7.0	18.1	25.4	13.9	14.4	29.5
bris --->									

Tableau F-7: Série J, étape # 1, PEbd1 (13J4 de Dupont), Ne = 25 tpm et Tr= 190 °C, RG = 2.55

EXPERIENCE	J-1	J-2	J-3	J-4	J-5	J-6	J-7	J-8	J-9
REFROIDISSEMENT									
***** CONDITIONS D'OPERATION *****									
Taa (°C)	26.0	26.0	26.0	26.0	26.0	26.0	27.0	27.0	27.0
Tar (°C)	29.3	29.6	29.7	29.7	30.0	30.2	30.3	30.4	30.2
ps (X/b0)	20.0	20.0	20.0	21.0	21.0	21.0	19.0	19.0	19.0
Vars (m/s)	1.16	1.17	1.22	1.30	1.30	1.30	1.15	1.13	1.10
Qar (10 ⁻³ m ³ /s)	8.95	9.08	9.48	10.03	10.04	10.04	8.91	8.79	8.51
FILM									
Z (mm)	140	145	135	125	130	133	155	155	150
W (mm)	202	202	201	200	200	200	204	NA	203
H (µm)	44	37	57	58	45	38	37	45	57
pre (%)	24.0	28.0	19.0	19.0	24.0	28.0	28.0	24.0	19.0
RE	4.70	5.55	3.64	3.64	4.70	5.55	5.55	4.70	3.64
Pb (mm d'H2O)	NA	NA	NA	NA	NA	NA	NA	NA	NA
Ts (°C)	133	136	129	124	126	128	141	140	137
DM ***** PROPRIETES MECANQUES *****									
Es (MPa) moy.	189.2	182.4	186.9	181.3	175.2	168.4	168.7	176.1	177.9
S2	4.6	2.9	3.0	3.2	4.1	3.8	3.8	3.2	5.3
σc (MPa) moy.	10.5	9.7	11.2	10.9	10.1	8.8	8.6	9.9	10.5
S2	6.6	5.3	5.8	5.5	5.8	5.3	7.3	6.0	3.4
εc (%) moy.	19.7	19.9	20.0	21.8	21.3	21.1	18.2	21.9	20.2
S2	1.0	1.3	0.8	1.2	1.4	1.4	1.4	1.5	1.1
σr (MPa) moy.	38.7	39.4	37.3	37.4	35.7	34.8	32.2	30.1	34.4
S2	4.4	1.8	3.6	3.0	3.7	6.2	4.4	7.9	2.1
εr (%) moy.	712.3	684.5	747.0	748.3	685.9	650.9	641.5	660.6	751.2
S2	11.7	6.8	14.0	7.8	30.0	25.1	12.3	35.9	14.1
DT									
Es (MPa) moy.	236.4	224.1	228.1	238.6	220.2	212.7	228.2	218.9	234.8
S2	5.3	3.9	4.0	4.1	4.6	3.1	3.9	3.2	4.1
σc (MPa) moy.	11.4	11.4	13.0	12.9	11.4	10.1	9.6	10.0	11.3
S2	6.1	4.2	3.8	5.8	8.9	5.7	5.2	12.2	4.3
εc (%) moy.	12.5	13.1	14.5	14.7	13.5	12.1	12.6	12.8	14.5
S2	0.6	0.6	0.3	0.4	0.6	1.0	0.6	1.4	0.1
σr (MPa) moy.	34.1	34.7	37.1	32.6	33.8	29.7	28.0	31.3	30.9
S2	6.0	7.8	5.8	5.7	3.5	6.2	9.8	1.8	8.9
εr (%) moy.	792.3	791.8	831.0	793.8	799.5	756.1	747.2	793.3	807.2
S2	17.4	31.0	29.3	26.0	13.1	24.6	30.6	11.9	31.1

Tableau F-8 : Série J, étape # 2, Pebdl (13J4 de Dupont), Ne = 25 tpm et Tr = 185 °C, R6 = 2.55

EXPERIENCE	J-16	J-17	J-18	J-19	J-20	J-21	J-22	J-23	J-24
REFROIDISSEMENT									
***** CONDITIONS D'OPERATION *****									
Taa (°C)	27.0	27.0	27.0	27.0	27.0	27.0	27.0	28.0	28.0
Tar (°C)	31.5	31.5	31.5	31.4	31.2	31.3	31.3	31.6	31.7
ps (X/60)	20.0	20.0	20.0	19.0	19.0	19.0	21.0	21.0	21.0
Vars (m/s)	1.21	1.20	1.22	1.14	1.15	1.13	1.22	1.26	1.25
Qar (10 ⁻³ m ³ /s)	9.42	9.38	9.49	8.90	8.93	8.82	9.49	9.85	9.78
FILM									
Z (mm)	125	120	125	135	135	128	110	110	105
W (mm)	200	198	200	201	201	200	198	198	198
H (µm)	44	58	37	37	44	58	58	45	38
pre (%)	24.0	19.0	28.0	28.0	24.0	19.0	19.0	24.0	28.0
RE	4.71	3.65	5.56	5.56	4.71	3.65	3.65	4.71	5.56
Pb (mm d'H2O)	NA	NA	NA	NA	NA	NA	NA	NA	NA
Ts (°C)	122	122	122	129	126	122	117	119	121
DM ***** PROPRIETES MECANQUES *****									
Es (MPa) moy.	210.0	217.3	204.1	196.7	200.3	215.6	206.3	192.5	188.3
S2	2.2	5.6	4.0	5.8	3.4	4.0	3.1	4.3	4.4
ec (MPa) moy.	10.3	11.7	9.2	9.6	10.2	11.4	11.9	10.2	9.2
S2	4.2	4.1	2.5	7.0	5.2	6.3	4.5	8.1	8.2
εc (%) moy.	17.3	18.2	17.2	16.7	17.8	17.6	18.3	17.5	16.1
S2	1.6	1.2	1.6	0.8	0.3	0.1	1.0	0.5	0.9
σr (MPa) moy.	39.7	37.2	35.2	36.7	33.8	33.9	36.1	35.6	37.8
S2	8.3	1.6	7.2	5.0	3.7	6.1	3.2	3.5	1.7
εr (%) moy.	737.4	718.1	617.2	635.0	654.2	705.7	696.8	642.3	610.1
S2	60.0	18.7	5.5	20.9	21.7	25.5	9.2	11.2	5.6
DT									
Es (MPa) moy.	252.3	260.5	247.9	246.8	251.9	260.6	241.2	236.4	239.7
S2	2.5	4.6	4.6	4.3	2.0	4.3	2.4	3.0	1.0
ec (MPa) moy.	12.2	13.1	11.1	9.8	12.3	13.0	12.5	11.3	10.9
S2	6.2	1.4	3.8	4.3	4.2	6.1	3.8	6.0	5.3
εc (%) moy.	13.0	13.3	11.3	11.5	12.6	13.0	13.2	12.3	11.5
S2	1.0	0.5	1.0	0.9	0.6	0.8	0.5	1.0	0.4
σr (MPa) moy.	32.7	34.2	30.8	29.6	30.3	33.3	35.9	33.0	32.1
S2	7.4	3.0	4.4	7.3	4.8	3.7	7.7	4.5	4.5
εr (%) moy.	768.0	794.6	743.2	753.7	750.8	783.2	806.5	766.6	733.0
S2	3.0	23.0	20.9	20.4	13.3	18.5	25.2	13.1	16.8

Tableau F-9 : Série K, étape # 1, PEbd1 (13J4 de Dupont), Ne = 35 tpm et Tr= 190 °C, RG = 2.55

EXPERIENCE	K-1	K-2	K-3	K-4	K-5	K-6	K-7	K-8	K-9
REFROIDISSEMENT			*****			CONDITIONS D'OPERATION			*****
Taa (°C)	29.0	29.0	28.5	28.5	28.5	28.5	28.5	28.5	28.5
Tar (°C)	33.5	33.4	33.2	33.7	33.8	33.9	33.3	32.8	32.7
ps (X/60)	37.0	37.0	37.0	39.0	39.0	39.0	35.0	35.0	35.0
Vars (m/s)	2.62	2.49	2.51	2.81	2.75	2.76	2.46	2.43	2.42
Qar (10 ⁻³ m ³ /s)	20.55	19.50	19.65	22.07	21.56	21.65	19.26	18.99	18.90
FILM									
Z (mm)	145	145	143	135	140	140	155	153	150
W (mm)	200	200	199	199	199	199	201	201	201
H (µm)	48	40	62	62	48	40	40	49	62
pre (%)	30.0	36.0	24.0	24.0	30.0	36.0	36.0	30.0	24.0
RE	4.28	5.20	3.37	3.37	4.28	5.20	5.20	4.28	3.37
Pb (mm d'H2O)	NA	NA	NA	NA	NA	NA	NA	NA	NA
Ts (°C)	138	139	136	133	135	137	141	140	139
DM			*****			PROPRIETES MECANQUES			*****
Es (MPa) moy.	181.6	179.5	186.1	176.6	180.9	179.1	193.0	194.0	198.8
S2	2.5	2.4	3.8	4.8	1.6	3.0	4.0	5.7	0.9
ec (MPa) moy.	9.9	10.9	11.2	11.0	9.8	8.2	10.2	10.0	11.1
S2	4.7	2.8	3.5	8.8	5.8	2.2	4.8	4.0	3.4
ec (%) moy.	21.1	22.2	21.0	23.3	30.0	30.6	18.2	19.8	20.8
S2	1.0	2.3	1.8	1.4	2.8	2.4	0.8	0.8	0.8
er (MPa) moy.	39.8	41.5	36.5	36.3	38.9	33.6	38.7	36.7	36.9
S2	1.8	4.2	2.9	3.5	5.0	4.7	4.5	5.5	4.1
er (%) moy.	708.1	660.2	740.4	741.7	692.6	600.3	651.9	686.3	736.9
S2	9.8	12.3	13.8	14.7	25.9	9.3	18.5	16.4	37.5
DT									
Es (MPa) moy.	228.2	209.3	228.5	225.3	223.4	214.0	239.2	238.9	239.7
S2	2.8	2.1	4.5	5.6	4.7	2.8	2.7	3.0	2.9
ec (MPa) moy.	11.9	11.3	12.3	11.5	10.1	9.0	11.8	11.6	12.6
S2	5.7	7.7	3.9	4.0	10.4	7.4	3.5	6.5	2.4
ec (%) moy.	12.8	14.1	15.1	15.8	14.2	13.2	14.2	14.0	14.7
S2	0.7	1.3	0.3	0.9	1.0	0.8	0.4	0.6	0.2
er (MPa) moy.	35.9	34.6	36.1	37.2	34.2	30.0	34.5	32.3	35.6
S2	7.1	5.1	5.5	3.3	4.1	1.9	4.0	5.7	3.4
er (%) moy.	791.2	787.0	843.1	879.1	783.4	749.1	785.0	775.6	825.9
S2	13.9	21.7	23.9	29.3	25.6	17.4	23.6	24.3	14.5

Tableau F-10 : Série K, étape # 2, PEbd1 (13J4 de Dupont), Ne = 35 tpm et Tr = 185 °C, R6 = 2.55

EXPERIENCE	K-16	K-17	K-18	K-19	K-20	K-21	K-22	K-23	K-24
REFROIDISSEMENT									
***** CONDITIONS D'OPERATION *****									
Taa (°C)	30.0	30.0	30.0	30.0	30.0	29.0	29.0	29.0	29.0
Tar (°C)	35.6	35.8	36.2	35.2	34.6	34.4	35.0	35.3	35.2
ps (X/60)	37.0	37.0	37.0	35.0	35.0	35.0	39.0	39.0	39.0
Vars (m/s)	2.66	2.62	2.59	2.45	2.55	2.45	2.77	2.81	2.78
Qar (10 ⁻³ m ³ /s)	21.01	20.70	20.45	19.30	20.06	19.25	21.81	22.15	21.90
FILM									
Z (mm)	140	135	140	150	145	140	130	130	133
W (mm)	200	200	200	201	201	200	198	199	199
H (µm)	49	62	40	40	48	60	62	48	39
pre (%)	30.0	24.0	36.0	36.0	30.0	24.0	24.0	30.0	36.0
RE	4.26	3.35	5.17	5.17	4.26	3.35	3.35	4.26	5.17
Pb (mm d'H2O)	NA	NA	NA	NA	NA	NA	NA	NA	NA
Ts (°C)	133	132	136	138	136	133	128	130	131
DM ***** PROPRIETES MECANIQUES *****									
Es (MPa) moy.	177.5	194.4	180.9	180.9	178.4	179.9	176.8	175.1	171.8
S2	4.8	1.8	2.4	4.0	2.0	2.0	1.7	1.9	4.1
σc (MPa) moy.	10.6	12.0	9.2	9.5	9.7	11.8	11.1	10.3	9.4
S2	6.7	3.3	5.0	7.4	6.5	1.6	4.9	5.3	4.6
εc (%) moy.	16.9	18.1	15.4	16.5	16.7	17.4	18.0	17.5	16.9
S2	0.9	0.4	0.7	1.0	0.7	0.7	0.5	1.5	1.4
σr (MPa) moy.	34.9	36.5	34.9	31.2	31.2	34.9	32.9	34.0	26.2
S2	3.8	9.8	2.6	4.9	3.8	2.0	2.8	4.6	8.3
εr (%) moy.	639.4	735.2	606.8	586.5	622.9	678.1	677.4	624.4	520.8
S2	21.3	58.6	4.0	25.0	14.9	22.0	20.2	17.5	22.4
DT									
Es (MPa) moy.	225.3	231.8	229.9	210.9	219.8	226.2	209.8	219.5	219.4
S2	3.4	1.5	2.0	1.2	1.1	1.4	1.2	2.1	4.4
σc (MPa) moy.	12.1	13.1	9.7	10.7	11.7	13.6	12.0	11.8	10.0
S2	2.4	4.5	6.7	5.8	8.0	5.8	2.1	3.9	3.7
εc (%) moy.	12.9	13.9	10.7	12.0	12.9	13.6	13.6	12.3	11.9
S2	0.6	0.2	0.4	0.4	1.0	0.8	0.5	0.7	0.6
σr (MPa) moy.	32.2	32.5	28.2	27.9	30.8	34.7	30.9	32.7	24.1
S2	2.8	5.6	10.4	9.4	5.9	4.2	3.5	6.0	5.8
εr (%) moy.	756.2	783.0	710.6	706.3	754.5	858.6	768.5	777.2	660.0
S2	15.2	17.1	33.6	26.7	27.8	44.5	15.5	41.7	14.9

Tableau F-11 : Série L, étape # 1, PEbd1 (13J4 de Dupont), Ne = 30 tpm et Tr= 190 °C , RG =2.55

EXPERIENCE	L-1	L-2	L-3	L-4	L-5	L-6	L-7	L-8	L-9
REFROIDISSEMENT									
***** CONDITIONS D'OPERATION *****									
Taa (°C)	30.0	30.0	30.0	30.0	30.0	30.0	30.0	30.0	30.0
Tar (°C)	33.2	33.1	33.3	34.0	33.6	33.8	33.1	33.0	33.1
ps (X/60)	29.0	29.0	29.0	30.5	30.5	30.5	27.5	27.5	27.5
Vars (m/s)	2.07	1.94	2.02	2.17	2.12	2.13	1.87	1.85	1.84
Qar (10 ⁻³ m ³ /s)	16.23	15.19	15.80	17.03	16.65	16.74	14.60	14.51	14.40
FILM									
Z (mm)	135	138	130	125	128	130	145	145	140
W (mm)	201	201	201	199	201	201	204	203	203
H (µm)	47	38	59	59	46	37	37	45	59
pre (%)	27.0	32.5	21.5	21.5	27.0	33.5	32.5	27.0	21.5
RE	4.49	5.48	3.51	3.51	4.49	5.48	5.48	4.49	3.51
Pb (mm d'H2O)	NA	NA	NA	NA	NA	NA	NA	NA	NA
Ts (°C)	131	134	129	131	128	135	139	137	135
DM ***** PROPRIETES MECANQUES *****									
Es (MPa) moy.	189.9	192.8	219.7	199.4	183.2	164.3	177.9	207.9	216.0
s	1.3	3.4	4.6	2.6	3.8	2.8	1.4	5.1	3.0
σc (MPa) moy.	10.9	10.4	11.9	11.5	10.5	10.3	9.6	10.6	11.4
s	4.3	6.5	3.8	2.6	4.7	4.4	3.0	6.2	4.3
εc (%) moy.	20.0	18.9	19.4	18.7	18.4	18.3	18.2	17.3	17.8
s	0.9	0.8	0.8	0.8	1.1	1.1	0.9	0.2	0.6
σr (MPa) moy.	35.73	36.1	35.7	33.2	38.5	36.7	35.8	37.4	38.6
s	5.0	4.4	7.6	4.6	3.1	4.6	6.3	7.0	3.5
εr (%) moy.	674.6	629.8	742.2	716.0	707.4	609.7	623.9	685.4	721.8
s	23.8	11.2	49.3	29.5	44.4	9.2	15.2	25.1	14.0
DT									
Es (MPa) moy.	250.2	231.1	245.9	224.8	227.4	210.4	230.8	255.8	256.0
s	4.5	4.6	3.3	3.8	4.2	4.8	2.2	4.6	4.0
σc (MPa) moy.	12.7	13.0	13.3	12.8	12.1	10.9	11.1	11.8	12.3
s	5.7	6.6	2.0	0.9	3.1	5.8	6.5	5.1	4.5
εc (%) moy.	13.4	13.3	14.2	14.1	13.0	13.4	12.1	13.3	13.2
s	0.7	0.7	0.1	0.4	0.7	0.3	0.6	0.4	0.7
σr (MPa) moy.	30.6	33.6	33.2	33.3	32.3	31.5	31.3	30.2	36.5
s	1.8	1.5	6.6	10.0	3.4	1.7	3.8	4.7	5.7
εr (%) moy.	757.0	760.3	791.7	782.7	766.2	753.3	740.5	758.7	794.7
s	7.0	12.5	28.5	36.2	10.3	8.5	26.0	27.6	14.7

Tableau F-12 : Série L, étape # 2, PEbd1 (13J4 de Dupont), Ne = 30 tpm et Tr = 185 °C, RG = 2.55

EXPERIENCE	L-16	L-17	L-18	L-19	L-20	L-21	L-22	L-23	L-24
REFROIDISSEMENT									
***** CONDITIONS D'OPERATION *****									
Taa (°C)	31.0	31.0	31.0	31.0	31.0	31.0	31.0	31.0	31.0
Tar (°C)	33.8	34.0	33.7	33.6	33.4	33.6	34.0	33.9	34.1
ps (X/60)	29.0	29.0	29.0	27.5	27.5	27.5	30.5	30.5	30.5
Vars (m/s)	1.97	1.98	2.02	1.81	1.88	1.81	2.13	2.10	2.16
Qar (10 ⁻³ m ³ /s)	15.43	15.51	15.86	14.18	14.73	14.18	16.75	16.51	16.96
FILM									
Z (mm)	128	125	130	138	135	130	120	123	125
W (mm)	201	200	201	202	202	201	200	200	200
H (µm)	45	59	38	38	46	59	59	46	38
pre (%)	27.0	21.5	32.5	32.5	27.0	21.5	21.5	27.0	32.5
RE	4.57	3.57	5.57	5.57	4.57	3.57	3.57	4.57	5.57
Pb (mm d'H2O)	NA	NA	NA	NA	NA	NA	NA	NA	NA
Ts (°C)	125	128	127	131	129	127	127	127	125
DM ***** PROPRIETES MECANQUES *****									
Es (MPa) moy.	196.9	206.6	201.9	199.4	189.6	193.6	183.6	173.1	179.6
s	3.1	3.9	5.9	3.4	4.5	1.4	3.3	4.6	2.6
σc (MPa) moy.	8.5	10.7	8.9	7.6	10.3	11.0	11.3	10.3	8.4
s	4.6	4.3	7.2	5.6	1.7	5.4	6.1	6.7	3.0
εc (%) moy.	16.0	17.7	16.8	15.1	16.6	17.9	17.8	18.3	15.6
s	1.8	0.9	1.0	0.8	1.5	1.2	3.9	1.5	0.8
σr (MPa) moy.	38.9	39.2	40.1	36.1	39.7	36.9	38.8	39.8	33.7
s	6.3	2.3	1.9	5.3	3.9	3.7	5.2	5.7	5.0
εr (%) moy.	656.8	707.4	608.7	607.9	672.1	703.6	702.1	649.5	591.5
s	16.9	11.5	5.7	4.8	14.0	12.4	16.0	10.4	22.3
DT									
Es (MPa) moy.	246.6	252.2	239.4	241.3	239.9	233.8	239.1	209.8	211.9
s	2.9	1.1	2.6	3.2	2.4	2.9	4.1	4.1	4.9
σc (MPa) moy.	11.4	12.2	8.9	9.5	12.2	12.2	13.4	11.9	9.6
s	2.8	5.0	7.0	3.1	5.8	6.9	2.2	11.6	6.8
εc (%) moy.	11.9	13.2	11.1	11.4	12.5	13.1	14.1	13.1	11.6
s	0.6	0.7	0.4	0.8	0.6	0.6	0.5	1.4	0.9
σr (MPa) moy.	35.3	36.5	31.3	31.8	36.5	34.5	36.1	36.8	30.6
s	6.0	6.9	4.5	11.5	4.4	6.2	4.5	3.4	6.0
εr (%) moy.	754.2	783.8	714.3	737.6	784.6	779.9	777.6	755.1	746.5
s	23.5	21.7	12.9	35.1	29.3	25.2	11.8	16.4	22.2

Appendice G: Caractéristiques physiques de la bulle

Régressions en fonction des paramètres étudiés

Tableau G-1: Effets de RE sur l'épaisseur des films (H)
pour un RG = 2.55 , RE = 3.5 à 5.5

$$H = m (RE) + b, (\mu m)$$

Polymère	G_p (kg/h)	T_r (°C)	m (μm)	b (μm)	r	n
PEhd	6.1, 7.5, 8.6	210, 205	-11.41	99.9	0.987	54
PEbd1	6.8, 8.1, 9.6	190, 185	-11.15	97.9	0.994	54

Tableau G-2: Effets de RE, de Q_{ar} , de T_r et de G_p sur Z
pour des films de PEhd, et $Q_{ar} = 12.7$ à 25.2

$$Z = m (Q_{ar}) + b, \text{ (mm)}$$

G_p (kg/h)	T_r (°C)	RE	m (1)	b (mm)	r	n
6.1	210	3.54	-26.19	550	0.972	3
		4.48	-22.14	502	0.998	3
		5.41	-26.68	570	0.990	3
	205	3.54	-21.89	477	0.987	3
		4.47	-21.89	482	0.987	3
		5.40	-26.42	550	0.999	3
7.5	210	3.27	-13.69	467	0.962	3
		4.22	-11.78	438	0.987	3
		5.17	-13.69	482	0.962	3
	205	3.27	-11.04	402	0.925	3
		4.22	-11.04	407	0.925	3
		5.18	-11.19	415	0.941	3
8.6	210	3.49	- 8.73	413	0.972	3
		4.49	- 8.73	423	0.972	3
		5.48	- 8.50	426	0.923	3
	205	3.52	- 8.12	386	0.994	3
		4.52	- 7.86	386	0.964	3
		5.52	- 6.61	367	0.981	3

note (1): unité =(mm/10⁻³ m³/s)

Tableau G-3: Effets de Q_{ar} , de T_r et de G_p sur Z pour des films de PEbd1, et $Q_{ar} = 8.8$ à 22.0

$$Z = m (Q_{ar}) + b, \text{ (mm)}$$

G_p (kg/h)	T_r (°C)	RE	m (1)	b (mm)	r	n
6.8	190	3.64, 4.70, 5.55	-23.28	357	0.948	9
	185	3.65, 4.71, 5.56	-23.28	338	0.983	9
8.1	190	3.51, 4.49, 5.48	- 6.97	244	0.925	9
	185	3.57, 4.57, 5.57	- 5.14	209	0.885	9
9.6	190	3.37, 4.28, 5.20	- 5.88	265	0.943	9
	185	3.35, 4.26, 5.17	- 5.89	259	0.900	9

note (1): unité =(mm/10⁻³ m³/s)

Tableau G-4: Effets de Z sur la largeur des films (W)
pour RE = 3.5 à 5.5

Z = 165 à 245 mm pour le PEhd et
Z = 105 à 165 mm pour le PEbd1

$$W = m (Z) + b, \text{ (mm)}$$

Polymère	G_p (kg/h)	T_r (°C)	m (mm/mm)	b (mm)	r	n
PEhd	6.1, 7.5, 8.6	210, 205	0.13485	17.2	0.917	47/54
PEbd1	6.8, 8.1,	190, 185	0.13320	18.3	0.927	35
	9.6	190, 185,	0.10401	18.5	0.834	18

Tableau G-5: Effets de Q_{ar} , de T_r et de G_p sur T_e pour des films de PEhd, et $Q_{ar} = 12.7$ à 25.3

$$T_e = m (Q_{ar}) + b, (^\circ\text{C})$$

G_p (kg/h)	T_r ($^\circ\text{C}$)	RE	m (1)	b ($^\circ\text{C}$)	r	n
6.1	210	3.54, 4.48, 5.41	-1.5088	177.1	0.703	9
	205	3.54, 4.47, 5.40	-1.7780	176.7	0.748	9
7.5	210	3.27, 4.22, 5.17	-0.9129	173.5	0.589	9
	205	3.27, 4.22, 5.18	-0.9129	170.5	0.834	9
8.6	210	3.49, 4.49, 5.48	-0.5960	170.7	0.818	9
	205	3.52, 4.52, 5.52	-0.4400	163.4	0.808	9

note (1): unité =(mm/10⁻³ m³/s)

Tableau G-6: Effets de RE, de Q_{ar} , de T_r et de G_p sur T_a
pour des films de PEbd1, et $Q_{ar} = 8.8$ à 22.0

$$T_a = m (Q_{ar}) + b, (^\circ\text{C})$$

G_p (kg/h)	T_r ($^\circ\text{C}$)	RE	m (1)	b (mm)	r	n
6.8	190	3.64	-12.52	246	0.999	3
		4.70	-13.48	258	1.000	3
		5.55	-12.52	251	0.991	3
	185	3.64	- 4.82	164	1.000	3
		4.70	- 6.74	185	0.997	3
		5.55	- 7.71	197	1.000	3
8.1	190	3.51	- 1.72	159	0.636	3
		4.49	- 2.76	174	1.000	3
		5.48	- 1.73	163	0.740	3
	185	3.57	- 0.01	128	0.024	3
		4.57	- 0.88	142	1.000	3
		5.57	- 2.64	169	0.977	3
9.6	190	3.37	- 2.49	187	1.000	3
		4.28	- 2.01	180	0.995	3
		5.20	- 1.16	173	1.000	3
	185	3.35	- 2.09	174	0.949	3
		4.26	- 2.49	184	1.000	3
		5.17	- 2.92	195	0.973	3

Tableau G-7: Effets de Z sur la pression interne de la bulle (P_b) de PEhd

Z = 165 à 245 pour le PEhd

$$P_b = m (Z) + b, \text{ (mm d'eau)}$$

G_p (kg/h)	T_r (°C)	RE	m (1)	b (2)	r	n
6.1	210, 205	3.54, 4.48, 5.41	-0.0411	29.83	0.931	17/18
7.5	210, 205	3.27, 4.22, 5.17	-0.0551	35.10	0.9556	17/18
8.6	210	3.49, 4.49, 5.48	-0.0373	32.40	0.952	9/9
	205	3.52, 4.52, 5.52	-0.0407	34.00	0.945	9/9

note (1): unité = (mm d'eau/mm)

(2): unité = (mm d'eau)

Appendice H : Propriétés mécaniques de traction des films

Régressions en fonction des paramètres étudiés

Tableau H-1: Effets de RE sur E_{DM} pour des films de PEhd, et pour RE = 3.5 à 5.5

$$E_{\text{DM}} = m (\text{RE}) + b, \quad (\text{MPa})$$

G_p (kg/h)	T_r (°C)	Q_{ar} (1)	m (MPa)	b (MPa)	r	n
6.1 7.5 8.6	210, 205	12.70, à 25.23	-18.010	413.7	0.755	49/54

note (1): unité = $10^{-3} \text{ m}^3/\text{s}$

Tableau H-2: Effets de RE et de T_r sur ϵ_c pour RE = 3.5 à 5.5

$$\epsilon_c = m (\text{RE}) + b, \quad (\%)$$

G_p (kg/h)	sens	T_r (°C)	m (%)	b (%)	r	n
*** PEhd ***						
6.1, 7.5, 8.6	DM	210, 205	-0.739	14.64	0.867	49/54
	DT	210, 205	-0.942	12.48	0.909	53/54
*** PEbd1 ***						
6.8 8.1 9.6	DM	190	0.0000	19.90	-	25/27
		185	-0.7330	20.43	0.841	21/27
	DT	190	-0.905	17.68	0.873	21/27
		185	-0.980	16.94	0.927	25/27

note 1: tendance non significative

Tableau H-3: Effets de RE sur σ_e pour RE = 3.5 à 5.5

$$\sigma_e = m (RE) + b, \quad (\text{MPa})$$

G_p (kg/h)	sens	T_r (°C)	m (Mpa)	b (MPa)	r	n
*** PEhd ***						
6.1, 7.5, 8.6	DM	210, 205	-1.455	23.08	0.901	52/54
	DT	210, 205	-1.210	25.57	0.864	51/54
*** PEbd1 ***						
6.8, 8.1, 9.6	DM	190 185,	-0.968	14.66	0.862	50/54
	DT	190 185	-1.152	16.87	0.846	47/54

Tableau H-4: Effets de RE, de T_r et G_p sur ϵ_r pour
RE = 3.5 à 5.5

$$\epsilon_r = m (RE) + b, \quad (\%)$$

G_p (kg/h)	sens	T_r (°C)	m (%)	b (%)	r	n
*** PEhd ***						
6.1, 7.5, 8.6	DM	210, 205	-64.127	979.1	0.877	47/54
	DT ₁	210, 205	-20.404	961.5	0.550	52/54
*** PEbd1 ***						
6.8 8.1	DM	190 185,	-52.315	910.8	0.911	34/36
	DT ₁	190 185,	-22.833	875.4	0.735	36/36
9.6	DM	190	-55.769	929.8	0.929	9/9
		185	-68.974	926.2	0.886	9/9
	DT	190	-41.291	979.0	0.820	9/9
		185	-61.025	1012.8	0.850	9/9

note 1: tendance non significative

Tableau H-5: Effets de G_p sur $(\Delta E_s / \Delta Q_{ar})$ pour les films de PEbd1

$$(\Delta E_s / \Delta Q_{ar}) = m (G_p) + b, \text{ pour } Q_{ar} > 10\%$$

G_p (kg/h)	sens	T_r (°C)	m (%)	b (%)	r	n
6.8, 8.1, 9.6	DM	190, 185	6.43	- 66.6	0.998	3
	DT	190, 185	8.38	- 85.4	0.996	3

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL



3 9334 00284417 1