UNIVERSITE DE MONTREAL

ETUDE DE LA DEGRADATION DES FIBRES LORS DE L'INJECTION D'UN POLYPROPYLENE RENFORCE DE FIBRES DE VERRE LONGUES

par

Pierre EHRHARDT

DEPARTEMENT DE GENIE MECANIQUE

ECOLE POLYTECHNIQUE

MEMOIRE PRESENTE EN VUE DE L'OBTENTION

DU GRADE DE MAÎTRE ES SCIENCES APPLIQUEES (M.Sc.A)

(GENIE MECANIQUE)

Juin 1990

c Pierre EHRHARDT

ıal Library
ıada

Bibliothèque nationale
du Canada

ıian Theses Service

Service des thèses canadiennes

Canada
N4

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

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

author retains ownership of the copyright
his/her thesis. Neither the thesis nor
stantial extracts from it may be printed or
erwise reproduced without his/her per-
sion.

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 0-315-58938-8

nadä

UNIVERSITE DE MONTREAL

ECOLE POLYTECHNIQUE

Ce mémoire intitulé :

ETUDE DE LA DEGRADATION DES FIBRES LORS DE L'INJECTION D'UN POLYPROPYLENE RENFORCE DE FIBRES DE VERRE LONGUES

présenté par Pierre EHRHARDT, en vue de l'obtention du grade de Maître es Sciences Appliquées, a été dûment accepté par le jury d'examen constitué de :

M. Bohuslav FISA : Ph.D., Président

M. Toan VU KHANH : Ph.D., Membre

M. Bernard SANSCHAGRIN : D.ING., Directeur

SOMMAIRE

Cette étude a été réalisée avec un matériau nouvellement introduit sur le marché : le polypropylène renforcé de fibres de verre longues. Une technique de mesure utilisant un analyseur d'image IBAS a été utilisée afin de caractériser les distributions de longueurs de fibres tout au long du procédé d'injection. Il a ainsi été possible de connaître l'influence des différentes composantes de la presse et du moule, ainsi que des paramètres de mise en oeuvre, sur la dégradation des fibres. On a mesuré que 61% de la dégradation totale des renforts est imputable au travail de la vis de plastification, 19% au clapet anti-retour, 6% à la buse, 10% à la carotte d'alimentation et 4% aux canaux d'alimentation. Ces mesures ont permis d'apporter des modifications à la presse, au moule, et finalement aux paramètres de mise en oeuvre pour obtenir un accroissement de la longueur moyenne des fibres dans la pièce moulée de l'ordre de 70%. Cette amélioration a engendrée une hausse des caractéristiques mécaniques du matériau de 12% pour le module de flexion, et de 14% pour la résistance à la traction.

ABSTRACT

This work has been completed with a recently introduced material : long glass fiber reinforced polypropylene. An image analysis system IBAS was used to characterize the glass fiber length distributions from the machine hopper to the end of the molded part. Using IBAS, it has been possible to determine the influence of mold design, non-return valve and nozzle dimensions on the fiber attrition. Various screw speeds, melt temperatures and injection speed profiles were used in order to improve the fiber length in the composite. Those results allowed to quantify the influence of the injection machine components on the fiber attrition : 61% of the total fiber attrition is due to the plasticating screw, 19% to the non-return valve, 6% to the nozzle, 10% to the sprue and 4% to the runners and the cavity. The various modifications made on the machine, the mold and the injection parameters have allowed a 70% increase of the mean fiber length in the molded part. This increase has led to an enhancement of the mechanical properties of the composite of 12% for the flexural modulus and 14% for the tensile strength.

REMERCIEMENTS

Je souhaiterais remercier toutes les personnes qui, de près ou de loin, m'ont aidé à compléter cette étude. Les techniciens du laboratoire de génie mécanique avec leur support technique, les étudiants du GRPC (Groupe de Recherche sur les Plastiques et Composites) avec leur soutien moral, les professeurs de ce même GRPC pour les connaissances qu'ils m'ont enseignées, et Eric de Kappelle pour les mesures des propriétés mécaniques. Toutes ces personnes m'ont permis de travailler dans de très bonnes conditions et m'ont certainement fait gagner beaucoup de temps. Je voudrais aussi remercier tout particulièrement mon directeur de recherche, le Docteur Bernard Sanschagrin qui a su me guider dans mes travaux et me conseiller efficacement.

TABLE DES MATIERES

Sommaire.....iv

Abstract.....v

Remerciements.....vi

Liste des Tableaux.....xi

Liste des Figures.....xii

Liste des symboles.....xvi

Chapitre 1 : INTRODUCTION.....1

1.1 Généralités.....1

1.2 Objectifs de l'étude.....3

1.3 Plan du mémoire.....4

Chapitre 2 : GENERALITES SUR LES THERMOPLASTIQUES RENFORCES.....7

2.1 Importance de la longueur des renforts sur les propriétés mécaniques d'un composite.....7

2.2 Cause de la dégradation des fibres.....11

2.3 Méthode de mesure de la longueur des fibres.....14

2.4 Modèle théorique de calcul des propriétés.....17

Chapitre 3 : MATIERE PREMIERE.....22

3.1 Introduction.....22

3.2 Polypropylène renforcé.....24

3.3 Polypropylène vierge.....27

3.4 Fibres de verre.....27

Chapitre 4 : EXPERIMENTATIONS.....28

4.1 Préparation des échantillons.....28

4.1.1 Prélèvement.....28

4.1.2 Pyrolyse.....30

4.1.3 Séparation des fibres.....31

4.2 Mesures des longueurs de fibres.....33

4.2.1 Appareillage.....33

4.2.2 Mesure des fibres.....34

4.3 Traitement des résultats.....37

4.4 Mise en forme des pièces.....39

4.4.1 Presse à injection.....39

4.4.1.a Vis de plastification.....40

4.4.1.b Clapet anti-retour.....41

4.4.1.c Buse d'injection.....44

4.4.2 Types de pièces moulées.....45

4.4.2.a Moule type 1.....45

4.4.2.b Moule type 2.....45

4.4.3 Paramètres d'injection.....47

4.4.3.a Paramètres initiaux.....47

4.4.3.b Modification des paramètres d'injection.....48
4.5 Mesures des propriétés mécaniques.....52
4.5.1 Tests de traction.....53
4.5.2 Tests de flexion.....54

Chapitre 5 : RESULTATS ET DISCUSSION.....55

5.1 Influence des composantes de la presse et du moule sur la dégradation des fibres.....55
5.2 Modifications des composantes de la presse.....60
5.3 Modifications des paramètres d'injection.....62
5.3.1 Vitesse de rotation de la vis.....62
5.3.2 Température de la matière.....64
5.3.3 Pression de maintien.....66
5.3.4 Vitesse d'injection.....67
5.3.5 Résumé.....69
5.4 Influence de la concentration en fibres.....71
5.5 Mesures des propriétés mécaniques.....74
5.4.1 Influence de la zone de sollicitation....74
5.4.1.a Traction longitudinale à l'écoulement.....74
5.4.1.b Traction perpendiculaire à l'écoulement.....75
5.4.1.c Flexion longitudinale à l'écoulement.....77

5.4.1.d Flexion perpendiculaire à l'écoulement.....78

5.4.2 Influence de la longueur des fibres.....80

5.4.3 Influence de la concentration en fibres..83

Chapitre 6 : CONCLUSION.....86

BIBLIOGRAPHIE.....89

Annexe A : LOCALISATION DES ECHANTILLONS PRELEVES.....95

Annexe B : PROGRAMME "LONGFIBR".....97

Annexe C : HISTOGRAMMES DE DISTRIBUTION.....104

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 3.1 : Propriétés mécaniques de la matière première (d'après le fabricant).....25

Tableau 3.2 : Caractéristiques mécaniques du verre.....27

Tableau 4.1 : Paramètres d'injection initiaux.....48

LISTE DES FIGURES

Figure 1.1 : Granulés de matière première.....2

Figure 2.1 : Variation des contraintes de tension à l'interface verre/polymère pour différentes longueurs de fibres.....8

Figure 2.2 : Propriétés mécaniques d'un composite en fonction de la longueur de ses renforts.....11

Figure 3.1 : Procédé de fabrication des thermoplastiques renforcés de fibres longues (pultrusion).....23

Figure 3.2 : Répartition des fibres de verre à l'intérieur des granulés de matière première.....26

Figure 4.1 : Résidus de plastique qui subsistent à la surface des fibres après pyrolyse.....32

Figure 4.2 : Ecran de contrôle de l'analyseur d'image.....34

Figure 4.3 : Clapet anti-retour modifié.....43

Figure 4.4 : Pièce type 1.....46

Figure 4.5 : Pièce type 2.....46

Figure 4.6 : Profils de vitesse utilisés.....52

Figure 4.7 : Emplacement des éprouvettes de traction et flexion.....53

Figure 4.8 : Eprouvette de traction.....54

Figure 5.1 : Histogrammes de distribution de longueurs de fibres dans le système de plastification...56

Figure 5.2 : Evolution de Lw le long du cheminement de la matière.....58

Figure 5.3 : Influence des composantes de la presse et du moule sur la dégradation des fibres.....59

Figure 5.4 : Influence des modifications apportées au clapet et à la buse sur la longueur des fibres.....61

Figure 5.5 : Influence de la vitesse de rotation de la vis sur la longueur des fibres.....63

Figure 5.6 : Influence de la température de la matière sur la longueur des fibres.....65

Figure 5.7 : Influence de la pression de maintien sur la longueur des fibres.....67

Figure 5.8 : Influence du profil de vitesse sur la longueur des renforts.....68

Figure 5.9 : Evolution de Lw tout au long de l'étude.....70

Figure 5.10 : Influence de la concentration en fibres sur leur dégradation.....72

Figure 5.11 : Influence de la zone de sollicitation sur les propriétés en traction du composite (dans le sens de l'écoulement).....74

Figure 5.12 : Influence de la zone de sollicitation sur les propriétés en traction du composite

(perpendiculairement à l'écoulement).....76

Figure 5.13 : Influence de la zone de sollicitation sur les propriétés en flexion du composite (dans le sens de l'écoulement).....77

Figure 5.14 : Influence de la zone de sollicitation sur les propriétés en flexion du composite (perpendiculairement à l'écoulement).....78

Figure 5.15 : Influence de Lw sur les propriétés du composite (traction longitudinale à l'écoulement).....80

Figure 5.16 : Influence de Lw sur les propriétés du composite (traction perpendiculaire à l'écoulement).....81

Figure 5.17 : Influence de Lw sur les propriétés du composite (flexion longitudinale à l'écoulement).....81

Figure 5.18 : Influence de Lw sur les propriétés du composite (flexion perpendiculaire à l'écoulement).....82

Figure 5.19 : Influence de la concentration en fibres sur les propriétés du composite (traction longitudinale à l'écoulement).....83

Figure 5.20 : Influence de la concentration en fibres sur les propriétés du composite (traction perpendiculaire à l'écoulement).....84

Figure 5.21 : Influence de la concentration en fibres sur les propriétés du composite (flexion longitudinale à l'écoulement).....84

Figure 5.22 : Influence de la concentration en fibres sur les propriétés du composite (flexion perpendiculaire à l'écoulement).....85

Figure A.1 : Localisation des échantillons prélevés dans le système de plastification de la presse.....95

Figure A.2 : Localisation des échantillons prélevés dans la pièce 1.....96

Figure A.3 : Localisation des échantillons prélevés dans la pièce 2.....96

Figures C.1 à C.24 : Histogrammes de distribution...104 à 116

LISTE DES SYMBOLES

σ	= Contrainte de tension
Sr ou σ_u	= Contrainte ultime
τ	= Résistance de l'interface verre/polymère
ϵ	= Elongation
E	= Module d'Young
G	= Module de cisaillement
E_L	= Module longitudinal
E_T	= Module transversal
V	= Fraction volumique
r	= Rayon des fibres
l	= Longueur des fibres
lc	= Longueur critique des fibres
Rb	= Rayon de courbure critique des fibres

Les indices m, f et c indiquent respectivement la matrice, les fibres et le composite.

CHAPITRE 1

INTRODUCTION

1.1 Généralités

Les pièces en thermoplastique renforcé de fibres de verre courtes sont très répandues sur le marché. Elles présentent l'avantage de pouvoir être fabriquées par les procédés applicables aux thermoplastiques vierges, tel que le moulage par injection et l'extrusion. Les propriétés mécaniques de ces matériaux, bien que supérieures à celles des thermoplastiques vierges, demeurent cependant assez limitées.

A l'opposé, les matériaux plastiques renforcés de fibres continues présentent d'excellentes caractéristiques mécaniques. Mais leur fabrication, assez délicate, n'autorise pas des géométries très complexes. Elle est de surcroît beaucoup plus onéreuse dès que les volumes de production deviennent importants.

Certains manufacturiers ont donc cherché à obtenir un compromis entre ces deux types de produit; leur but étant de conserver les facilités de mise en oeuvre des thermoplastiques injectés, tout en essayant d'approcher les propriétés mécaniques des composites à fibres continues.

Il y a quelques années, sont apparus les thermoplastiques renforcés de fibres longues. Ils sont fabriqués par des procédés semblables au gainage de fils ou à la pultrusion, ce qui permet d'obtenir des granulés de plastique contenant jusqu'à 60 % de fibres de verre longues parfaitement alignées (Figure 1.1).

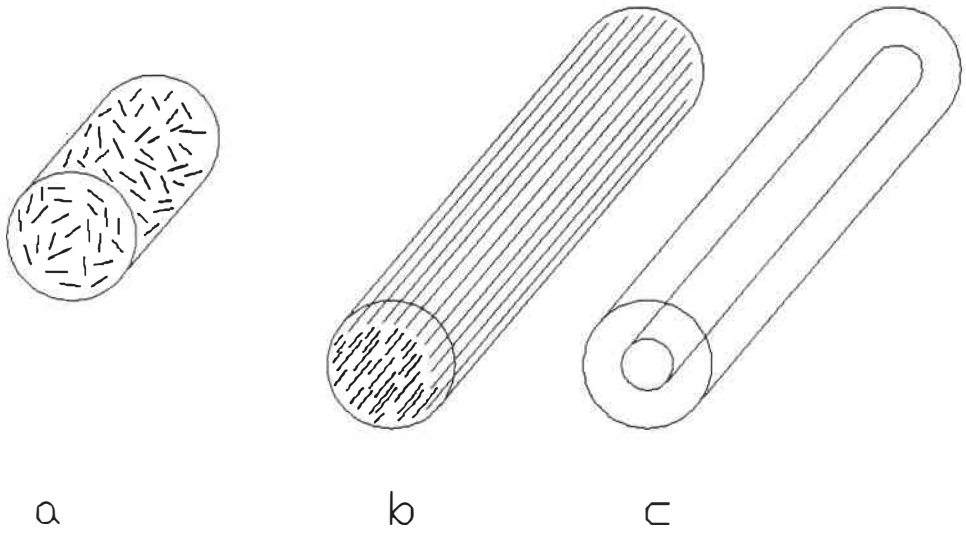


Figure 1.1 Granulés de matière première
a - fibres courtes
b & c - fibres longues

Ces matériaux sont disponibles sur le marché sous les noms commerciaux suivants : CELSTRAN (Hoechst Celanese Corporation) et VERTON (ICI). Ils présentent des propriétés mécaniques nettement améliorées par rapport aux thermoplastiques renforcés de fibres courtes. Ils sont facilement moulables par injection. Les fournisseurs de cette matière première préconisent toutefois l'élargissement de quelques orifices du système de plastification ou du moule, afin de diminuer les efforts de cisaillement qui entraînent une dégradation mécanique trop importante des fibres.

Les caractéristiques mécaniques d'un composite sont largement influencées par le rapport dimensionnel (L/D) de ses renforts. Il est donc primordial, si l'on veut prévoir les propriétés d'un objet moulé par injection, de connaître la longueur des fibres qu'il contient. Bien entendu, une augmentation de cette longueur entraîne une amélioration sensible des caractéristiques mécaniques du produit.

1.2 Objectifs de l'étude

Le but de cette étude est d'analyser l'influence des différentes composantes d'une presse à injection sur la

dégradation des fibres de verre longues. On entend ici par dégradation des fibres, la diminution de la longueur des renforts en comparaison avec leur longueur initiale, au niveau des granulés de matière première. Notre objectif est de minimiser cette dégradation afin d'obtenir des pièces moulées dont les propriétés mécaniques soient les meilleures possibles.

Une technique de mesure sera développée, permettant de connaître de façon précise et rapide la distribution des longueurs des fibres dans un échantillon du composite.

Par la suite, ces résultats seront comparés en différents points du système de plastification et du moule. Les variations qu'entraînent la modification des paramètres d'injection, des canaux d'écoulement, de la buse et du clapet anti-retour seront étudiées également.

1.3 Plan du mémoire

Nous commencerons cette étude par une revue bibliographique qui nous permettra de mieux saisir le problème et de discuter de l'état d'avancement des recherches dans le

domaine qui nous intéresse. Nous donnerons aussi une brève description de la matière première que nous utiliserons pour nos expérimentations.

Nous essaierons d'expliquer, aussi précisément que possible, la procédure expérimentale qui a été suivie pour faire cette étude. Nous décrirons ainsi, en premier lieu, le procédé qui nous a permis de faire les mesures des longueurs de fibres. Nous parlerons ensuite de la manière dont les échantillons ont été préparés, en justifiant les modifications apportées au système de mise en oeuvre.

Nous présenterons par la suite les résultats expérimentaux obtenus. Une première série de mesure nous a permis d'obtenir un état référenciel de dégradation des fibres que l'on s'est efforcé d'améliorer en modifiant la géométrie du clapet anti-retour, de la buse d'injection et du moule, ainsi que les paramètres de mise en oeuvre. Nous avons pu déterminer, assez précisément, le rôle joué par chacune des composantes de la presse et du moule (vis, clapet, buse, carotte et canaux d'alimentation). L'influence de la concentration du renfort sur la dégradation des fibres a aussi été traitée brièvement, ainsi que le lien pouvant exister entre la distribution des longueurs de fibres et les propriétés mécaniques du composite.

Nous terminerons par une conclusion qui résumera l'ensemble des travaux et une prolongation possible de cette recherche sera proposée.

CHAPITRE 2

GENERALITES SUR LES THERMOPLASTIQUES RENFORCES

2.1 Importance de la longueur des renforts sur les propriétés mécaniques d'un composite.

Dans le cas des matériaux composites, les charges ne sont pas appliquées directement aux renforts, mais transmises de la matrice aux fibres par l'intermédiaire d'une force de cisaillement à l'interface verre/polymère. Cox [1] a démontré qu'une force appliquée sur une matrice, parallèlement aux fibres, engendre une contrainte de tension le long de ces fibres :

$$\sigma_f = E_f \, \epsilon_m \frac{1 - \cosh \beta \left(\frac{1}{2} l - x \right)}{\cosh \left(\frac{1}{2} \beta l \right)} \qquad (2.1)$$

avec

$$\beta = \left(\frac{2 G_m}{E_f r^2 \ln(R / r)} \right)^{1/2} \qquad (2.2)$$

où σ_f et E_f sont respectivement la contrainte dans la

fibre et le module d'Young de cette fibre; ϵ_m est l'allongement de la matrice; l est la longueur du renfort; x est une échelle linéaire le long de la fibre (x : 0 --> l); G_m représente le module de cisaillement de la matrice; r est le rayon de la fibre et R la distance moyenne séparant les renforts, perpendiculairement à leur longueur.

Cette contrainte varie tout au long du renfort de la manière suivante [27] :

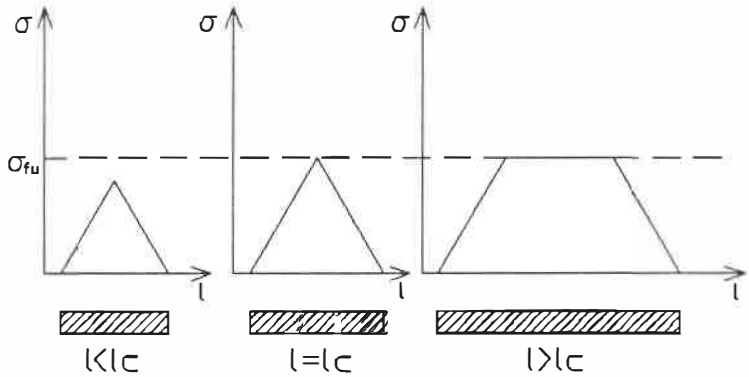


Figure 2.1 Variation des contraintes de tension à l'interface pour différentes longueurs de fibre.

On constate que lorsque la longueur de la fibre est inférieure à une longueur critique l_c, la contrainte qu'elle pourra supporter avant son "déchaussement" de la matrice sera inférieure à sa contrainte à la rupture (σ_{fu}). Son rendement ne sera donc pas optimal puisqu'elle ne brisera pas.

Cette longueur critique est définie par la relation :

$$l_c = \frac{r\ \sigma_{fu}}{\tau} \qquad (2.3)$$

Où τ représente la résistance au cisaillement de l'interface verre/polymère.

Dans le cas des thermoplastiques renforcés de fibres courtes, l_c est généralement compris entre 0.15 et 0.75 mm., mais seulement une petite quantité de ces fibres (environ 20%) dépasse l_c, et aucune n'atteint la valeur de $5l_c$ désirable pour un renforcement optimal [2].

Pour déterminer la longueur critique des fibres longues, Denault et al. [3] ont utilisé le fait que toute fibre dont l'extrémité est située à une distance inférieure à $l_c/2$ de la surface de fracture ne cassera pas mais sera tirée hors de la matrice. Ils ont donc simplement mesuré les fibres dépassant d'un échantillon fracturé. Si la matrice est un PBT, cette longueur critique est d'environ 5.3 mm. Elle atteint 9.2 mm. avec du polypropylène, ce qui est beaucoup plus élevé que la longueur critique des fibres courtes. Ces valeurs démontrent que la résistance au cisaillement de l'interface fibre/matrice, et donc l'imprégnation des renforts, est nettement moins bonne dans le cas des

composites renforcés de fibres longues produits par pultrusion que pour les composites à fibres courtes traditionnels.

Plusieurs auteurs [18, 24, 26, 28] ont comparé les propriétés mécaniques des composites en fonction de la longueur de leurs renforts. Ainsi, Travis et al. [4] ont fait une étude comparative portant sur du Nylon 6/6 renforcé de fibres de verre courtes et longues. Ils ont constaté qu'avec l'augmentation de la longueur des renforts, on obtenait une amélioration sensible des caractéristiques mécaniques en flexion, compression, résistance à l'impact et température de fléchissement sous charge. En traction, l'amélioration est aussi présente, mais de façon moins prononcée.

Fisa [2], dans son travail de synthèse sur l'injection des polymères renforcés, constate également que les propriétés d'un composite s'améliorent avec la longueur des fibres (Figure 2.2).

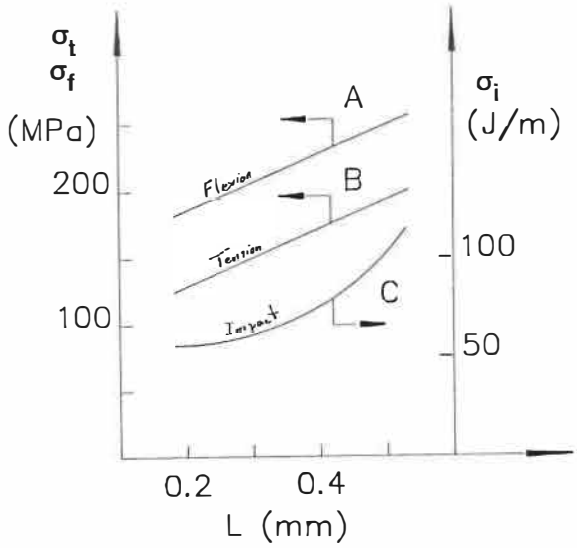


Figure 2.2 Propriétés mécaniques d'un composite en fonction de la longueur de ses renforts (d'après Fisa [2]).

2.2 Causes de la dégradation des fibres

Les fibres de verre qui renforcent les thermoplastiques subissent d'importantes dégradations mécaniques lors de l'injection ou de l'extrusion du composite.

Von Turkovitch et Erwin [5 - 6] attribuent cette dégradation à trois causes :

- Les interactions entre les fibres induisent des concentrations de contraintes à la surface du verre, ce qui facilite leur rupture.

- Le contact des fibres avec les différents organes de la machine de mise en forme.

- Les interactions entre les fibres et le polymère. Les importantes contraintes de cisaillement produites par l'écoulement du polymère entraînent la flexion, et la rupture des fibres.

Contrairement à certains auteurs [19], Lunt [7] a constaté que la distribution de longueurs de fibres ne variait pas de façon significative quand on modifiait la concentration du renfort dans la matrice. Il conclut que le rôle des interactions fibres/fibres est minime dans le processus de dégradation des renforts. Il remarque aussi qu'une augmentation de la température de la matière, ou du diamètre de la buse d'injection [23], diminue sensiblement la dégradation des fibres. Par contre, une augmentation de la vitesse de rotation de la vis entraîne une dégradation plus importante de la longueur des fibres.

Bailey [8] a étudié la dégradation des fibres de verre longues. Il démontre que les interactions fibres/polymère sont les principales causes de la dégradation des renforts. Il constate ainsi une amélioration de la longueur des fibres en utilisant un seuil d'alimentation plus large, en diminuant

la pression de maintien et la vitesse d'injection, et en employant une matrice moins visqueuse que le Nylon 6/6 de départ (PP ou ABS [9]). Il remarque aussi que les fibres sont plus longues en peau qu'au coeur des pièces [25]. Il attribue ce phénomène aux plus faibles contraintes de cisaillement qui se produisent aux surfaces de la cavité.

Franzén et al. [10] constatent que la dégradation des fibres augmente quand le rapport L/D augmente. Ils notent aussi que cette dégradation est très importante au niveau de la zone de compression de la vis [22], ainsi qu'entre la fin de la vis et le moule. Ils proposent une définition du rayon de courbure critique d'une fibre de verre :

$$R_b = \frac{r\ E_f}{\sigma_{fu}} \qquad (2.4)$$

R_b correspond à la déformation maximale que peut supporter la fibre en flexion.

Schweizer [11] et Von Turkovitch [5] ont constaté que la longueur initiale des fibres n'influence pas leur longueur finale. Signalons toutefois que ces expériences n'ont pas été faites avec des thermoplastiques renforcés produits par pultrusion, mais en incorporant des fibres de 3 à 6 mm dans un polymère vierge, à l'entrée d'une extrudeuse.

Mittal at al. [12], ainsi que Kamal et al. [20] ont remarqué que la distribution des longueurs des fibres courtes ne change pas d'allure après injection, même si la longueur moyenne diminue. Par contre, dans le cas des fibres longues, cette distribution varie beaucoup [21]. Elle est unimodale au départ (l ≈ 12 mm.), et devient bimodale dès que la matière arrive au niveau de la vis de plastification. Par la suite, quand les fibres continuent à se dégrader, le deuxième pic, qui correspond aux renforts de longueur initiale, s'estompe et la distribution devient unimodale.

2.3 Méthodes de mesure de la longueur des fibres

La séparation des fibres et de la matrice peut se faire de plusieurs façons. Une des techniques les plus répandues est la pyrolyse à haute température. Elle consiste à brûler le plastique dans un four maintenu aux alentours de 600°C. pendant une quinzaine d'heures. Shortall et Pennington [13] signalent qu'il est déconseillé de dépasser la barre des 650°C., car les fibres deviendraient cassantes et fragiles. Sawyer [14] a constaté que cette technique ne permet pas d'enlever la totalité des particules de carbone qui peuvent subsister sur les fibres. Il propose d'utiliser la pyrolyse

à basse température (160°C.) en présence d'oxygène activé. Elle permet d'obtenir des fibres parfaitement dépouillées de leurs enveloppes organiques. L'inconvénient de ce procédé est qu'il demande un temps de pyrolyse plus long.

L'analyse de la longueur des fibres dans une pièce moulée nécessite la mesure d'un grand nombre de spécimens pour que la distribution obtenue soit représentative de l'ensemble des fibres de l'échantillon. Selon les méthodes utilisées, ce nombre peut varier de 800 à 2000. Il a donc fallu mettre au point des techniques de mesures qui soient rapides et facilement reproductibles pour pouvoir comparer les différentes distributions de longueurs.

Shortall et Pennington [13] ont étudié diverses méthodes de mesure de longueurs de fibres :

*** Technique par tamisages successifs**

Les fibres sont plongées dans de l'eau et tamisées par plusieurs filtres de plus en plus fins. Elles sont ensuite séchées et chaque tas est pesé. Les auteurs signalent que cette technique est délicate car les longues fibres peuvent retenir les plus petites et les empêcher de passer à travers le tamis. De plus, le nombre de filtres étant souvent réduit,

il n'y a que peu d'intervalles de classe et la précision atteinte est médiocre.

*** Analyseur d'image**

Cette technique, très simple et surtout très rapide, permet de mesurer plusieurs milliers de fibres en quelques heures. Elle est d'une grande précision et, les résultats étant stockés dans un fichier informatique, il est facile de les traiter par la suite (longueurs moyennes, courbes de distribution). Les fibres sont présentées à un ordinateur par l'intermédiaire d'une caméra vidéo ou d'un microscope. L'analyse de la dimension des renforts est instantanée. Il suffit de répéter l'opération plusieurs fois pour avoir le nombre de spécimens désiré dans l'échantillon.

Bohuslav Fisa [31] a utilisé un analyseur de dimensions de particules (HIAC-PA720). Les fibres passent entre une source lumineuse et une cellule photosensible qui, en fonction de la quantité de lumière qu'elle reçoit, détermine les dimensions des particules qui défilent devant elle.

Von Turkovitch [5] a choisi une autre technique, plus ancienne, qui consiste à prendre plusieurs photos d'un échantillon en s'arrangeant pour rendre les fibres bien

visibles. Ces clichés sont posés sur une tablette digitale, reliée à un ordinateur. Il suffit de pointer les extrémités des fibres avec un crayon optique, et l'ordinateur calcule et traite les longueurs obtenues. Cette méthode possède les mêmes avantages de précision que l'analyseur d'image, mais est nettement moins rapide.

Le problème, en utilisant un analyseur d'image, est que les fibres doivent être parfaitement démêlées et ne doivent pas se toucher, sinon l'ordinateur les voit comme une seule et même entité. Sawyer [14] propose de les plonger dans une solution à base d'acide acétique (pH = 4) et de lubrifiant (cationic Softener-X). Ce mélange détruit toutes les liaisons chimiques qui attiraient les fibres les unes vers les autres et permet une bonne dispersion des renforts.

2.4 Modèles théoriques de calcul des propriétés

Dans les composites à renforts continus, toutes les fibres travaillent à leur maximum d'efficacité. L'allongement moyen de la matrice est le même que celui de la fibre. Il est possible dans ces conditions d'utiliser la règle des mélanges pour le calcul des propriétés du composite :

$$E_c = E_m V_m + E_f V_f \qquad (2.5)$$

*** Modèle de Cox**

Cox [1] propose d'affecter des facteurs correctifs à la règle des mélanges pour pouvoir l'appliquer aux composites renforcés de fibres discontinues.

$$E = \eta_o \eta_L E_f V_f + E_m V_m \qquad (2.6)$$

Où η_o et η_L sont respectivement les facteurs de correction d'orientation et de longueur des fibres.

avec * $$\eta_o = \sum_{i=1}^{k} a_i \cos^4\theta_i \qquad (2.7)$$

- a_i est le nombre de fibres orientées d'un angle θ_i par rapport à la direction pour laquelle on cherche E.
- k est le nombre d'intervalles angulaires choisi pour représenter la distribution d'orientation.

* $$\eta_L = 1 - \frac{\tanh(\beta l/2)}{(\beta l/2)} \qquad (2.8)$$

- β est le même que celui de l'équation 2.2.

η_o et η_L varient tous deux de 0 à 1.

L'inconvénient de cette équation est qu'elle suppose qu'une fibre orientée perpendiculairement au sens de chargement ne renforce pas le composite, ce qui n'est pas vrai en pratique.

*** Modèle de Halpin et Tsai**

Halpin et Tsai [15] ont proposé des équations permettant de connaître les modules longitudinaux et transversaux des composites renforcés de fibres discontinues alignées :

$$\frac{E_L}{E_m} = \frac{1 + (l / r)\, A\, V_f}{1 - A\, V_f} \qquad (2.9)$$

$$\frac{E_T}{E_m} = \frac{1 + 2\, B\, V_f}{1 - B\, V_f} \qquad (2.10)$$

Où

$$* \quad A = \frac{(E_f / E_m) - 1}{(E_f / E_m) + (l / r)} \qquad (2.11)$$

$$* \quad B = \frac{(E_f / E_m) - 1}{(E_f / E_m) + 2} \qquad (2.12)$$

Les indices L et T indiquent qu'il s'agit des modules Longitudinaux et Transversaux.

*** Modèle de Tsai et Pagano**

Tsai et Pagano [16] ont proposé une équation empirique pour prédire le module d'un composite renforcé de fibres courtes, orientées aléatoirement :

$$E_c = 3/8 \ (E_L) + 5/8 \ (E_T) \qquad (2.13)$$

*** Modèle de Kelly et Tyson**

Kelly et Tyson [17] ont travaillé sur les propriétés des métaux renforcés de fibres de tungstène et de molybdène. Leurs équations s'appliquent aux composites renforcés de fibres discontinues alignées dans le sens du chargement, et tiennent compte de la longueur des renforts. Elles sont très souvent appliquées dans le cas des composites à matrice plastique.

* Si $l \geq l_c$

$$\sigma_{cu} = V_f \ \sigma_{fu} \ (1 - \frac{l_c}{2l}) + \sigma_{m'} \ (1 - V_f) \qquad (2.14)$$

$\sigma_{m'}$ est la contrainte dans la matrice pour un allongement correspondant à la rupture des fibres.

* Si $l<l_c$

$$\sigma_{cu} = V_f \, \tau \, \frac{l}{d} + \sigma_{mu} \, (1 - V_f) \qquad (2.15)$$

Shortall et Pennington [13] ont modifié ces deux équations pour n'en former qu'une seule, résolvable en utilisant des résultats expérimentaux.

$$\sigma_{cu} = \eta \, V_f \left[\sigma_f \frac{N_b}{N_s \, l_s} (l_b - l_c/2) + \frac{\tau \, N_a \, l_a^2}{d \, N_s \, l_s} \right] + \sigma'_m \, (1 - V_f) \qquad (2.18)$$

Où :
- η = facteur d'orientation des fibres (0 -> 1).
- l_a = Longueur moyenne des fibres inférieures à l_c.
- l_b = Longueur moyenne des fibres supérieures à l_c.
- l_s = Longueur moyenne de toutes les fibres.
- N_a = Nombre de fibres inférieures à l_c.
- N_b = Nombre de fibres supérieures à l_c.
- N_s = Nombre de fibres dans l'échantillon.

CHAPITRE 3

MATIERE PREMIERE

3.1 Introduction

La matière utilisée, c'est-à-dire les bâtonnets de thermoplastique renforcés de fibres longues, est fabriquée par un procédé de pultrusion, contrairement à celle renforcée de fibres courtes qui est produite par extrusion. La principale différence entre ces deux techniques de production est que, dans le cas de la pultrusion, les fibres de verre ne passent pas par une extrudeuse, mais simplement à travers une filière. Cela n'engendre aucune dégradation de la longueur des renforts puisqu'ils ne sont pas soumis aux importantes forces de cisaillement qui existent le long de la vis de l'extrudeuse.

L'ensemble verre/plastique est tiré hors de cette filière, et est réduit sous la forme de granulés de longueur désirée. Chacun de ces granulés contient environ 4000 fibres

de longueur égale, parfaitement imprégnées par le plastique qui les entoure. Grâce à ce procédé, la concentration en fibres peut atteindre 60%, alors qu'elle est limitée à environ 40% avec le procédé classique d'extrusion. A noter que, quand la concentration en verre augmente, sa masse au sein d'un granulé reste la même, mais celle du plastique diminue. La longueur des granulés de matière première est de l'ordre de 12 mm, mais peut varier de 3 à 30 mm selon les fabricants.

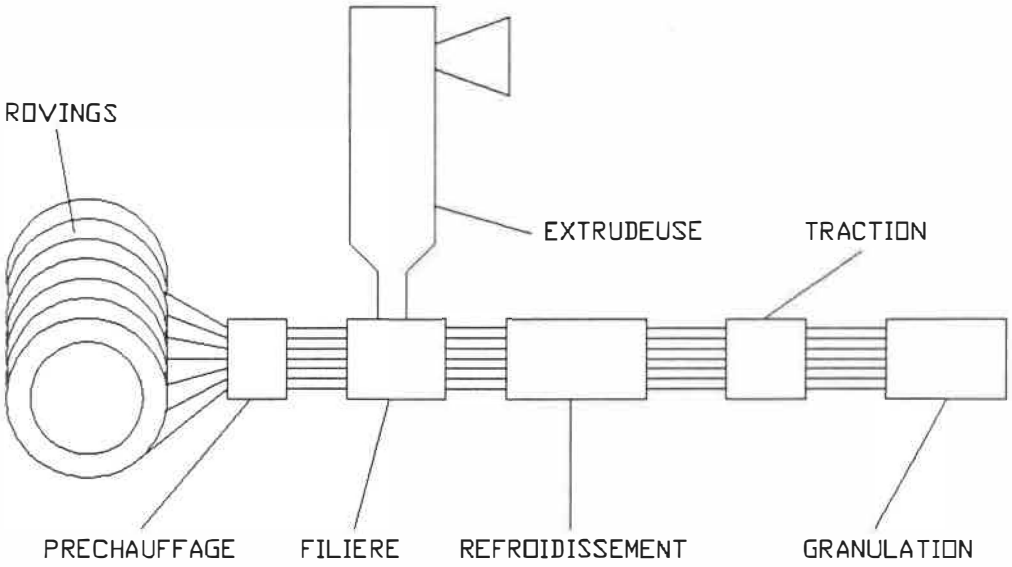


Figure 3.1 Procédé de fabrication des thermoplastiques renforcés de fibres longues (pultrusion).

3.2 Polypropylène renforcé

Le matériau utilisé pour les expérimentations est commercialisé par Hoechst Celanese Corporation sous le nom commercial de Celstran. Il est disponible en trois concentrations différentes : 30%, 40% et 50% (PP LSG 30-4, PP LSG 40-4, PP LSG 50-4). Nous utiliserons tout d'abord celui contenant 30% (en masse) de fibres de verre longues pour étudier la dégradation des renforts le long du trajet de la matière, puis nous comparerons cette dégradation avec celle survenant avec 40 et 50% de verre.

La matière première se présente sous la forme de granulés cylindriques d'environ 12.5 mm de longueur et 3 mm de diamètre. Contrairement à ce que l'on s'attend à obtenir avec le procédé de pultrusion, les fibres ne sont pas parfaitement dispersées dans le bâtonnet, mais plutôt concentrées en son centre (Figure 3.2). Le procédé de fabrication utilisé ressemble plus à du gainage de câble qu'à de la pultrusion véritable. Ces constatations laissent présager une imprégnation médiocre des fibres dans la matrice.

Les caractéristiques mécaniques telles qu'indiquées par le fabricant, sont présentées dans le Tableau 3.1.

Tableau 3.1 Propriétés mécaniques de la matière première (d'après le fabricant).

Concentration en fibres	30 %	40 %	50 %
Résistance en traction ASTM D638 (MPa)	69	69	69
Elongation ultime ASTM D638 (%)	1	1	1
Résistance en flexion ASTM D790 (MPa)	124	138	159
Module de flexion ASTM D790 (GPa)	5.5	7	9
Résistance aux chocs ASTM D256 (J/m)	426	426	532
Température de fusion ASTM D789 (°C.)	163	163	163
HDT* à 1.82 Mpa ASTM D648 (°C.)	146	149	154
Densité spécifique	1.12	1.21	1.33

* Température de fléchissement sous charge

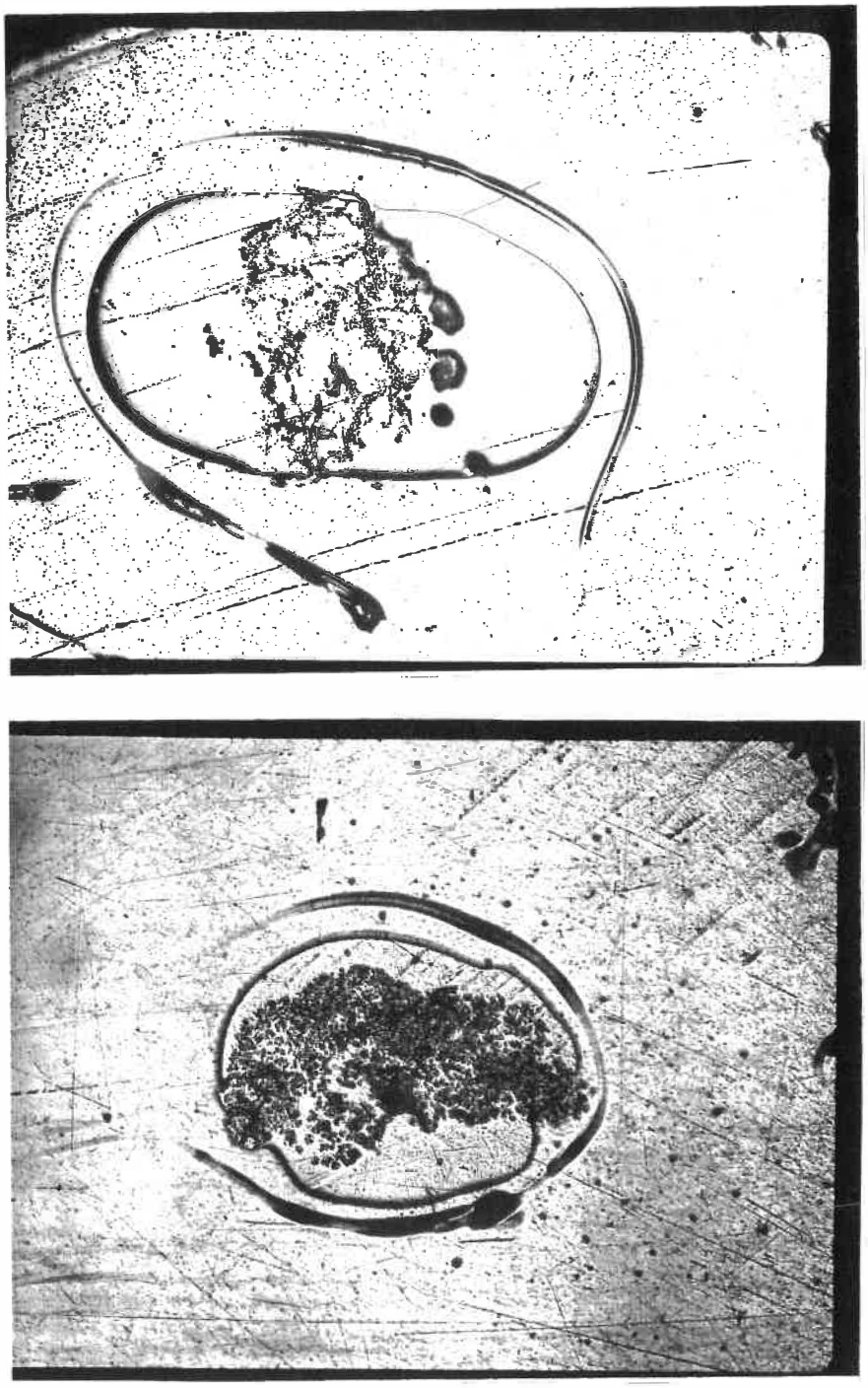


Figure 3.2 Répartition des fibres de verre à l'intérieur des granulés de matière première (Photo du haut : 30%; photo du bas : 50%)

3.3 Polypropylène vierge

Le polypropylène utilisé comme matrice dans ce composite est très fluide. Son indice de viscosité est de 30 dg/min., ce qui est élevé.

3.4 Fibres de verre

Le verre que l'on trouve dans ce matériau est un verre de type E. Ses principales caractéristiques sont résumées dans le Tableau 3.2.

Tableau 3.2 Caractéristiques mécaniques du verre

Diamètre des fibres	: environ 12 μm
Résistance à la traction	: 2000 MPa
Module de traction	: 75000 MPa
Allongement ultime	: 3.6 %
Densité spécifique	: 2.56
Coefficient de Poisson	: 0.22

CHAPITRE 4

EXPERIMENTATIONS

L'objectif de ce chapitre est de décrire de façon détaillée la procédure expérimentale qui a été suivie pour mener à bien cette étude.

4.1 PREPARATION DES ECHANTILLONS

4.1.1 PRELEVEMENT

Afin de connaître précisément l'influence des différentes composantes du système de plastification et du moule sur la dégradation des fibres de verre, des échantillons ont été prélevés tout le long du trajet de la matière, depuis la trémie d'alimentation (granulés de matière première) jusqu'aux extrémités des pièces moulées.

Pour ce faire, l'ensemble vis clapet et buse a été retiré

du système de plastification encore plein de matériau, et des échantillons de matière ont été recueillis en divers endroits (autour de la vis, avant et après le clapet anti-retour). Cette opération a été réalisée à chaud, et après plusieurs cycles d'injection fait dans des conditions normales. Ceci dans le but de s'assurer que la matière prélevée a subi les mêmes cycles de contraintes que celle qui se retrouve dans les pièces moulées.

Des échantillons ont également été recueillis à la sortie de la buse, alors que l'unité de plastification était reculée du moule. A noter que cette matière a été éjectée du système de plastification avec la même pression d'injection que celle utilisée durant la phase de moulage (17 MPa), et non pas en faisant simplement tourner la vis, comme on le fait habituellement pour vidanger la machine. Ceci, toujours dans le but de faire subir à la matière les mêmes contraintes que lors du moulage.

Dans les pièces moulées, les échantillons ont été découpés aux extrémités des plaques et au début de la carotte d'alimentation.

La taille de ces échantillons prélevés ne doit pas être trop petite afin de réduire la proportion de renforts coupés

par la scie. Leur dimension dépend de la longueur des fibres que l'on s'attend à y trouver. 1.5 fois la longueur maximale des renforts semble être une valeur convenable. Des échantillons d'une longueur voisine de 20 mm ont été découpés.

En Annexe A, on peut voir de façon plus détaillée la localisation des échantillons prélevés.

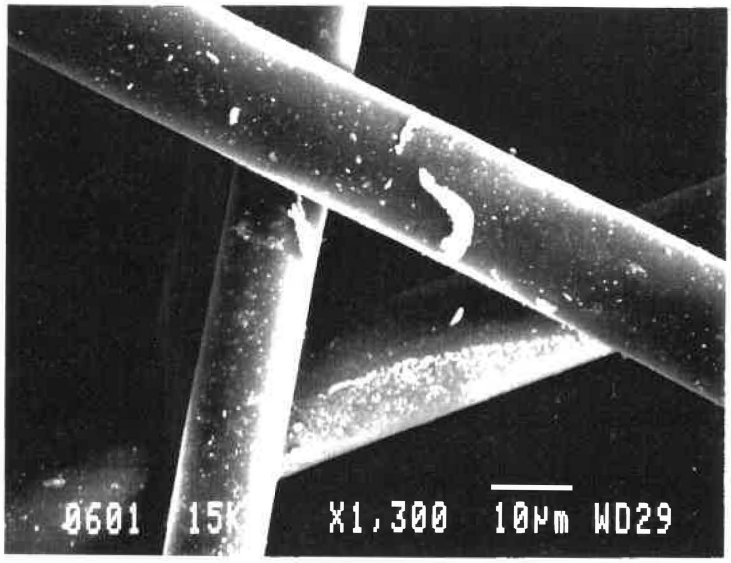
4.1.2 PYROLYSE

La séparation des fibres de verre et du plastique se fait par une opération de pyrolyse. La montée en température du four doit être progressive pour éviter que le polymère ne s'enflamme. On place les échantillons dans des creusets en céramique, et on les expose à une température d'environ 300°C pendant 2 à 3 heures. Puis on élève la température jusqu'aux alentours de 600°C pendant 3 à 4 heures. Il faut toutefois faire attention à ne jamais dépasser les 650°C, car les fibres deviendraient cassantes et leur dégradation pourrait être exagérée. Après la pyrolyse, il ne reste plus dans les creusets qu'un amalgame de fibres de verre, totalement emmélées les unes aux autres.

4.1.3 SEPARATION DES FIBRES

Des photos prises avec un microscope électronique à balayage nous permettent de constater que, même si on prolonge la pyrolyse, il subsiste toujours des petits résidus de plastique qui adhèrent aux fibres (Figure 4.1). Ces dépôts sont responsables de l'électricité statique qui provoque l'enchevêtrement des renforts (cf. Sawyer [14]).

Or, les fibres doivent être parfaitement dispersées pour pouvoir être mesurées avec l'analyseur d'image IBAS. Chaque échantillon a donc été plongé dans un liquide anti-statique (Lab Lens Fluid de BEL ART PRODUCT). Le tout étant ensuite laissé quelques minutes dans un bain à ultra-sons. Ceci à pour effet de décoller les fibres et de les déméler convenablement. L'échantillon est prêt à être mesuré quand les renforts sont tous dispersés et baignent dans le liquide anti-statique.



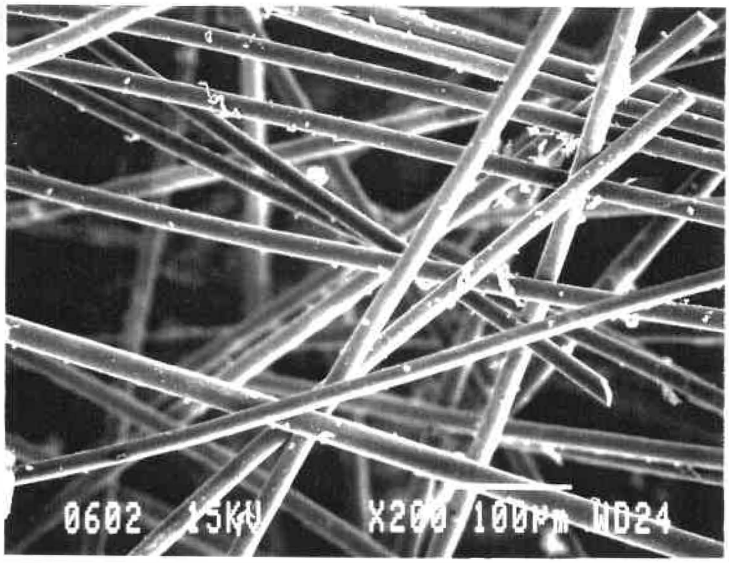


Figure 4.1 Résidus de plastique qui subsistent à la surface des fibres après pyrolyse.

4.2 MESURES DES LONGUEURS DE FIBRES

4.2.1 APPAREILLAGE

Un analyseur d'image est, comme son nom l'indique, un outil informatique de traitement d'images. Il permet de compter, mesurer, ou positionner quantitativement les divers objets qui lui sont présentés par l'intermédiaire d'une caméra vidéo, d'un microscope, ou d'une image mémorisée numériquement.

IBAS est un acronyme de "Interaktives Bild Analysen System" (Système interactif d'analyse d'images). C'est la société KONTRON BILDANALYSE qui fabrique et commercialise cet appareil. Il est composé d'un processeur de contrôle et d'un processeur de traitement d'image, d'un écran graphique (EGA), d'un moniteur de contrôle d'image, d'une caméra vidéo, d'un microscope et d'une imprimante.

Le logiciel possède une série de fonctions, ou commandes, que l'on peut appeler à volonté et auxquelles on peut affecter les paramètres voulus. Ces différentes commandes peuvent être placées une à la suite de l'autre pour former un programme, ou MACRO. L'écran, tel qu'illustré sur la

Figure 4.2, est divisé en plusieurs parties. Pour créer une macro, il suffit de choisir les commandes dans les colonnes de gauche (STEPS, GROUPS, FUNCTIONS), de leur affecter les paramètres voulus (colonne VARIABLES), et de venir les placer dans la colonne de droite (MACRO) dans l'ordre désiré. Toutes ces opérations se font de façon interactive, avec une souris. Une fois créée, cette MACRO forme un programme que l'on peut mémoriser, exécuter ou modifier à volonté.

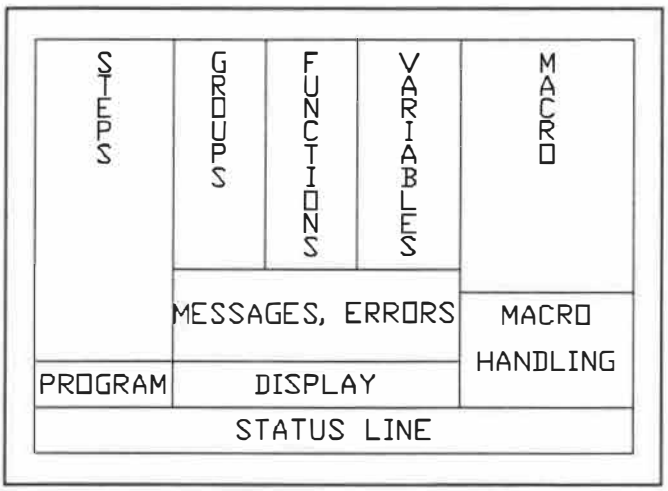


Figure 4.2 Ecran de contrôle de l'analyseur d'image IBAS.

4.2.2 MESURE DES FIBRES

Le programme, ou MACRO, utilisé pour mesurer la longueur des fibres de verre s'appelle "LONGFIBR". Il peut être rappelé en pressant la touche F8 (MACRO) et en pointant LOAD

avec la souris.

Le listing, ainsi que les explications, du programme "LONGFIBR" sont présentés en annexe B.

Avant d'exécuter cette macro, il est nécessaire de sauvegarder les facteurs d'échelle qui serviront à faire les mesures. Pour cela, régler la netteté de l'image, pointer SCEDITGEOM et appuyer sur la barre "espace". Une liste de fichiers apparait. Sélectionner celui qui porte le nom "FIBRE". Choisir l'unité de mesure (mm) et entrer la longueur qui servira à l'étalonnage (LENGHT = 10 par exemple). Positionner une règle graduée devant la caméra, vérifier sur l'écran de contrôle qu'elle est bien horizontale et sélectionner SCALEX. Avec la souris, pointer la longueur définie par LENGHT en utilisant les graduations de la règle. Recommencer la même opération dans la direction verticale. A partir de ce moment, il est important de ne plus modifier la position de la caméra pour ne pas fausser les facteurs d'échelle.

On verse une petite quantité du mélange liquide anti-statique et fibres de verre dans une coupelle transparente qu'on place sur un support noir pour augmenter le contraste entre les renforts et l'image de fond.

On la positionne ensuite devant la caméra, en s'assurant, avec le moniteur de contrôle, que les fibres sont bien dispersées. Entrer le nom du nouveau fichier de résultats dans les commandes MEASOBJ, OUTLIST et OUTHIST (cf. Annexe A). La première mesure doit se faire manuellement, c'est-à-dire qu'il faut valider toutes les commandes de la macro une après l'autre (en pressant la barre "espace").

Arrivé à la commande DIS2LEV, sélectionner les niveaux de couleurs de manière à ce que les fibres apparaissent colorées (rouges ou vertes) sur un fond noir. Pour cela, déplacer la souris sur la tablette digitalisée jusqu'à ce que le contraste désiré soit obtenu.

La commande IDENTFRAME permet de délimiter la zone des mesures. Il suffit de créer un rectangle avec la souris en pointant successivement les coins inférieur gauche et supérieur droit. Toutes les particules hors de ce rectangle, ou sur la limite du cadre, ne seront pas mesurées.

Quand toutes les commandes ont été pointées manuellement, inscrire APPEND = ON dans la commande MEASOBJ, se placer sur TVON (au dessus de PAUSE), et presser F9. Les mesures se feront de la même manière, mais en mode automatique jusqu'à l'instruction STOP. Il ne sera alors plus nécessaire de

valider chaque commande une après l'autre avec la barre "espace".

Après chaque mesure, déplacer la coupelle de manière à présenter d'autres fibres, et recommencer jusqu'à ce que le nombre de spécimens désiré soit atteint. Pour visualiser ou imprimer l'histogramme des résultats, valider OUTHIST avec la barre "espace" et entrer les paramètres adéquats (nombres d'intervalles de classe, valeurs mini et maxi...).

4.3 TRAITEMENT DES RESULTATS

L'ordinateur calcule seul la longueur moyenne en nombre des fibres, ainsi que d'autres valeurs statistiques (écart-type, longueurs mini et maxi, longueur cumulée...). Il présente les résultats sous forme d'histogrammes "Nombre de fibres VS Longueurs des fibres".

Afin de tenir compte du fait que les fibres longues, même si elles sont peu nombreuses dans l'échantillon, représentent une fraction relativement importante de la masse totale des renforts, il a été convenu d'utiliser la longueur moyenne massique, plutôt que la longueur moyenne en nombre, pour

chiffrer et comparer les résultats. Notée Lw, elle est définie comme suit :

$$Lw = \Sigma N_i l_i^2 / \Sigma N_i l_i \qquad (4.1)$$

où N_i est le nombre de fibres dans l'intervalle i.

l_i correspond à la valeur médiane de l'intervalle i.

Les résultats seront présentés sous forme d'histogrammes "Masse relative des fibres VS Longueur des fibres". Afin de faciliter le traitement des données tout en conservant une précision suffisante, l'abcisse, c'est-à-dire la "Longueur des fibres", a été divisée en 15 intervalles d'une largeur unitaire de 1 mm.

Ce type de traitement des résultats permet d'atténuer l'importance des très petites particules, qui, bien que très nombreuses, jouent un rôle moindrement important que celui des longues fibres dans le renforcement du matériau.

Plusieurs tests ont été réalisés dans le but de connaître le pourcentage de fiabilité de la technique de mesure employée. On a tout d'abord étudié l'évolution de Lw en fonction du nombre de renforts mesurés. On a remarqué que la valeur de Lw n'évoluait quasiment plus à partir d'environ

1500 fibres mesurées. Nous avons décidé, afin d'obtenir une précision suffisante, de mesurer environ 2000 fibres par échantillon.

Des échantillons ont été recueillis au même emplacement sur 3 plaques identiques moulées dans des conditions semblables. 2000 fibres ont été mesurées dans chacun de ces échantillons, et les longueurs moyennes massiques obtenues ont été comparées. On a remarqué une différence de l'ordre de 5% entre la plus petite et la plus grande valeur. Ce chiffre est tout à fait acceptable et peut être considéré comme le pourcentage d'erreur de Lw.

4.4 Mise en forme des pièces

4.4.1 PRESSE A INJECTION

La presse à injection utilisée est une presse BATTENFELD de type BA-C 750/300 CNC pourvue d'un système de contrôle à boucle fermée UNILOG 8000. La capacité de dosage de la presse est de 177 cm^3, et sa force de fermeture est de 80 tonnes.

Cette valeur est largement inférieure aux 150 tonnes

minimales que préconise le fabricant de la matière première. Vu la grande viscosité du matériau, nous pouvons nous attendre à rencontrer quelques difficultés lors du remplissage du moule.

4.4.1.a Vis de plastification

La vis de plastification est une vis généralement utilisée pour mouler du PVC. C'est-à-dire que sa conicité est constante du début à la fin. On n'y retrouve pas les 3 zones (compression, transport et pompage) que l'on peut voir sur une vis classique. Elle est idéale pour le moulage des matériaux renforcés de fibres longues car sa zone de compression s'étend sur toute sa longueur, ce qui engendre des contraintes de cisaillement dans le matériau inférieures à ce qu'elles seraient si la compression se faisait sur une longueur plus réduite.

Ses caractéristiques dimensionnelles sont indiquées ci-dessous :

- Longueur : $L = 800$ mm.
- Diamètre extérieur : $D = 45$ mm.
- Diamètre intérieur mini : $d_m = 35$ mm.
- Diamètre intérieur maxi : $d_M = 40$ mm.

- Rapport L/D = 18
- Rapport de profondeur $(D - d_m) / (D - d_M) = 2$

Le fabricant de la matière première préconise un rapport L/D compris entre 16 et 24, et un rapport de profondeur entre 2 et 3. La vis utilisée est donc conforme à ces conditions.

4.4.1.b Clapet anti-retour

Le clapet anti-retour, entre la vis de plastification et la buse, prévient un éventuel retour de la matière vers la vis durant la phase de remplissage du moule.

Comme il a été observé lors de la revue bibliographique (chapitre 2), les principales causes de la dégradation des renforts fibreux lors de l'injection sont les importants efforts de cisaillement auxquels est soumise la matière.

Ces contraintes sont présentes tout le long de son parcours, depuis le début de la vis jusqu'à l'extrémité de la cavité. Bien qu'entraînant une forte dégradation des fibres, elles sont nécessaires pour fondre et homogénéiser la matière afin d'obtenir une bonne qualité des objets moulés.

Dans les premières mesures effectuées, il est apparu que le clapet est une source de contraintes de cisaillement élevées pour le polymère. Elles ne sont pas nécessaires car, à ce niveau, la matière est déjà totalement plastifiée. Nous avons donc essayé de les diminuer en apportant quelques modifications au clapet anti-retour.

La Figure 4.3 présente le clapet tel qu'il a été modifié. La plus petite section d'écoulement de la matière était celle entre la bague d'appui arrière (4) et la couronne mobile (3) en position avancée; soit 1.5 mm perpendiculairement aux surfaces. La bague (6), d'une largeur de 5 mm, qui a été ajoutée, permet d'atteindre un jeu de 5.9 mm.

Le cisaillement dans le matériau, engendré par le clapet, est ainsi réduit. Cela devrait théoriquement se traduire par une réduction de la dégradation des renforts.

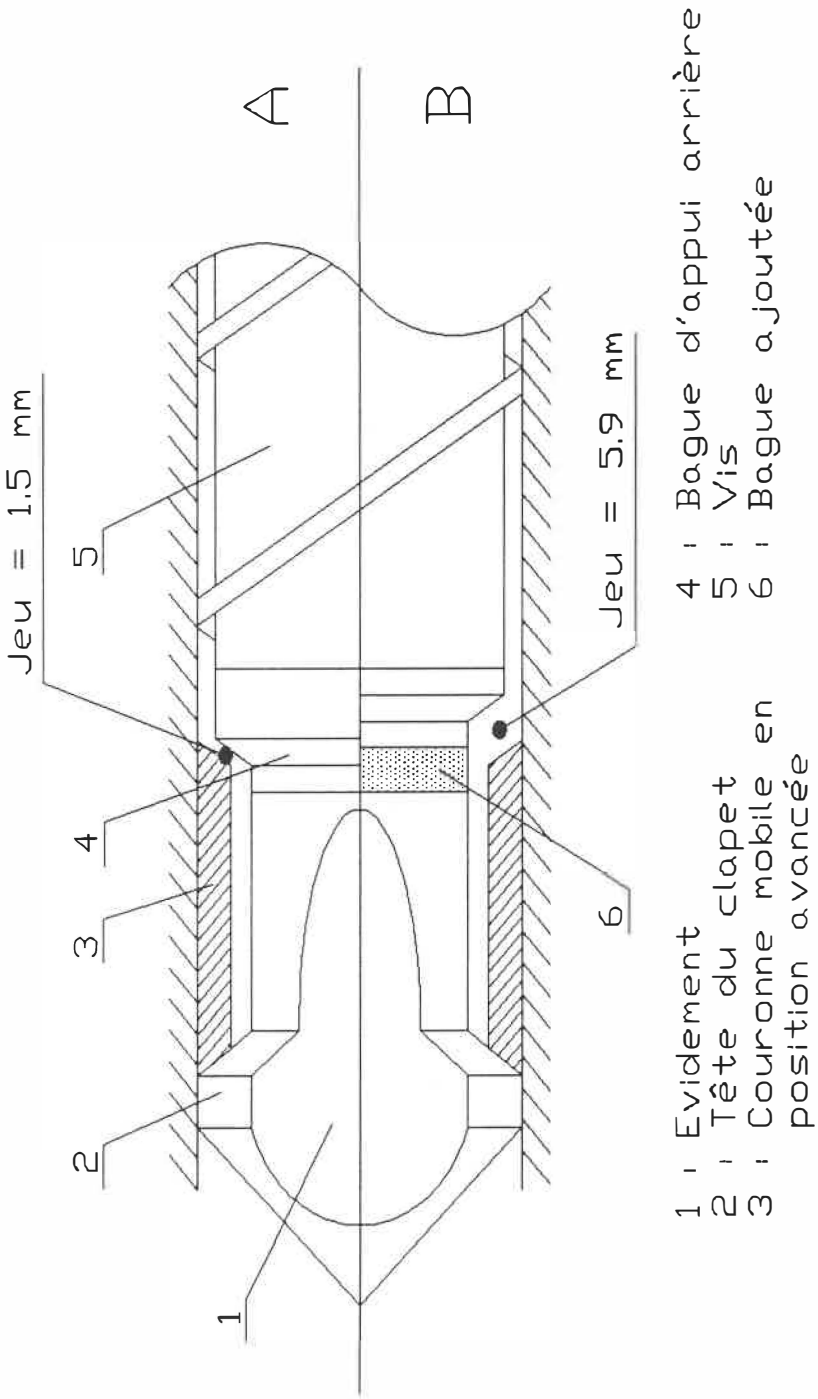


Figure 4.3 Clapet anti-retour
A - d'origine
B - modifié

4.4.1.c Buse d'injection

Le rôle de la buse d'injection est de concentrer le flux de matière qui vient de la vis vers la carotte d'alimentation du moule.

La carotte du moule de type 2 ayant un diamètre plus grand que celle du moule 1 (5 mm contre 3 mm), il a été possible d'utiliser une buse pourvue d'un orifice plus grand lorsque les pièces de type 2 ont été moulées. Le diamètre de la nouvelle buse utilisée est de 7.9 mm, contre 3.2 mm pour l'ancienne.

Cela devrait permettre des contraintes de cisaillement dans le matériau moins importantes que précédemment. Nous pouvons donc espérer obtenir une dégradation des fibres plus faible en utilisant cette nouvelle buse.

Bien entendu, les contraintes de cisaillement dans la matière fondue sont toujours présentes à ce niveau, en dépit de l'élargissement de l'orifice de la buse.

4.4.2 TYPES DE PIECES MOULEES

4.4.2.a Moule type 1

Le moule de type 1 permet d'obtenir deux plaques (Figure 4.4) de 127 x 32 x 3 mm (5 x 1.25 x 0.125 po). Les canaux d'alimentation ont entre 4 et 6 mm de diamètre. Le seuil, situé latéralement, est de type divergent.

4.4.2.b Moule type 2

Le moule de type 2 a été spécialement conçu pour travailler avec des thermoplastiques renforcés de fibres longues. Ses dimensions sont conformes à celles préconisées par le fabricant. Il permet d'obtenir une plaque (Figure 4.5) de 127 x 76 x 2 mm. Les canaux d'alimentation sont de type trapézoïdal. Leur section varie de 30 à 50 mm^2. Le seuil, très large, est lui aussi de type divergent.

Ce deuxième moule a été usiné pour étudier l'influence des canaux d'alimentation, de la carotte, du seuil et de la géométrie de la pièce sur la dégradation des fibres de verre lors de l'injection. En lui donnant des dimensions plus généreuses, notre but était de réduire les contraintes de cisaillement qu'il engendre dans le matériau.

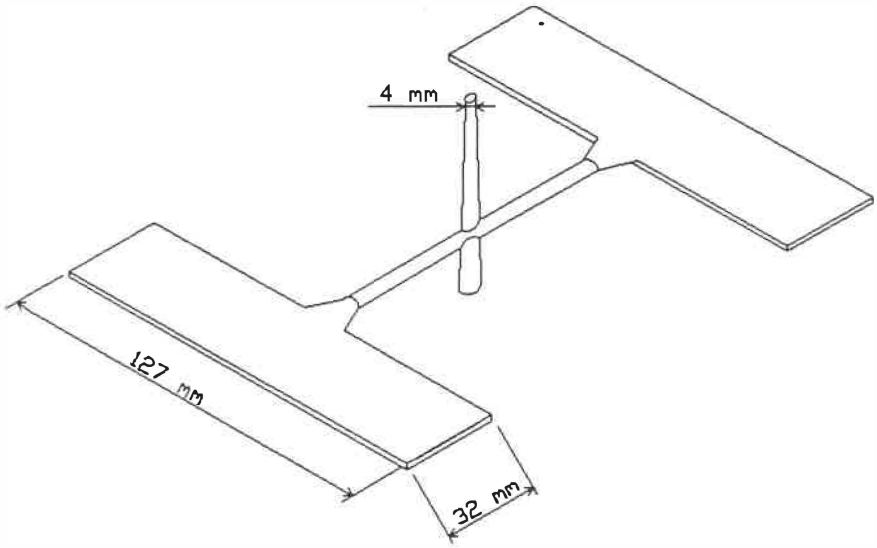


Figure 4.4 Pièce type 1

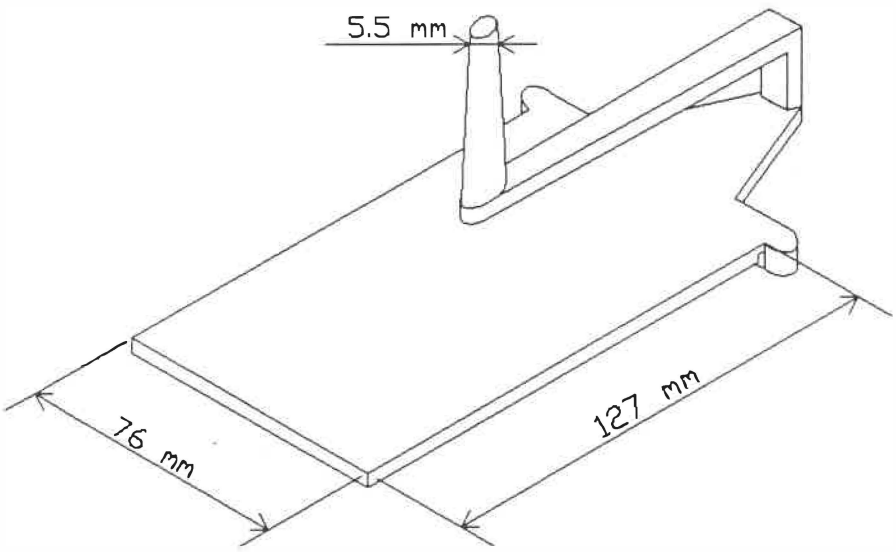


Figure 4.5 Pièce type 2

Bien entendu, ces efforts permettent un bon remplissage du moule et sont donc nécessaires. Si le taux de cisaillement y est trop faible, la matière va figer avant d'avoir totalement rempli la cavité. Les indications du fabricant ont été suivies pour dimensionner les sections minimales d'écoulement de ce moule.

4.4.3 PARAMETRES D'INJECTION

4.4.3.a Paramètres initiaux

Les paramètres de mise en forme initiaux choisis sont ceux préconisés par le fabricant de la matière première. Ils sont présentés dans le Tableau 4.1. Notons que la température du moule de type 2 n'était pas régulée pour les premiers essais de cette étude. Par la suite, elle sera fixée à 70°C.

Afin de connaître l'influence des conditions de mise en oeuvre sur la dégradation des renforts, certains paramètres ont été modifiés.

Tableau 4.1 Paramètres d'injection initiaux

Etuvage	: 2 heures à 90°C.	
Pression d'injection	: 17 MPa	
Pression de maintien	: 15 MPa	
Contre pression	: 0.1 MPa	
Vitesse d'injection	: 100 mm/s	
Vitesse de la vis	: 25 tr/mn	
Température du moule	: 65°C (moule 1)*	
Température matière	: - buse	: 205°C.
	- avant	: 200°C.
	- milieu	: 193°C.
	- arrière	: 188°C.

* Le moule 2 n'était pas refroidi au début des essais.

4.4.3.b Modification des paramètres d'injection

En variant les paramètres de mise en forme des pièces, il sera possible de modifier les conditions de plastification du matériau et de remplissage des cavités, telle que la vitesse de rotation de la vis, la vitesse d'injection, la fluidité du polymère, la pression de maintien. Cela permettra, en faisant varier ces paramètres dans la bonne direction, de réduire les contraintes de cisaillement générées dans la matière première lors de son écoulement, et donc de diminuer la dégradation des renforts.

Vitesse de rotation de la vis

L'influence de la vitesse de rotation de la vis se fait sentir principalement sur la plastification de la matière. Une vitesse de rotation plus lente devrait théoriquement diminuer les taux de cisaillement dans le polymère, autour de la vis. Par contre, il faut signaler que les temps de cycles pourront être augmentés, et que la plastification du matériau risque d'être imparfaite, entraînant une mauvaise homogénéité.

L'influence de la vitesse de rotation de la vis, de 10 à 40 tr/mn, sera étudiée.

Température de la matière

La plage des températures utilisables étant très vaste dans le cas du polypropylène, il sera possible de faire varier considérablement ce paramètre pour changer les efforts de cisaillement, principalement dans la zone de plastification de la presse. Une élévation de la température de la matière se traduit, dans le cas des thermoplastiques, par une diminution de la viscosité du matériau. Cela permet des contraintes de cisaillement dans le polymère moins élevées. De plus, la vitesse de rotation de la vis peut être diminuée

car la contribution de la température extérieure (colliers chauffants) est plus grande. Il est donc possible de réduire la vitesse de rotation de la vis, sans que cela n'affecte l'homogénéité du composite.

Des mesures sur des échantillons moulés à des températures variant de 180°C. à 250°C. seront faites. Les profils de température correspondants sont les suivant :

- 180°C. ; 175°C. ; 170°C. ; 165°C.
- 250°C. ; 245°C. ; 235°C. ; 225°C.

Pression de maintien

C'est la pression appliquée durant la phase de bourrage de la cavité. Une diminution de la pression de maintien devrait réduire les contraintes dans le polymère, mais risque d'engendrer un mauvais remplissage du moule et un retrait thermique exagéré.

Différentes pressions de maintien, de 8 à 17.5 MPa, seront utilisées pour mouler les plaques.

Vitesse d'injection

C'est la vitesse d'avance de la vis durant la phase de remplissage. Cette vitesse est constante au début des essais. Par la suite, soucieux de conserver une vitesse d'avance du front de matière constante dans le moule, nous avons choisi d'utiliser des profils de vitesse. Ils permettent de garder un rapport section d'écoulement/vitesse d'avance de la vis constant. Les taux de cisaillement dans la matière seront les mêmes tout au long du remplissage des cavités. On évite ainsi les efforts très élevés dans les plus petites sections, là où la vitesse d'avance du front de matière était au début très élevée.

Trois profils de vitesse ont été utilisés (Figure 4.6), correspondant respectivement à des vitesses d'avance du front de matière de 523, 1046 et 2092 mm/s (vitesse de la vis : 50, 100 et 200 mm/s) quand le matériau est au niveau de la plaque.

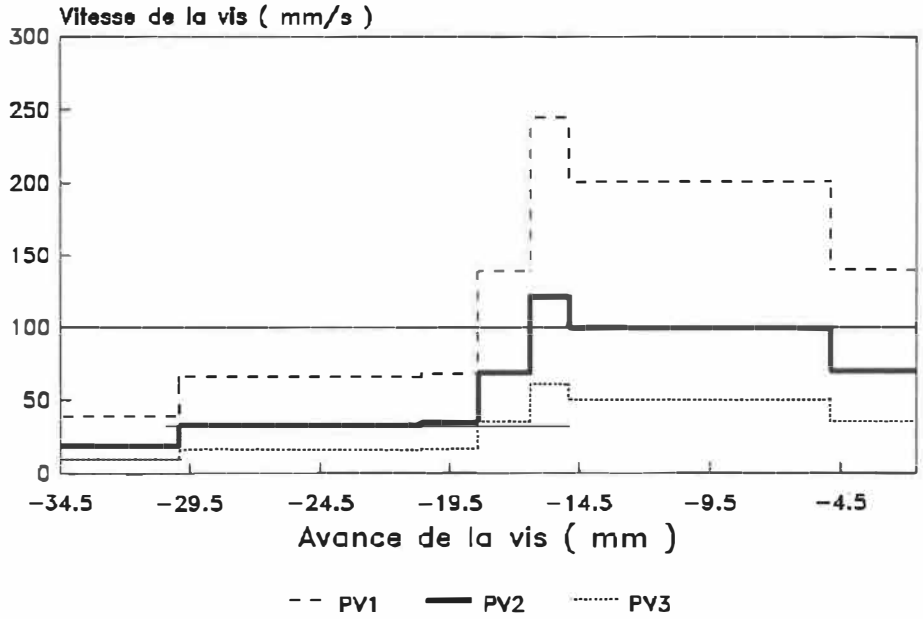


Figure 4.6 Profils de vitesse utilisés

4.5 MESURES DES PROPRIETES MECANIQUES

Afin de vérifier l'influence de la longueur des renforts sur les propriétés mécaniques d'un composite à matrice thermoplastique, divers tests ont été réalisés.

Des essais en traction et en flexion ont été effectués sur des éprouvettes découpées dans des plaques de type 2, longitudinalement et perpendiculairement au sens d'écoulement de la matière. La Figure 4.7 présente l'emplacement de ces

éprouvettes dans les plaques.

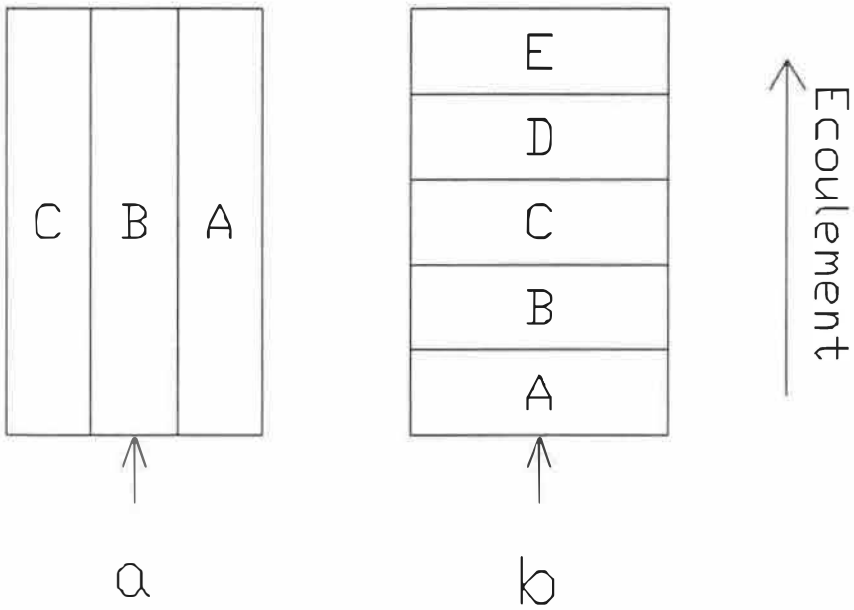


Figure 4.7 Emplacement des éprouvettes de traction et flexion.
a : dans le sens de l'écoulement
b : perpendiculaire à l'écoulement

Une machine de traction JJ M30K et un extensiomètre de type TX 4009 ont été utilisés. La vitesse de déformation choisie, en traction comme en flexion, est de 5 mm/min. Le module du matériau est calculé à partir de la tangente à la courbe contrainte/déformation.

4.5.1 TESTS DE TRACTION

Ces essais ont été effectués conformément à la norme ASTM

D638M. Les dimensions des éprouvettes sont présentées à la Figure 4.8.

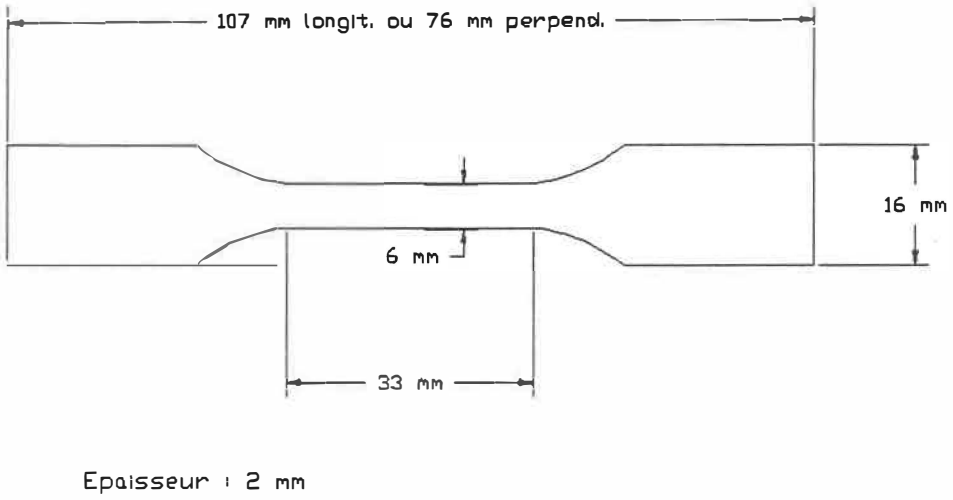


Figure 4.8 Eprouvette de traction

4.5.2 TESTS DE FLEXION

Ces essais ont été effectués conformément à la norme ASTM D790M. La distance séparant les points d'appui est de 32 mm. Les éprouvettes découpées sont de forme rectangulaire. Leurs dimensions sont les suivantes : 52 x 10 x 2 mm.

CHAPITRE 5

RESULTATS ET DISCUSSION

5.1 INFLUENCE DES COMPOSANTES DE LA PRESSE ET DU MOULE SUR LA DEGRADATION DES FIBRES.

On présente ici l'état de dégradation référentiel des renforts, à partir duquel il sera possible de comparer les futurs résultats. Les premiers échantillons ont donc été moulés dans les conditions initiales d'injection (voir Tableau 4.1). Ces mesures vont aussi permettre de connaître l'effet des composantes de la presse et du moule sur la dégradation des fibres.

La Figure 5.1 présente l'évolution de la distribution des longueurs de fibres le long du système de plastification de la presse. On constate que cette distribution est unimodale au niveau de la trémie d'alimentation (matière première), la longueur des fibres étant comprise entre 11 et 13 mm.

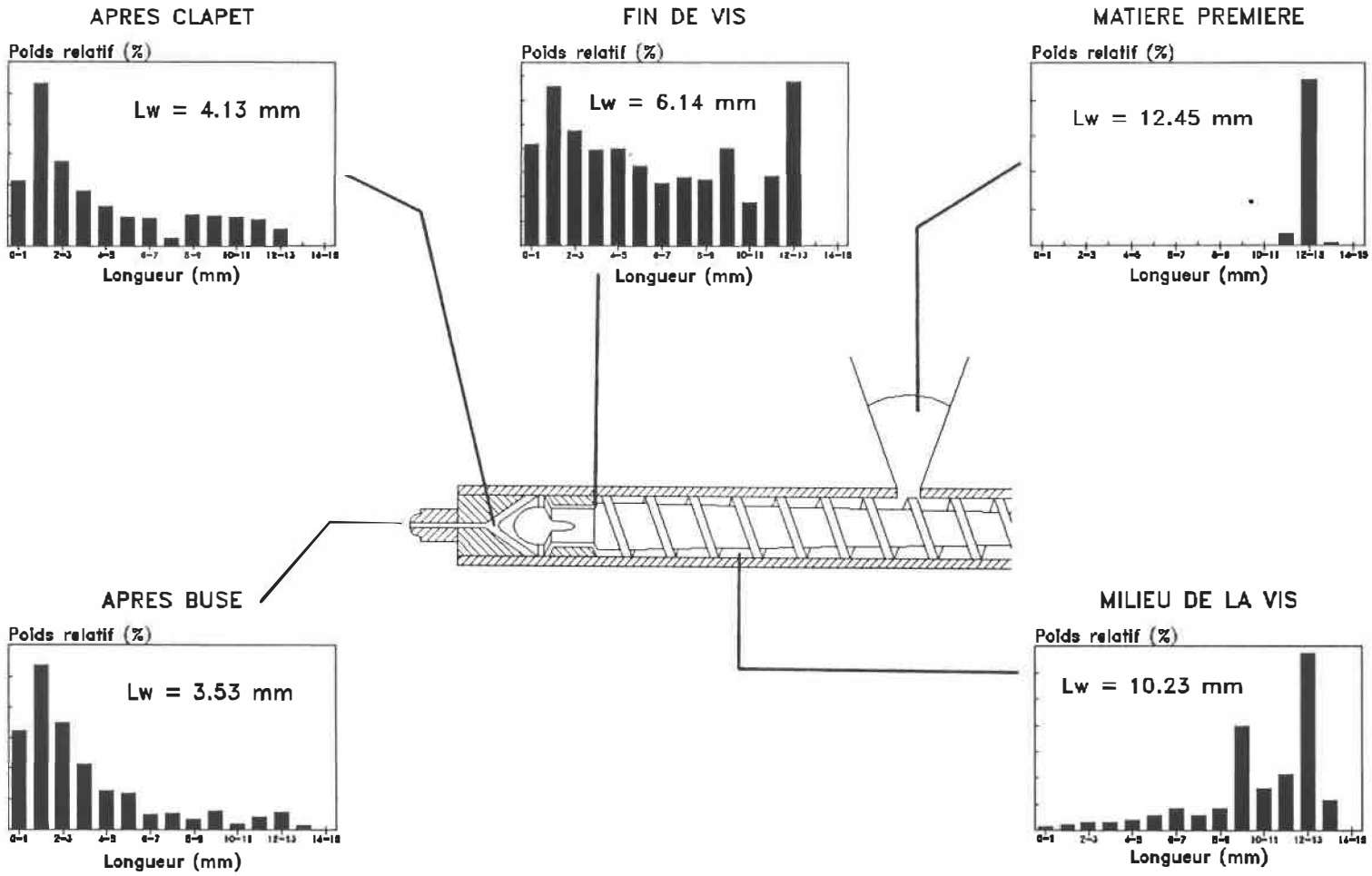


Figure 5.1 Histogrammes de distribution de longueurs de fibres dans le système de plastification.

Au milieu de la vis, on commence à voir apparaître quelques très petites fibres, même si les plus longues demeurent largement majoritaires dans le matériau.

Les échantillons prélevés à la fin de la vis de plastification, juste avant le clapet anti-retour, présentent une distribution légèrement bimodale. Les deux pics correspondent à des fibres de longueur initiale, non dégradées, d'une part, et à des petites fibres (< 2 mm.) d'autre part. Ces dernières étant le résultat des multiples brisures subies par les renforts durant la plastification du composite.

Par la suite, à partir du clapet anti-retour, les fibres très courtes deviennent de plus en plus nombreuses et rendent la distribution de longueurs unimodale; le pic correspondant à des particules de l'ordre de 1 mm. Les fibres non dégradées sont de plus en plus rares quand la matière progresse vers le moule, jusqu'à ce qu'elles ne représentent plus qu'un très faible pourcentage de la masse totale des renforts.

La Figure 5.2 présente l'évolution des Longueurs Moyennes Massiques des fibres (Lw) depuis la trémie d'alimentation jusqu'aux extrémités des plaques de type 1 et 2. La dégradation des renforts est très importante dès que la

matière pénètre dans le système de plastification. On remarque que Lw décroit rapidement jusqu'au clapet, alors que le taux de dégradation semble moins élevé par la suite. Il est évident que les fibres longues ont tendance à plier, et donc à casser, plus facilement sous l'influence d'une contrainte engendrée dans le polymère.

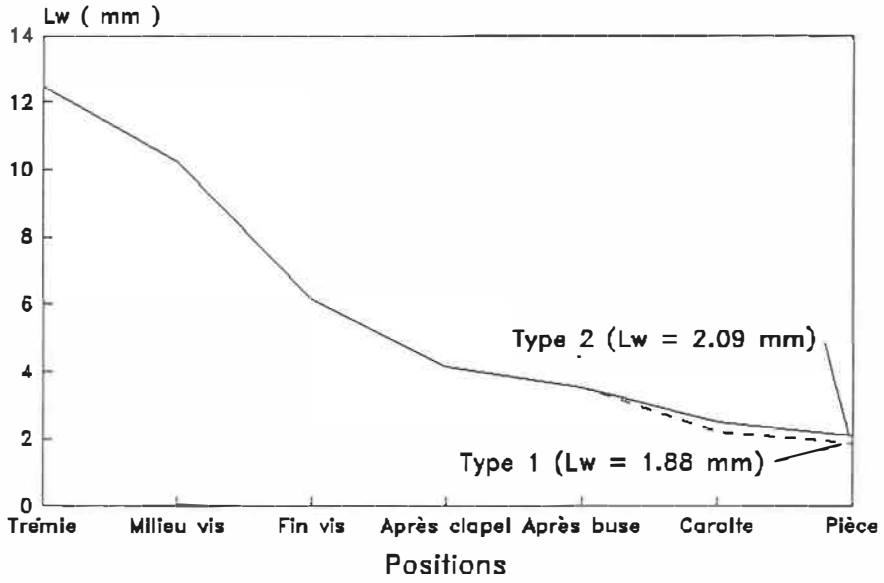


Figure 5.2 Evolution de Lw le long du cheminement de la matière.

Les renforts sont légèrement plus longs dans le moule de type 2 que dans le moule de type 1. Les sections d'écoulement y étant plus larges, les contraintes de cisaillement y sont réduites, d'où une plus faible dégradation des fibres. La

suite de cette étude s'est faite exclusivement avec le moule de type 2, les résultats qui suivent s'y rapportent donc.

Ces mesures ont permis de quantifier l'influence des diverses composantes de la presse et du moule sur la dégradation des renforts. La Figure 5.3 illustre ces résultats.

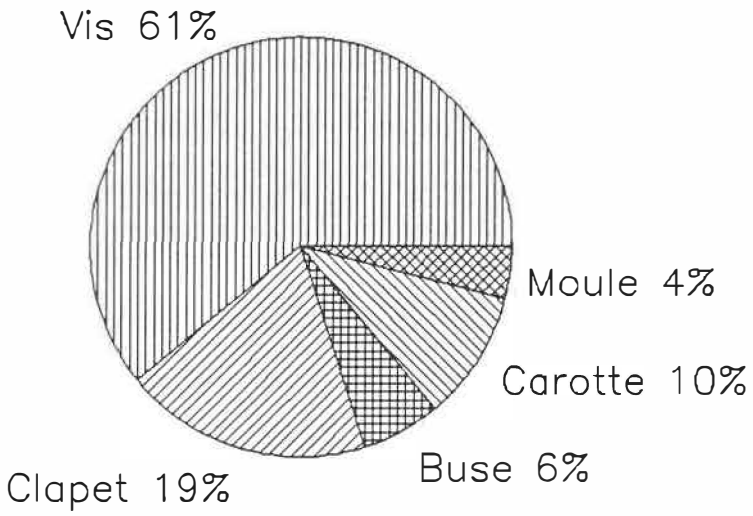


Figure 5.3 Influence des composantes de la presse et du moule sur la dégradation des fibres.

La diminution de la longueur des fibres due aux canaux d'alimentation, même si elle est mesurable, reste toutefois marginale en comparaison de celle provoquée par le système de plastification. Ainsi, le rôle de la vis est considérable.

Sans variation des paramètres de plastification et sans changement de la géométrie de la vis, la plus grande Longueur Moyenne Massique de fibres que l'on pourrait obtenir dans une plaque moulée serait de 6.14 mm. Mais tout ceci n'est que théorique car il serait impossible d'annuler totalement l'influence du clapet, de la buse et du moule sur la dégradation des renforts.

5.2 MODIFICATIONS DES COMPOSANTES DE LA PRESSE

La Figure 5.4 présente l'influence des modifications apportées au clapet anti-retour et à la buse sur des échantillons de matière prélevés à la sortie du système de plastification.

L'amélioration de la longueur des fibres en utilisant le nouveau clapet est assez sensible sur des échantillons de matière recueillis juste après ce clapet. Par contre, leur taux de dégradation est plus élevé lorsqu'elles traversent la buse initiale. Les fibres étant plus longues, elles ont tendance à se briser plus facilement pour des contraintes de cisaillement identiques. Ce qui fait que l'augmentation de Lw, après le système de plastification, n'est que peu

significative si on ne change que le clapet.

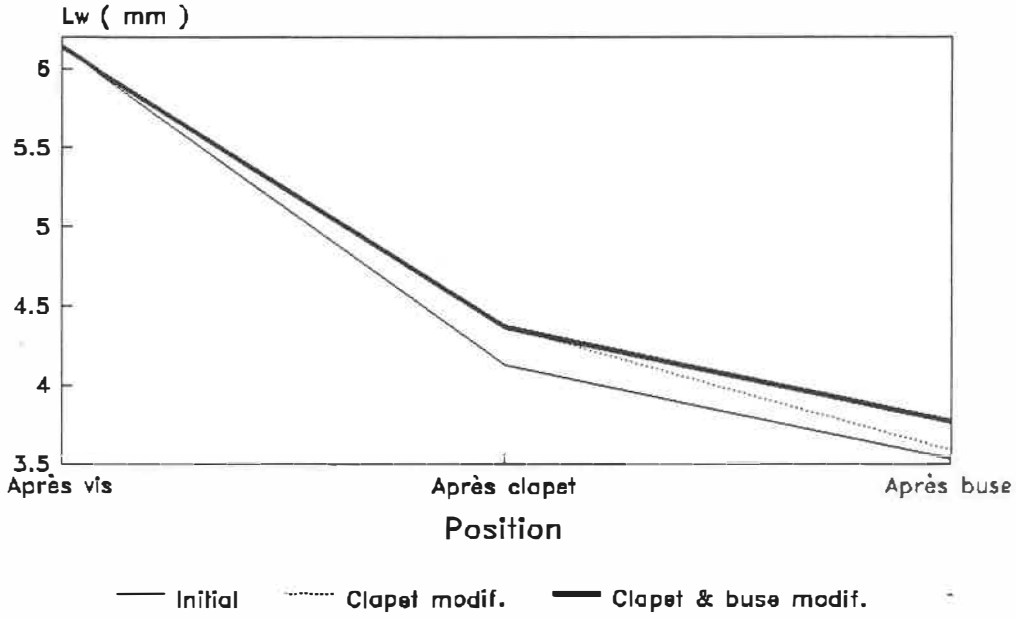


Figure 5.4 Influence des modifications apportées au clapet et à la buse sur la longueur des fibres.

Par contre, quand on utilise à la fois le nouveau clapet et la nouvelle buse, on remarque une amélioration sensible de Lw. Le taux de dégradation engendré par la buse est désormais quasiment identique à celui que l'on obtenait avec les composantes initiales. Même si les fibres qui traversent la buse sont plus longues, leur dégradation reste la même car les contraintes de cisaillement qui s'y produisent sont moins élevées.

Lw était de 3.53 mm dans les échantillons prélevés après la buse, et plastifiés avec les conditions initiales d'injection. On atteint 3.59 mm en modifiant le clapet seul, et 3.77 mm en changeant le clapet et la buse. Au niveau des plaques moulées la longueur moyenne massique des fibres était de 2.09 mm au départ, et on obtient 2.47 et 2.98 mm en apportant les modifications precédemment décrites, soit une amélioration finale de 43%.

5.3 MODIFICATIONS DES PARAMETRES D'INJECTION

Toutes ces mesures ont été effectuées sur des pièces de type 2, moulées avec le clapet et la buse modifiés.

5.3.1 VITESSE DE ROTATION DE LA VIS

La Figure 5.5 présente l'influence de la vitesse de rotation de la vis sur la longueur des fibres prélevées en fin de pièce de type 2.

Comme il a été observé précédemment, l'influence du travail de cette vis sur la dégradation des renforts est considérable. On constate qu'une augmentation de sa vitesse

de rotation se traduit par une importante réduction de la longueur moyenne massique des fibres. Lw passe de 3.14 mm à 2.28 mm quand la vitesse de la vis varie de 10 à 40 tr/mn.

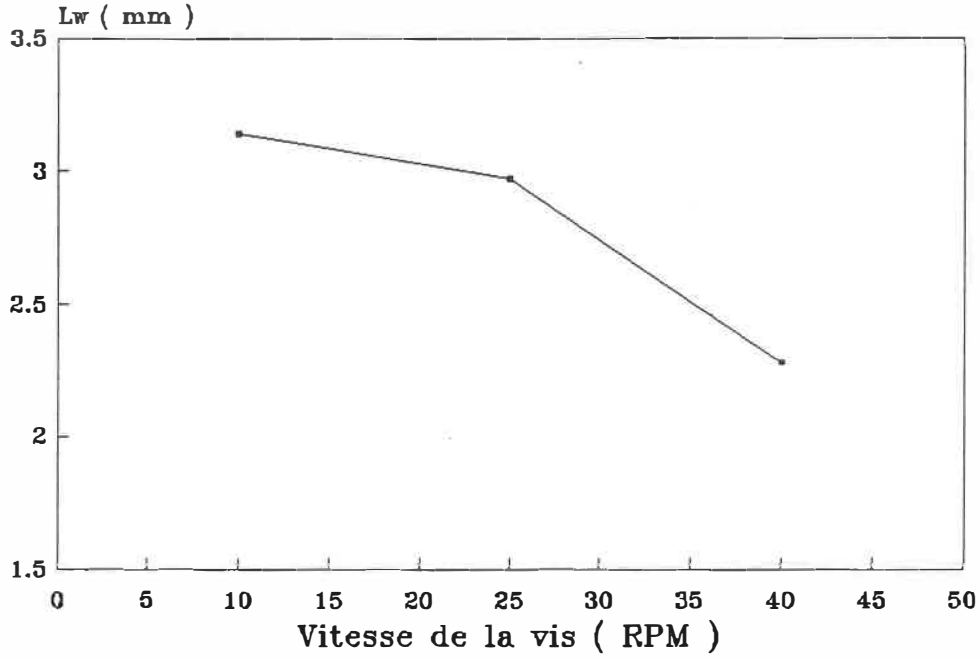


Figure 5.5 Influence de la vitesse de rotation de la vis sur la longueur des fibres.

Il est vrai que le travail exercé par la vis de plastification sur le composite engendre une réduction de la longueur des renforts, mais il contribue pour une grande part à la plastification du polymère. Il n'est donc pas toujours souhaitable, si l'on veut garder une bonne homogénéité des pièces moulées, de travailler avec une vitesse de rotation

de la vis trop faible. En utilisant 10 tr/mn, on a constaté tout d'abord que les temps de cycle étaient beaucoup plus long, mais aussi que le nombre de rebuts, dus à des cavités non remplies, augmentait.

On s'aperçoit ici que, même si la dégradation des fibres s'en retrouve réduite, il n'est pas toujours recommandé de trop diminuer le travail de la vis de plastification, à moins bien entendu de le compenser par un apport d'énergie supplémentaire pour fondre et homogénéiser correctement le composite.

5.3.2 TEMPERATURE DE LA MATIERE

On entend par température de la matière la température du dernier des 4 colliers chauffants de la presse, c'est-à-dire celui qui est placé autour de la buse. La Figure 5.6 présente l'influence d'une variation de cette température sur la longueur moyenne massique des fibres dans les plaques de type 2.

Pour une température de la matière faible (180°C), la viscosité du thermoplastique est plus élevée. Cela augmente les contraintes de cisaillement dans le matériau, et accroit la dégradation des renforts au niveau du système de plastifi-

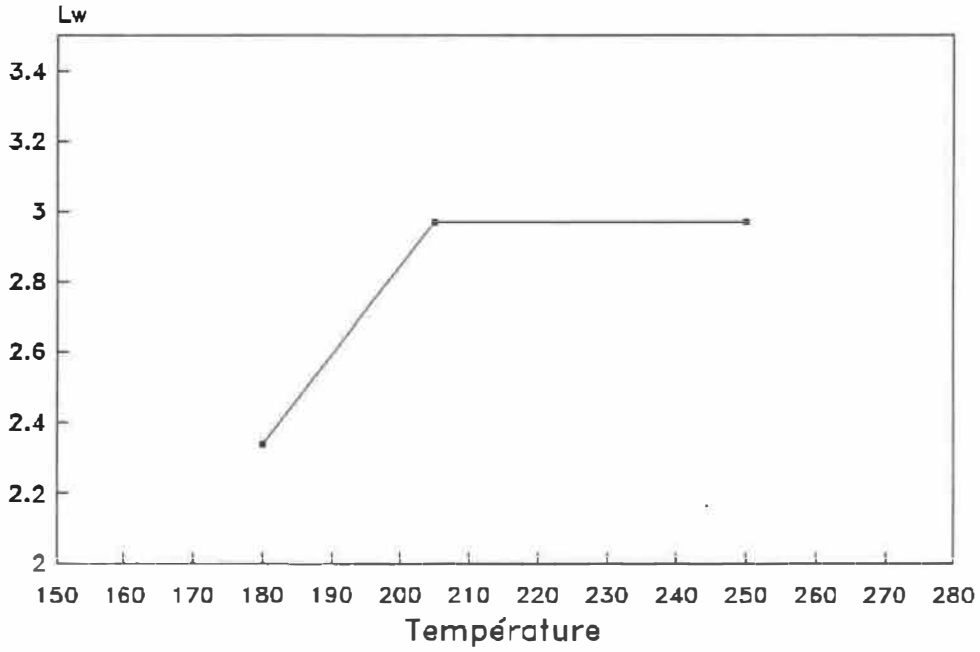


Figure 5.6 Influence de la température de la matière sur la longueur des fibres.

cation. Cependant, on ne remarque aucune amélioration de la longueur des fibres quand la température de la matière passe de 205°C à 250°C. Bien que la viscosité continue de diminuer, la dégradation des renforts reste la même. Il semble qu'il existe un "seuil de viscosité" (aux alentours de 200°C) à partir duquel on n'observe plus de variation de la dégradation des fibres.

Néanmoins, élever la température de la matière autoriserait l'utilisation d'une plus faible vitesse de rotation de la vis. En effet, la réduction de la quantité de travail qui

s'en suivrait serait compensée par une augmentation de l'énergie externe apportée au polymère, par l'intermédiaire des colliers chauffants.

Bien entendu, quand on augmente la température de la matière au niveau de la buse, on l'augmente également au niveau des autres colliers chauffants.

5.3.3 PRESSION DE MAINTIEN

La Figure 5.7 présente l'influence de la pression de maintien sur la longueur des renforts dans les pièces moulées.

Il semble que ce paramètre n'ait aucune influence sur la dégradation des fibres lors du moulage. Le fait d'augmenter la pression de maintien de 0.8 MPa à 1.75 MPa (pression hydraulique) ne modifie quasiment pas la longueur moyenne massique des renforts dans la pièce. Lw est maximale pour une pression de maintien de 1.7 MPa, et est légèrement plus faible pour des pressions de 1.75 et 0.8 MPa. On n'observe aucune continuité logique dans cette courbe. Notons que les variations de Lw sont du même ordre de grandeur que la précision des mesures (5%), ce qui nous permet de considérer cette courbe comme étant plane.

Puisque l'influence de la pression de maintien sur la longueur des fibres est négligeable, on continuera les essais avec la valeur préconisée par le fabricant, soit 1.7 MPa.

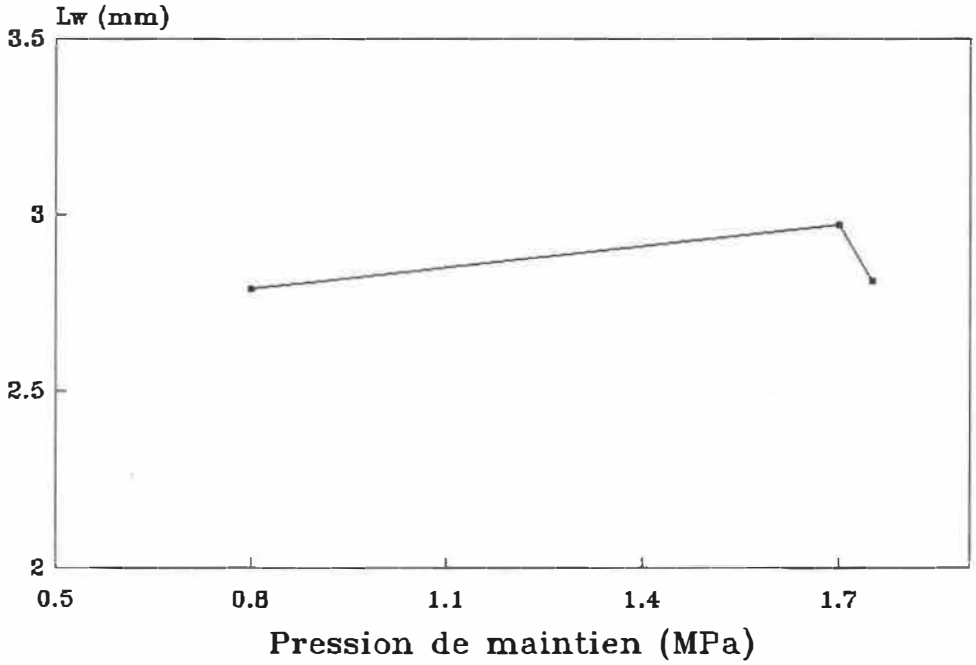


Figure 5.7 Influence de la pression de maintien sur la longueur des fibres.

5.3.4 VITESSE D'INJECTION

L'influence du profil de vitesse d'injection a été mesuré sur des échantillons moulés dans les conditions suivantes :

- température matière (au niveau de la buse) = 230°C.
- vitesse de rotation de la vis = 10 tr/mn
- température du moule = 70°C.
- pression de maintien = 1.7 MPa

Les autres paramètres sont les mêmes que ceux utilisés pour les premiers essais (voir Tableau 4.1).

La Figure 5.8 présente l'influence du profil de vitesse choisi (voir Figure 4.6) sur la longueur moyenne massique des fibres dans les pièces de type 2.

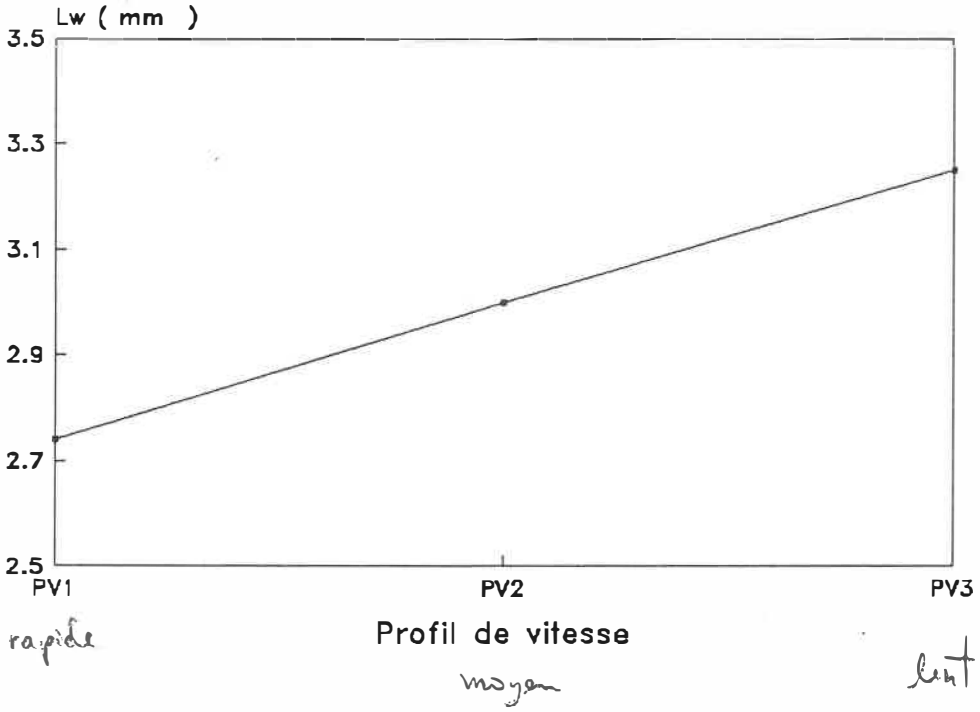


Figure 5.8 Influence du profil de vitesse sur la longueur des renforts.

On peut remarquer l'importance de la vitesse d'avance du front de matière sur la dégradation des renforts. Une vitesse élevée entraîne des taux de cisaillement supérieurs dans le matériau, ce qui provoque inévitablement une plus grande diminution de la longueur des fibres. Ainsi, le profil de vitesse 3, correspondant à la plus faible vitesse d'avance de la vis, permet d'obtenir des fibres, en bout de plaque de type 2, d'une longueur moyenne massique de 3.25 mm, soit une augmentation de 9% par rapport aux 2.98 mm obtenus avec les paramètres de moulage initiaux, avec le clapet et la buse modifiés.

Une vitesse d'injection plus faible autorise des longueurs de fibres plus élevées dans les plaques moulées, mais peut rendre le moulage délicat. En effet, si cette vitesse est trop petite, la matière va figer avant d'avoir totalement remplie la cavité, ce qui produit des pièces incomplètes. Les vitesses utilisées ont été choisies afin d'avoir la plus faible vitesse possible, tout en gardant des conditions de remplissage acceptables.

5.3.5 RESUME

La Figure 5.9 illustre les variations de Lw tout au long de cette étude. On constate une augmentation globale de Lw

de 73% entre les premières mesures effectuées sur des plaques de type 1, et les derniers essais réalisés sur des pièces moulées avec le clapet modifié, la nouvelle buse et les paramètres de mise en forme optimisés.

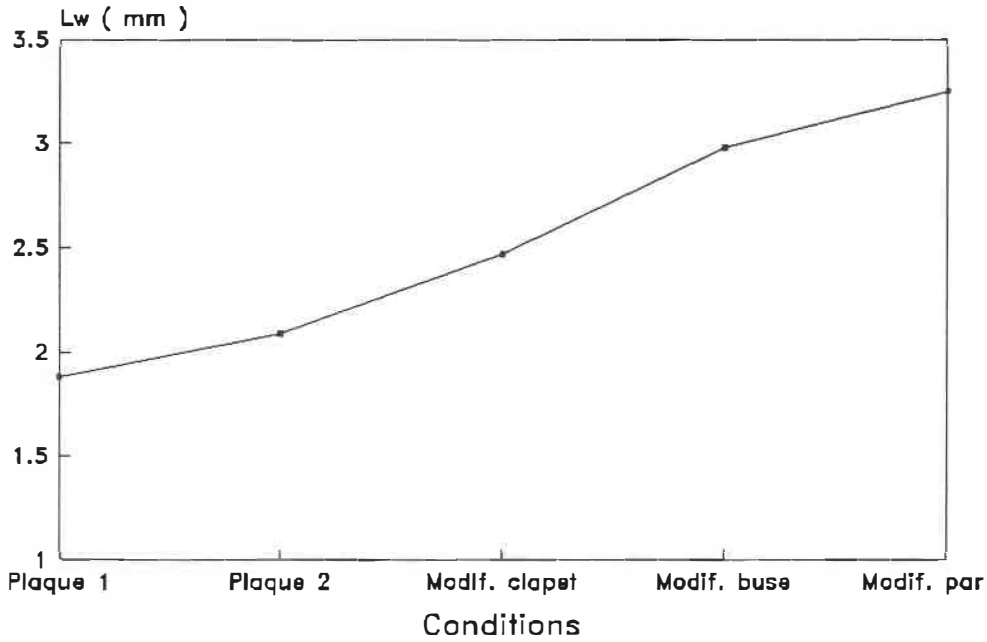


Figure 5.9 Evolution de Lw tout au long de l'étude.

Si on cherche à définir l'influence de chacune des modifications sur l'amélioration de Lw, on obtient ceci :

- Utilisation du moule de type 2 : + 11%
- Clapet anti-retour modifié : + 18%
- Nouvelle buse : + 21%

- Modifications des paramètres d'injection : + 9%

On remarque qu'avant tout, ce sont les modifications des composantes géométriques de la presse qui ont le plus influencées Lw. C'est avantageux car on se rend compte qu'il n'est pas nécessaire d'imposer des mauvaises conditions de moulage (du point de vue homogénéité et dégradation physique de la matrice) à la matière pour obtenir des fibres plus longues.

5.4 INFLUENCE DE LA CONCENTRATION EN FIBRES

L'influence de la concentration en fibres sur leur longueur moyenne massique a été mesurée sur des échantillons moulés dans les conditions optimales d'injection (du point de vue de la longueur des renforts). C'est-à-dire :

- Nouveau clapet et nouvelle buse
- Vitesse de la vis : 10 tr/mn
- Température matière : 230°C.
- Vitesse d'injection : PV3 (voir Figure 4.6)

La Figure 5.10 présente les variations de Lw en fonction

de la concentration des renforts. On constate une nette diminution de la longueur des fibres quand leur fraction massique varie de 30 à 40%. Par la suite, on note une stabilisation de la dégradation. Les valeurs de Lw pour 40% et 50% de verre sont très semblables.

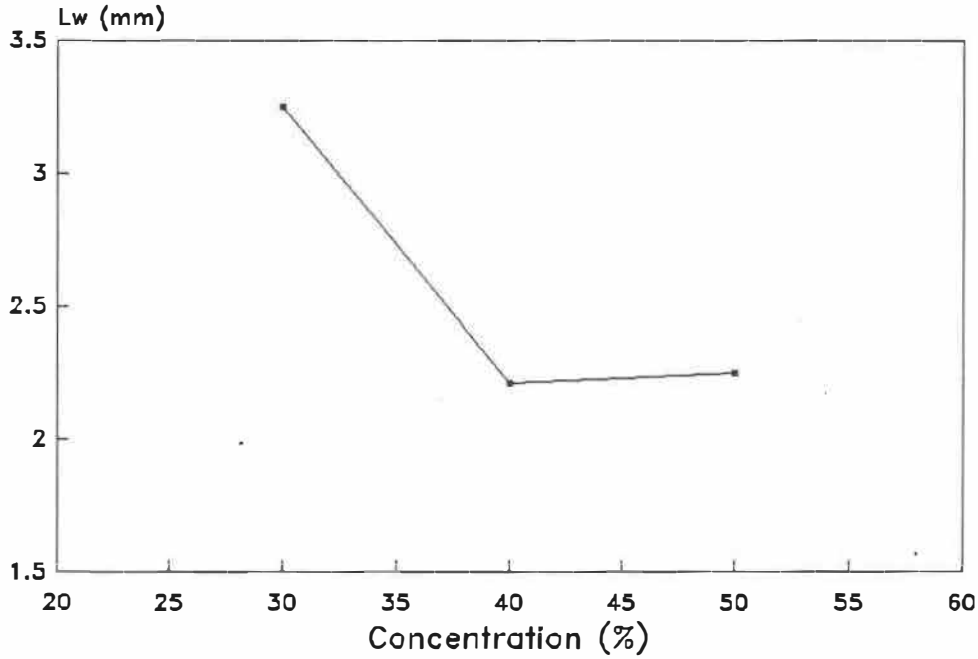


Figure 5.10 Influence de la concentration en fibres sur leur dégradation

La très nette diminution survenue entre 30 et 40% peut s'expliquer par le nombre plus élevé d'interactions fibres-fibres, responsable d'une partie de la dégradation (cf Von Turkovitch [5-6]). Les renforts étant plus nombreux, leur

probabilité de se rompre suite aux contraintes qui naissent lors de leurs contacts est plus élevée. La "stabilisation" apparue entre 40% et 50% peut s'expliquer par la diminution du nombre de bris par courbure ou pliure des fibres à cause justement du nombre très élevé de renforts dans la matière.

Avec ces résultats, on ne peut donner raison aux auteurs (Lunt [7], entre autres) qui négligent le rôle des interactions fibres-fibres et prétendent que la concentration n'influence aucunement la longueur des renforts. Par contre, il faut noter que si la dégradation augmente avec la fraction massique des fibres, cela ne se fait pas de façon régulière. Les valeurs de Lw mesurées pour 40 et 50% de verre sont là pour nous le montrer. Il semble que l'augmentation de la dégradation des renforts due à une élévation de leur concentration soit beaucoup plus sensible pour de faibles fractions massiques.

5.5 MESURES DES PROPRIETES MECANIQUES

5.4.1 INFLUENCE DE LA ZONE DE SOLLICITATION

5.4.1.a Traction longitudinale à l'écoulement

La Figure 5.11 présente l'influence de la zone sollicitée (voir Figure 4.7) sur le module (E) et la résistance ultime (Sr) du matériau.

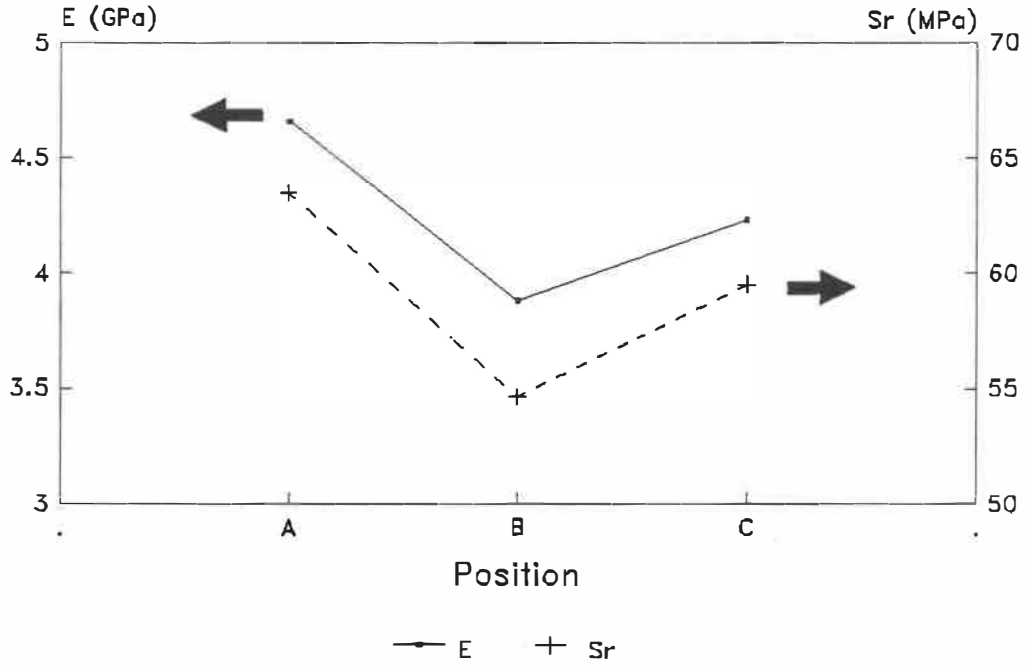


Figure 5.11 Influence de la zone de sollicitation sur les propriétés en traction du composite (dans le sens de l'écoulement).

On constate que les éprouvettes situées sur les côtés des plaques présentent des performances supérieures à celles prélevées en leur centre. La théorie sur l'orientation des fibres lors de l'injection d'un thermoplastique renforcé permet d'expliquer ce phénomène. On sait que, lorsqu'elles sont injectées à travers un seuil divergent, les fibres ont tendance à s'orienter en "demi-cercle". C'est-à-dire qu'elles sont perpendiculaires au sens de l'écoulement dans l'axe du seuil, et quasiment parallèles à ce sens sur les bords de la plaque. Ce qui fait que les fibres contenues dans les échantillons A et C sont pratiquement orientées dans le sens de la contrainte, alors qu'elles sont plutôt perpendiculaires à ce sens dans les éprouvettes B. D'où les différences dans les propriétés mécaniques mesurées.

5.4.1.b Traction perpendiculaire à l'écoulement

Dans ce cas (Figure 5.12), on ne décelle aucune influence de la zone de sollicitation sur les propriétés mécaniques du matériau. Cela permet de confirmer la théorie sur l'orientation des renforts précédemment enoncée. Par contre, le fait que les valeurs mesurées (module et résistance ultime) soient inférieures à celles observées dans le cas de la traction longitudinale à l'écoulement (donc, théoriquement, perpendiculaire à la direction des fibres) laisse supposer que

cette théorie ne s'applique pas totalement dans le cas des fibres longues. Rappelons qu'elle prévoit une orientation qui varie en fonction de la distance par rapport aux surfaces des plaques. Les auteurs [2, 29, 32, 33] prédisent une fine couche de fibres orientées aléatoirement en peau, une couche légèrement plus épaisse, sous la surface, contenant des fibres parallèles à l'écoulement, et un coeur plus volumineux dans lequel les fibres sont perpendiculaires au sens de l'écoulement de la matière. A la vue des résultats obtenus, il semble que ce ne soit pas le cas pour les thermoplastiques renforcés de fibres longues.

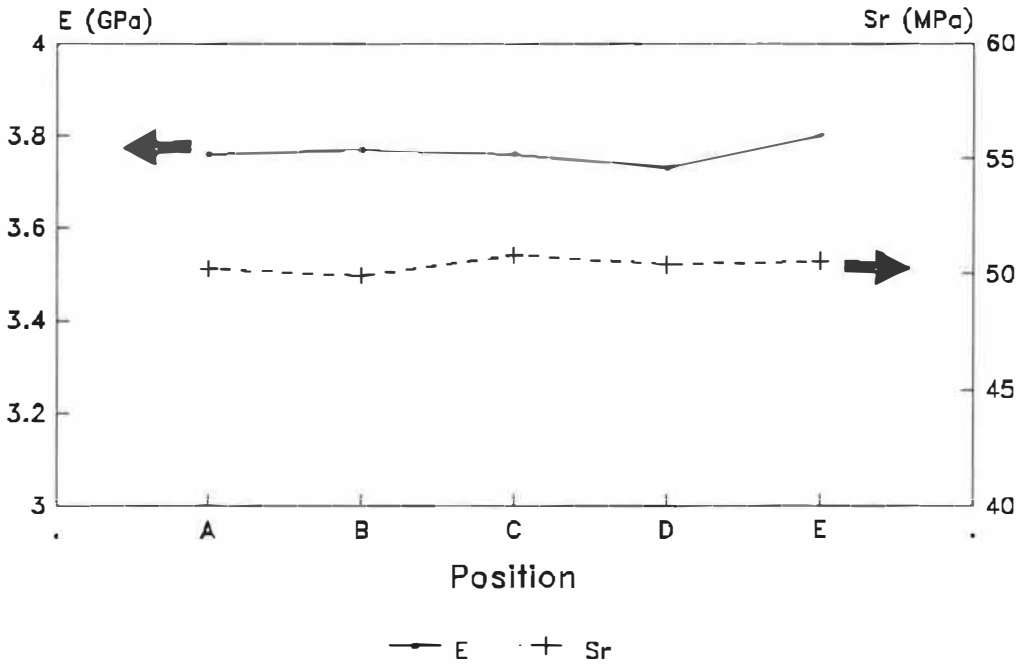


Figure 5.12 Influence de la zone de sollicitation sur les propriétés en traction du composite (perpendiculairement à l'écoulement)

5.4.1.c Flexion longitudinale à l'écoulement

La Figure 5.13 nous permet de constater que, comme pour la traction longitudinale, les échantillons prélevés sur les bords des plaques présentent des propriétés légèrement supérieures à celles prélevées en leur milieu; ce qui met en évidence le fait que l'épaisseur de la peau où les fibres ont une orientation particulière change avec la position dans la plaque.

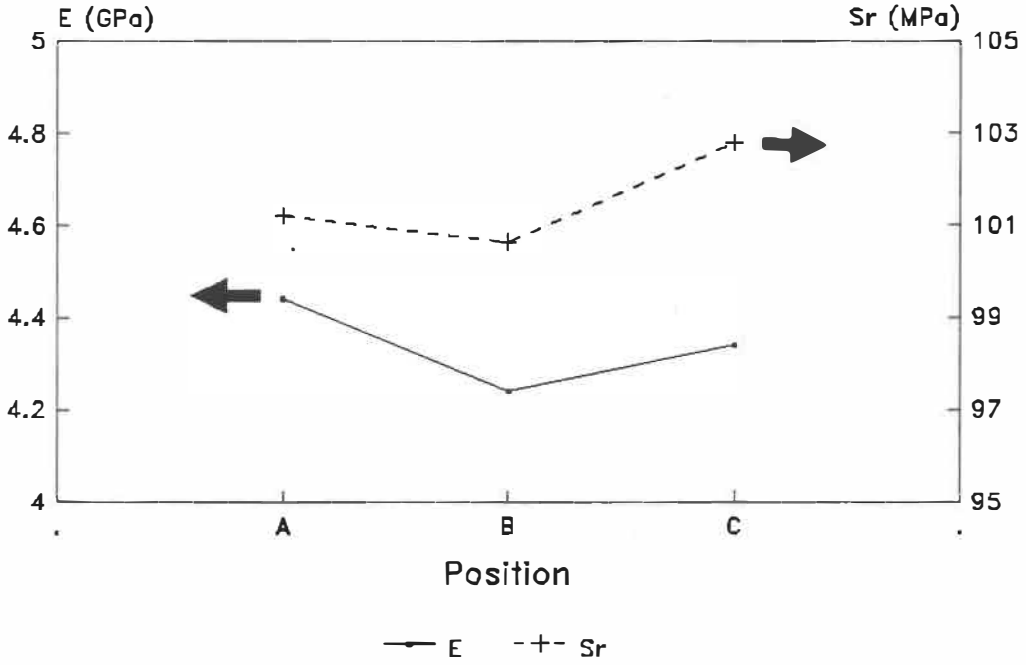


Figure 5.13 Influence de la zone de sollicitation sur les propriétés en flexion du composite (dans le sens de l'écoulement).

5.4.1.d Flexion perpendiculaire à l'écoulement

On constate (Figure 5.14) que les propriétés sont les meilleures près du seuil d'injection et à l'extrémité de la plaque. Les valeurs observées sont largement inférieures à celles mesurées dans le sens de l'écoulement.

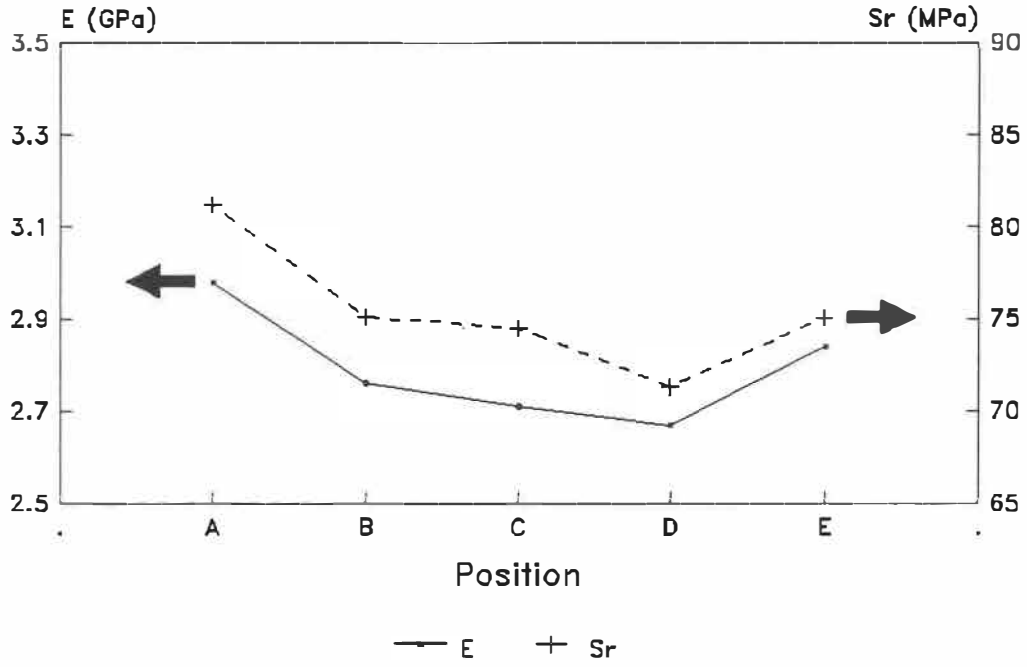


Figure 5.14 Influence de la zone de sollicitation sur les propriétés en flexion du composite (perpendiculairement à l'écoulement).

Les résultats obtenus ne sont pas totalement contradictoires avec la théorie établie sur l'orientation des fibres courtes dans un thermoplastique renforcé. Aux vues des

mesures effectuées, il est difficile de faire une affirmation quant à une éventuelle orientation préférentielle des fibres dans le matériau. Il semble toutefois que les renforts aient tendance à s'aligner le long des parois de la plaque, ce que la théorie prévoit et qui s'explique très bien par le gradient de taux de cisaillement qui s'y produit (maximum contre la parois, nul au centre des plaques). Vue la grande longueur des renforts, on comprend qu'ils soient plus sujet à ces phénomènes. On peut donc penser qu'en surface, (ou plutôt immédiatement sous la très fine peau que constitue la surface) les fibres s'orientent effectivement dans le sens de l'écoulement du matériau, ce qui explique les écarts observés entre les flexions perpendiculaire et longitudinale à l'écoulement (dans le cas de la flexion, ce sont les couches à la surface du matériau qui travaillent le plus). Par contre, il semble que l'épaisseur de ces couches soit supérieure à ce que prévoit la théorie. En effet, les valeurs mesurées permettent de prédire que ces couches occupent la majorité du volume dans la pièce moulée, d'autant plus que son épaisseur est très mince, comparée à la longueur des renforts qu'on y trouve. Aux extrémités avant et arrière de la plaque, les fibres semblent épouser les contours de la cavité pour s'orienter perpendiculairement au sens de l'écoulement.

Les valeurs des propriétés n'ayant qu'une valeur compa-

rative dans cette étude, on utilisera les moyennes des zones A, B et C en traction; A, B, C, D et E en flexion, pour continuer cette recherche et étudier l'influence de la longueur et de la concentration des fibres sur les propriétés mécaniques du composite.

5.4.2 INFLUENCE DE LA LONGUEUR DES FIBRES

Afin de vérifier l'influence de la longueur des fibres sur les propriétés mécaniques du matériau, des essais similaires ont été effectués sur des échantillons moulés dans les conditions initiales d'injection (Lw = 2.09 mm), avec le clapet et la buse modifiés (Lw = 2.98 mm) et dans les conditions finales de moulage (Lw = 3.25 mm). Les Figures 5.15 à 5.18 présentent les résultats obtenus.

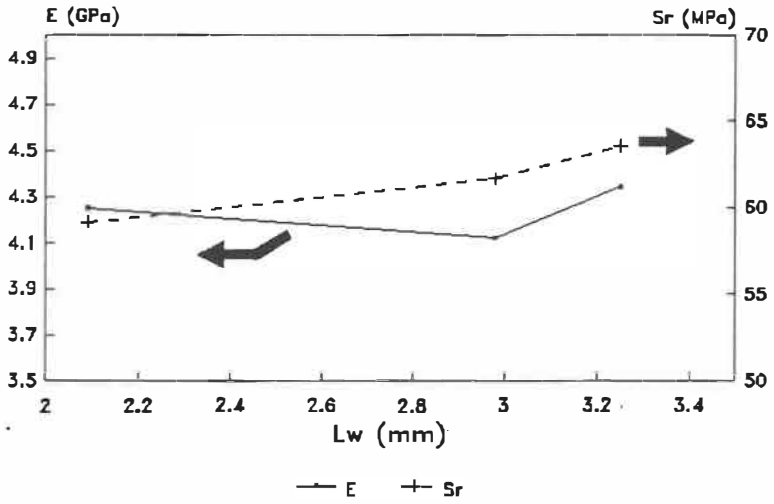


Figure 5.15 Influence de Lw sur les propriétés du du composite (traction longitudinale à l'écoulement).

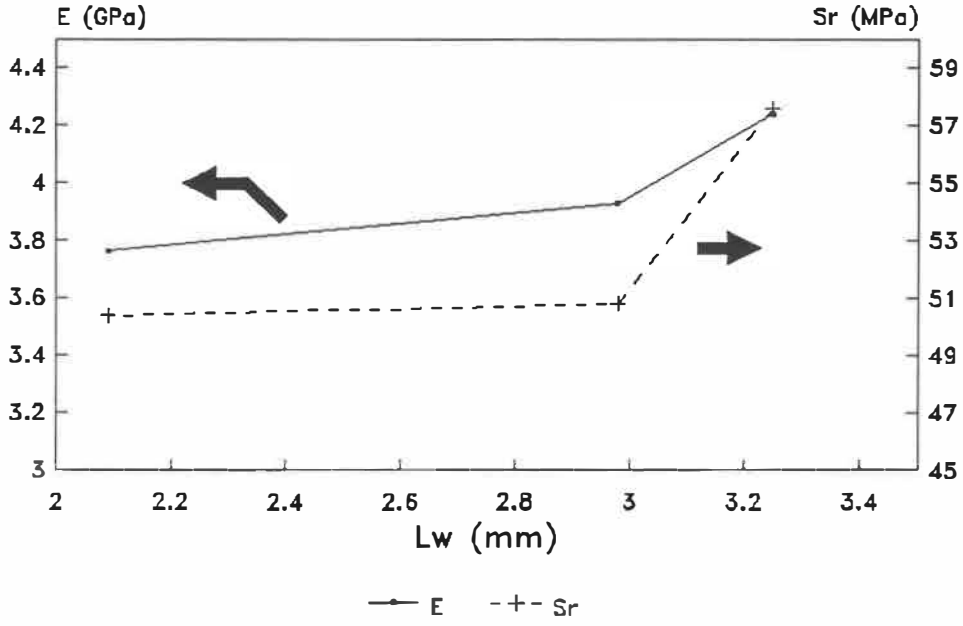


Figure 5.16 Influence de Lw sur les propriétés du composite (traction perpendiculaire à l'écoulement).

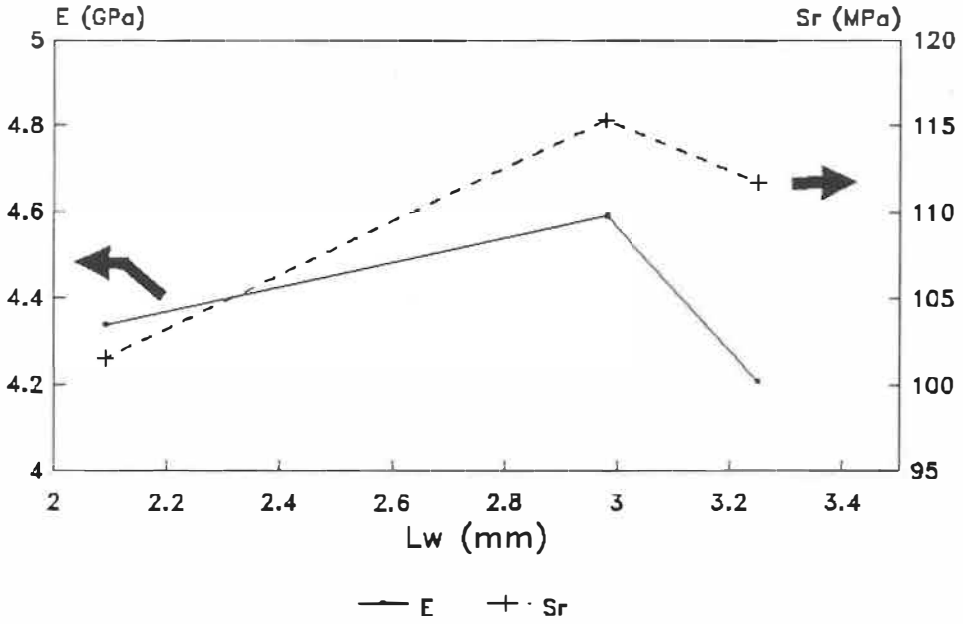


Figure 5.17 Influence de Lw sur les propriétés du composite (flexion longitudinale à l'écoulement).

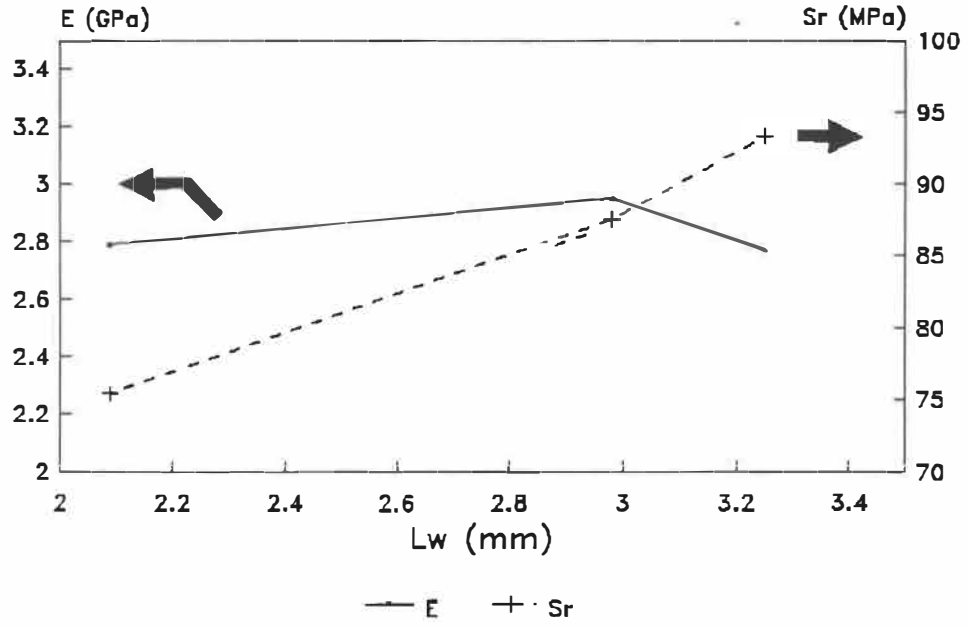


Figure 5.18 Influence de Lw sur les propriétés du composite (flexion perpendiculaire à l'écoulement).

En général, on observe une amélioration des propriétés mécaniques avec l'augmentation de la longueur des renforts. Ceci est conforme à toutes les théories existantes (voir Chapitre 2) sur les propriétés des composites. Dans certains cas, notamment en flexion longitudinale à l'écoulement, on remarque une diminution de la résitance en flexion et/ou du module. Cela peut être dû à une mauvaise homogénéité du matériau consécutive aux mauvaises conditions de remplissage de la cavité : vitesse d'injection et de rotation de la vis trop faible, température de la matière trop élevée.

5.4.3 INFLUENCE DE LA CONCENTRATION EN FIBRES

Les Figures 5.19 à 5.22 illustrent les résultats des mesures effectuées.

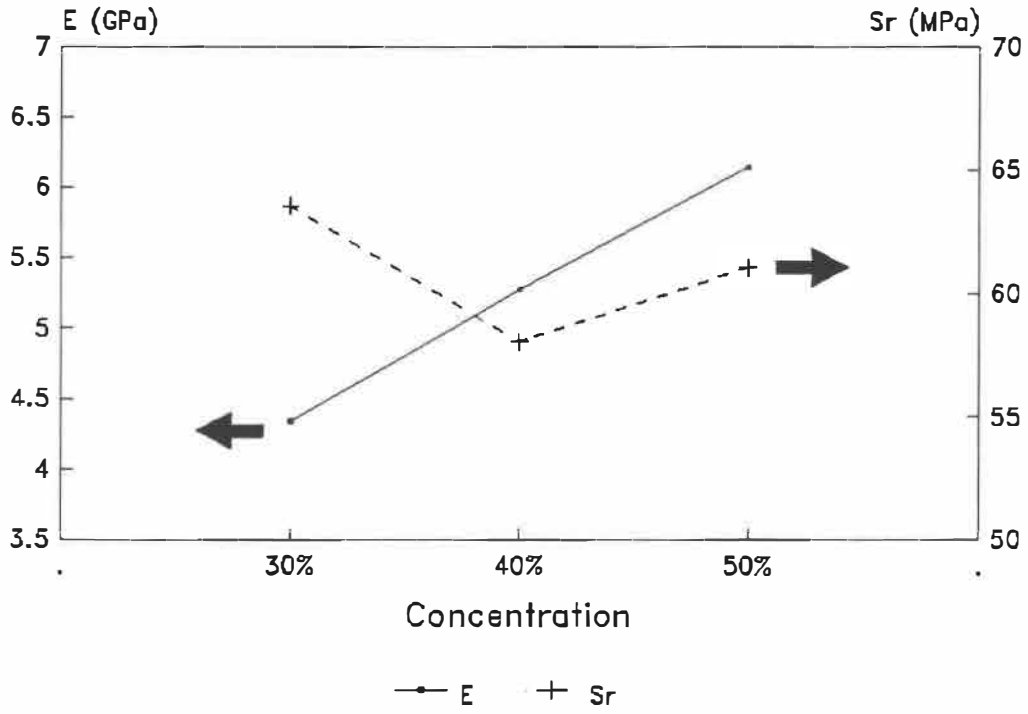


Figure 5.19 Influence de la concentration en fibres sur les propriétés du composite (traction longitudinale à l'écoulement).

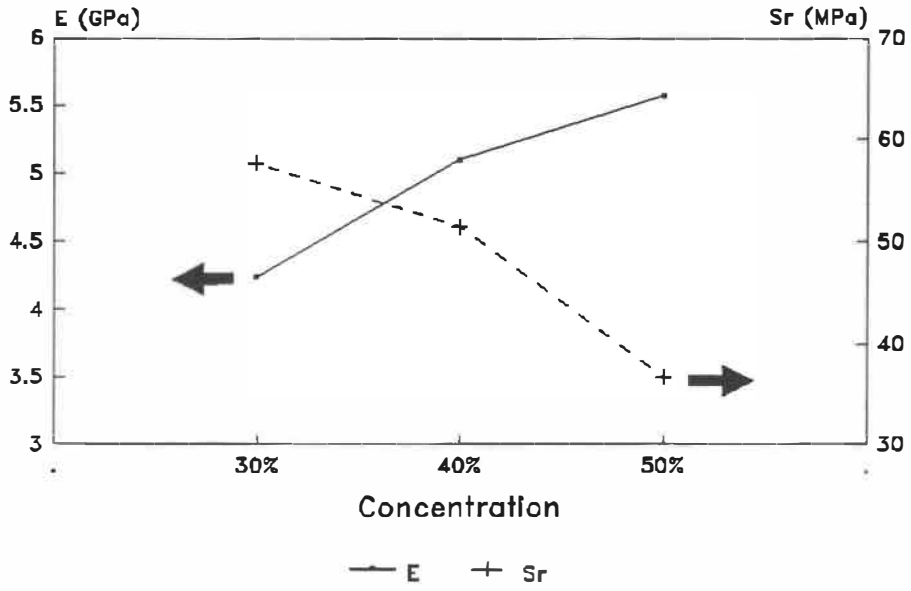


Figure 5.20 Influence de la concentration en fibres sur les propriétés du composite (traction perpendiculaire à l'écoulement).

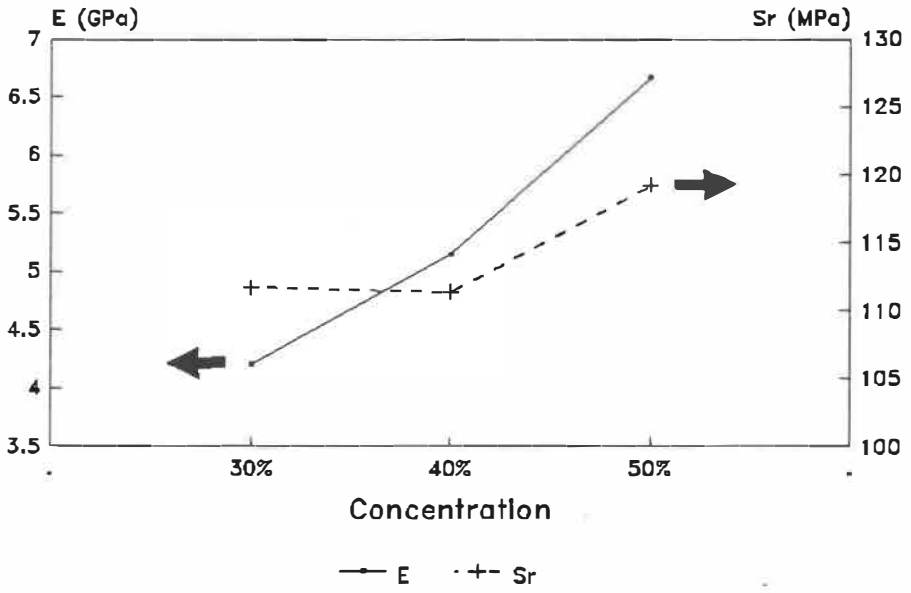


Figure 5.21 Influence de la concentration en fibres sur les propriétés du composite (flexion longitudinale à l'écoulement).

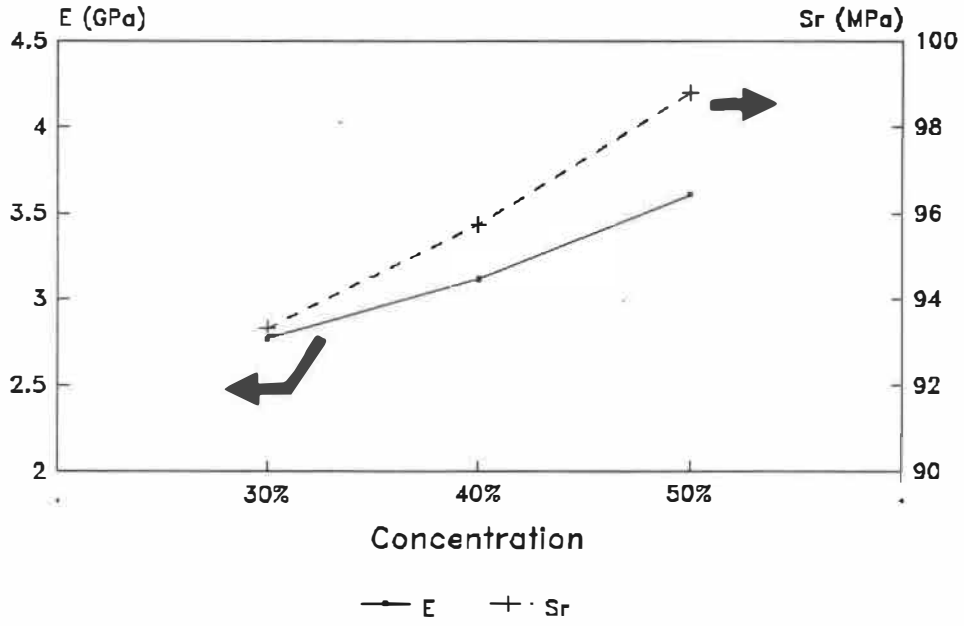


Figure 5.22 Influence de la concentration en fibres sur les propriétés du composite (flexion perpendiculaire à l'écoulement).

En général, les propriétés du composite s'améliorent avec la concentration en renforts. Dans certains cas cependant (notamment Sr en traction perpendiculaire), on constate une diminution des caractéristiques quand la fraction massique des renforts augmente. On peut expliquer ce phénomène par la présence de plusieurs agglomérats de fibres, mal dispersés dans la matrice. Ceux-ci peuvent être responsables de la formation de sites de concentration de contraintes qui sont, bien entendu, néfastes au composite. Ces agglomérats ont plus de chances de se former quand la concentration en fibres est élevée.

CHAPITRE 6

CONCLUSION

Le besoin de mesurer la dégradation mécanique des fibres lors de l'injection d'un matériau renforcé s'est principalement fait ressentir depuis l'apparition des thermoplastiques renforcés de fibres de verre longues. Puisqu'il est possible d'obtenir des granulés de matière première contenant des renforts ayant un plus grand rapport L/D, il est intéressant de pouvoir mesurer ce qu'il advient de leurs dimensions après qu'ils aient subit un cycle d'injection.

On a constaté que, malheureusement, la dégradation de ces fibres longues est très importante lors de la mise en forme du composite. Mais, malgrès tout, la dimension des renforts présents dans les objets moulés demeure largement supérieure à celle des fibres contenues dans les composites renforcés de fibres courtes. Les propriétés mécaniques des pièces obtenues sont par conséquent meilleures.

On a également noté qu'il n'est pas toujours souhaitable

de chercher à obtenir les plus longues fibres possibles en variant de façon excessive les paramètres d'injection de la presse. En effet, l'altération des caractéristiques de la matrice qui en découle risque d'avoir des conséquences dramatiques sur les propriétés du composite obtenu. Il est parfois plus intéressant de se limiter aux modifications géométriques des composantes de la presse ou du moule pour limiter la dégradation des fibres.

Ce matériau peut être une bonne alternative quand on cherche à remplacer certains métaux (aluminium par exemple) par des thermoplastiques, pour des applications ne nécessitant pas des caractéristiques mécaniques trop élevées. Certaines améliorations pourraient toutefois être apportées au matériau, comme par exemple essayer d'obtenir une meilleure imprégnation du verre par le polymère, ou encore améliorer la dispersion des fibres dans les bâtonnets de matière première. Cela pourrait permettre d'augmenter les propriétés du composite, tout en facilitant sa mise en forme.

Il serait intéressant de mesurer l'influence de la viscosité de la matrice sur la dégradation des fibres, en utilisant d'autres matériaux (PBT ou PA par exemple). On pourrait aussi faire varier la longueur initiale des renforts en utilisant des granulés de dimensions variables. Tout ceci

pourrait faire l'objet d'une recherche plus approfondie par la suite. On bénéficierait alors de la méthode expérimentale développée au cours de cette étude.

Pour finir, disons que, sans être réellement révolutionnaire, ce matériau élargit encore en peu plus le champ d'applications, déjà très vaste, des composites.

BIBLIOGRAPHIE

[1] H.L. Cox, "The Elasticity and Strength of Paper and other Fibrous Materials", Br. J. Appl. Phys., 3, p.72 (1952).

[2] B. Fisa, "Injection Molding of Thermoplastic Composites", Hanser Publishers (1988).

[3] J. Denault, T. Vu-Khanh, B. Foster, "Tensile Properties Of Injection Molded Long Fiber Thermoplastic Composites", Rapport de recherche (1990).

[4] J.E. Travis, D.A. Cianelli, C.R. Gore, O.H. Brunner, "Designing with the New Long Fiber Reinforced Thermoplastics", 42nd Annual Conference, Composite Institute, SPI, p.19B (1987).

[5] R. Von Turkovitch, L. Erwin, "Fiber Breakage in Extrusion", SPE ANTEC '82, p.439 (1982).

[6] R. Von Turkovitch, L. Erwin, "Fiber Fracture in Rein-

forced Thermoplastic Processing", Polym. Eng. Sci., 23, p.743 (1983).

[7] J.M. Lunt, J.B. Shortall, "The Effect of Extrusion Compounding on Fibre Degradation and Strength Properties in Short Glass-Fibre-Reinforced Nylon 6.6", Plast. Rubber Process., 4, p.108 (1979).

[8] R. Bailey, H. Kraft, "A Study of Fibre Attrition in the Processing of Long Fibre Reinforced Thermoplastics", Int. Polym. Process., 2, p.94 (1987).

[9] D.M. Bigg, "Effect of Compounding on the Properties of Short Fiber Reinforced Injection Moldable Thermoplastic Composites", SPE ANTEC '84, p.668 (1984).

[10] B. Franzén, C. Klason, J. Kubat, T. Kitano, "Fibre Degradation During Processing of Short Fibre Reinforced Thermoplastics", Composites, 20, p.65 (1989).

[11] R. A. Schweizer, "Glass Fiber Length Degradation in Thermoplastics Processing", Polym. Plast. Technol. Eng., 18, p.81 (1982).

[12] R. K. Mittal, V. B. Gupta, P.K. Sharma, " Theorical and

Experimental Study of Fibre Attrition during Extrusion of Glass-fibre-reinforced Polypropylene", Compos. Sci. Techn., 31, p.295 (1988).

[13] J.B. Shortall, D. Pennington, "The Characterization of Fibre Length Distribution in Injection Moulded Plastics", Plast. Rubber Process. Appl., 2, p.33 (1982).

[14] L.C. Sawyer, "Determination of Fiberglass Lengths: Sample Preparation and Automatic Image Analysis", Polym. Eng. Sci., 19, p.377 (1979).

[15] J.C. Halpin, S.W. Tsai, "Environmental Factors in Composite Materials Design", TR-67-423, Air Force Materials Laboratory Report (1967).

[16] S.W. Tsai, N.J. Pagano, "Invariant Properties of Composite Materials", Composite Material Workshop (1968).

[17] A. Kelly, W.R. Tyson, "Tensile Properties of Fibre-Reinforced Metals : Copper/Tungsten and Copper/Molybdenum", J. Mech. Phys. Solids, 13, p.329 (1965)

[18] D.A. Cianelli, J.E. Travis, R.S. Bailey, "Processing of the New Long Fiber Reinforced Thermoplastics", 43rd An-

nual Conference, Composites Institute, SPI, p.3B (1988).

[19] S.F. Xavier, A. Misra, "Influence of Glass Fiber Content on the Morphology and Mechanical Properties in Injection Molded Polypropylene Composites", Polym. Comp., 6, p.93 (1985).

[20] M.R. Kamal, L. Song, P. Singh, "Fiber and Matrix Orientations in Injectable Molded Fiber Reinforced Composites", SPE ANTEC '86, p.133 (1986).

[21] A.G. Gibson, A.N. McClelland, "Behaviour of Long Fibre Reinforced Polypropylene and Nylon 66 in Injection Moulding", Second International Conference, Mechanical Engineering Publications Ltd, p.99 (1986).

[22] V.B. Gupta, "Fundamentals of Fibre-Reinforced Thermoplastics", Pop. Plast., 32, p.30 (1987).

[23] Anonyme, "Injection Molding Glass/Polyester : How Processing Affects Glass Breakage", Plast. Technol., 24, p.19 (1978).

[24] C.R. Gore, G. Cuff, D.A. Cianelli, "Long/Short-Fiber Reinforced Thermoplastics", Mater. Eng., 103, p.47

(1986).

[25] M.R. Kamal, P. Singh, "The Distribution of Fiber Phase Properties in Injection Molded Short Glass Fiber Composites", SPE ANTEC '89, p.240 (1989).

[26] V.B. Gupta, R.K. Mittal, S.N. Pandit, "The Mechanical Properties of Short Glass Fibre-Reinforced Polypropylene", Indian Journal of Technologie, 21, p.165 (1983).

[27] B.D. Agarwal, L.J. Broutman, "Analysis and Performance of Fiber Composites", Wiley-Interscience Publication (1980).

[28] K. O'Brien, J.F. Crincoli, R.L. Kauffman, "Long Strand, Fiber-Reinforced, Thermoplastic Engineering Resins for Unique Combinations of Stiffness, Toughness and Injection Moldability", 43rd Annual Conference, Composite Institute, SPI, p.3D (1988).

[29] G. Fischer, P. Eyerer, "Fiber Orientation and Thermal Expansion of Short Fiber Reinforced Thermoplastics", SPE ANTEC '86, p.532 (1986).

[30] M.W. Darlington, B.K. Gladwell, G.R. Smith, "Structure

and Mechanical Properties in Injection Moulded Discs of Glass Fibre Reinforced Polypropylene", Polymer, 18, p.1269 (1977).

[31] B. Fisa, "Mechanical Degradation of Glass Fibers During Compounding with Polypropylene", Polym. Compos., 6, p.232 (1985).

[32] U. Delpy, G. Fischer, "Effect of Mold-Filling Conditions on Fiber Distribution in Injection-Molded Disks and on the Mechanical Properties of Such Disks", Adv. Polym. Technol., 5, p.19 (1986).

[33] A. Bouti, "Composites Thermoplastiques : Polypropylène renforcé avec des paillettes de verre", Mémoire de M.Sc.A., Ecole Polytechnique de Montréal (1988).

ANNEXE A

LOCALISATION DES ECHANTILLONS PRELEVES

Les Figures A.1 à A.3 présentent la localisation des échantillons de matière prélevés sur les pièces moulées ou autour de la vis.

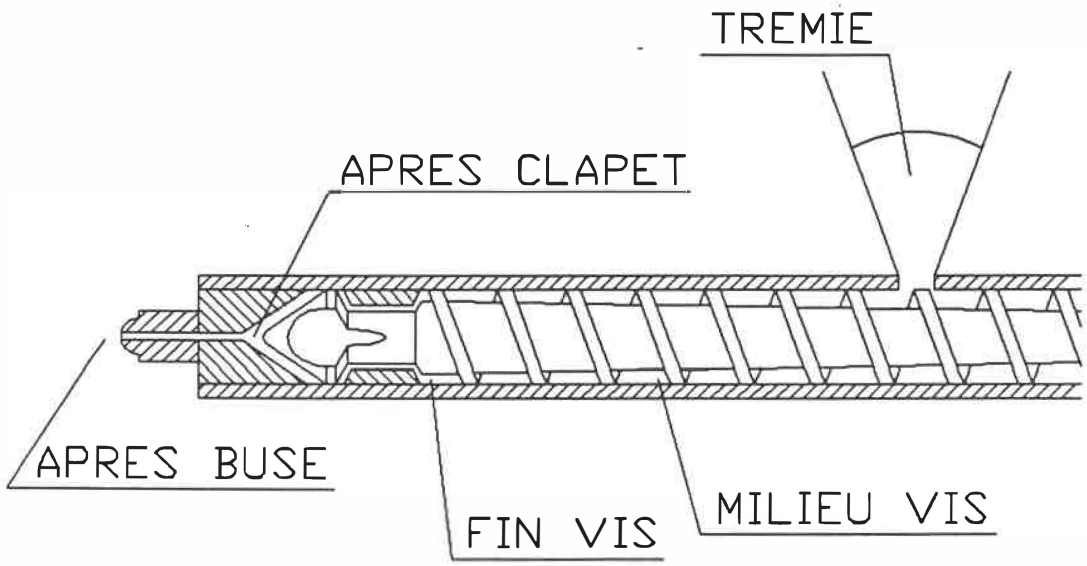


Figure A.1 Localisation des échantillons prélevés dans le système de plastification de la presse.

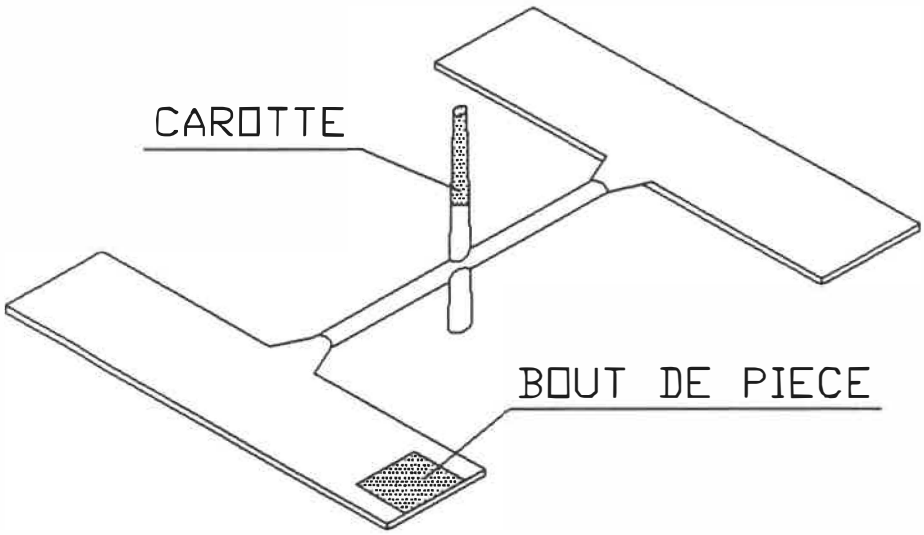


Figure A.2 Localisation des échantillons prélevés dans la pièce 1.

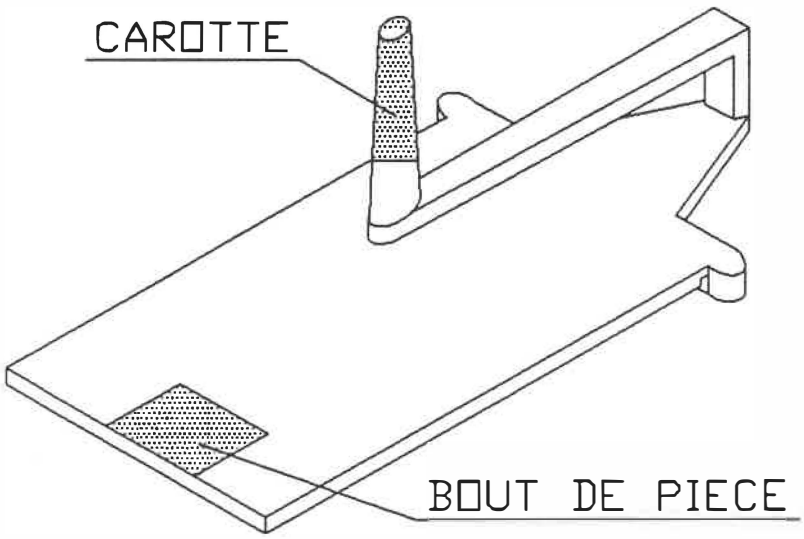


Figure A.3 Localisation des échantillons prélevés dans la pièce 2.

ANNEXE B

PROGRAMME "LONGFIBR"

On présente ici le listing de la macro "Longfibr".

CLEARALLOV (Utility - Clear - All overlays)

RESETPAR (Measure - Reset parameters)

INITOBJ (Measure - Init. parameters - Obj. parameters)

SCEDITGEOM (Measure - Scaling geom. - Edit)

TVON (Input/Out. - TV - Online)

PAUSE (Utility - Pause - Pause)

TVAVER (Input/Out. - TV - Average TV)

TVOFF (Input/Out. - TV - Offline)

MULTIPLY (Enhance - Arithmetics - Multiply)

DELIN (Enhance - Edges - Delineate)

DIS2LEV (Segment - 2 levels)

SCRAP (Binary - Morphology - Scrap)

IDENTFRAME (Measure - Identifiation - Identify/frame)

MEASOBJ (Measure - Automatic - Object specific)

OUTLIST (Measure - Data output - List)

TVON (Input/Out. - TV - Online)

LOADLUT (Utility - Colors - Look-up table)

STOP (Utility - Pause - Stop)

OUTHIST (Measure - Data output - Histogram)

Entre parenthèses sont indiqués les différents "STEPS", "GROUPS" et "FUNCTIONS à sélectionner pour obtenir la commande correspondante. Voici une explication sommaire de ces différentes fonctions, avec les variables qui leurs sont affectées dans la macro "LONGFIBR".

CLEARALLOV : * Pas de paramètre

Vide les mémoires réservées à l'image.

RESETPAR : * Pas de paramètre

Annule tous les paramètres de mesure.

INITOBJ : * Parname = DMAX

Défini la grandeur que l'on veut mesurer. (DMAX = plus grande longueur d'un objet).

SCEDITGEOM : * Inter = ON

* Append = OFF

Affiche les paramètres d'échelle. Inter = ON signifie que l'échelle est définie manuellement en pointant avec la souris un objet calibré présent sur l'image (règle à

mesurer). Cette opération est effectuée au début de chaque série de mesures.

TVON : * Pas de paramètre

Présentation sur le moniteur TV de l'image réelle reçue par la caméra.

PAUSE : * Pas de paramètre

Suspend l'exécution de la macro jusqu'à ce qu'une touche soit pressée.

TVAVER : * Image = 1 (Numéro de mémoire dans lequel l'image transformée sera stockée).

* Count = 4 (Nombre de pas d'intégration).
* Factor = 4 (Facteur d'échelle).

Intègre le signal émis par la caméra pendant plusieurs cycles TV (moyenne des signaux).

TVOFF : * Pas de paramètres

Présentation sur le moniteur TV de l'image utilisée par le système (différente de l'image réelle de la caméra).

MULTIPLY : * Input 1 = 1 (Image à multiplier).

* Input 2 = 1 (2ème image à multiplier).
* Output = 3 (Image produite).

--> Output = Input 1 * Input 2 / Factor

* Factor = 50 (Facteur d'échelle pour le niveau de gris).

Multiplie les niveaux de gris de 2 images digitalisées.

DELIN : * Input = 3 (Image à traiter).

* Output = 4 (Image traitée).
* Threshold = 113 (Seuil de discrimination).
* Size = 5 (Dimension de la matrice de filtrage pour délimiter les frontières).
* Inter = OFF (La discrimination sera définie avec Threshold).

Génère des transitions nettes entre les différents objets de l'image. Améliore le contraste.

DIS2LEV : * Input = 4 (Image à segmenter).

* Output = 5 (Image segmentée).
* LevelLow = 109 (Seuil inférieur de gris).
* LevelHigh = 255 (Seuil supérieur de gris).
* Binary = ON (Les pixels retenus seront blancs, les autres seront noirs).
* Inter = ON (Les seuils sont définis de manière interactive, avec la souris).

Isole les objets à mesurer en définissant 2 niveaux de gris.

SCRAP : * Input = 5 (Image à traiter).

* Output = 6 (Image traitée).

* Select = OFF (Les objets en dehors de l'intervalle défini par AreaLow et AreaHigh seront retenus).

* AreaLow = 0 (Limite inférieure en pixels).

* AreaHigh = 30 (Limite supérieure en pixels).

* BinaryInp = ON (Image d'entrée binaire).

* BinaryOut = ON (Image de sortie binaire).

Elimine ou conserve les objets en fonction de leur dimension (en unités pixels).

IDENTFRAME : * Input = 6 (Image à traiter).

* Output = 7 (Image traitée).

* Conn_8 = ON

* Framemode = 1 (Elimine les objets hors du cadre défini, ou sur ses contours).

* SizeX = 0 (Dimensions du rectangle dans les
* SizeY = 0 directions X et Y).

* StartX = 0 (Position du coin supérieur gauche
* StartY = 0 du cadre).

* Display = ON (Présente le cadre à l'écran).

* Inter = ON (Définition interactive du cadre).

Permet de dessiner un rectangle pour délimiter l'étendue de la mesure.

MEASOBJ : * Image = 7 (Image d'entrée).

* Database = ??? (Nom du fichier dans lequel les résultats seront stockés).

* Append = ON (Les données seront enregistrées dans le fichier existant. Pour la première mesure, il faut inscrire OFF pour ouvrir un fichier).

Mesure les objets et enregistre les résultats dans un fichier.

OUTLIST : * Database = ??? (Nom du fichier à afficher).

* Print = OFF (Pas d'impression du contenu du fichier).

La liste des résultats est affichée à l'écran, ou imprimée si Print = ON.

LOADLUT : * File = grey

Permet de travailler avec une image en noir et blanc (meilleur dans notre cas).

STOP : * Pas de paramètre

Arrête le déroulement de la macro.

OUTHIST : * Database = ??? (Fichier de résultats à traiter).

* Parameter = DMAX (Paramètre à présenter sous forme d'histogramme).

* Classes = 15 (Nombre d'intervalles de classe).
* LogX = OFF (Axe des X en échelle linéaire).
* LogY = OFF (Axe des Y en échelle linéaire).
* Histmode = 0 (Histogramme "classique". Histogramme cumulatif si Histmode = 1).
* Statistics = ON (Présente les résultats statistiques aux côtés de l'histogramme).
* Automode = ON (Les valeurs mini et maxi des axes X et Y sont définies automatiquement. Elles seront définies par Min et Max si Automode = OFF).
* MinX = ?? (Limites supérieures et inférieures de
* MaxX = ?? l'axe des X).
* MinY = ?? (Limites supérieures et inférieures de
* MaxY = ?? l'axe des Y).
* Controle = ""

Présente les résultats sous forme d'histogramme.

ANNEXE C

HISTOGRAMMES DE DISTRIBUTION

On présente ici tous les histogrammes de distribution obtenus au cours de l'étude.

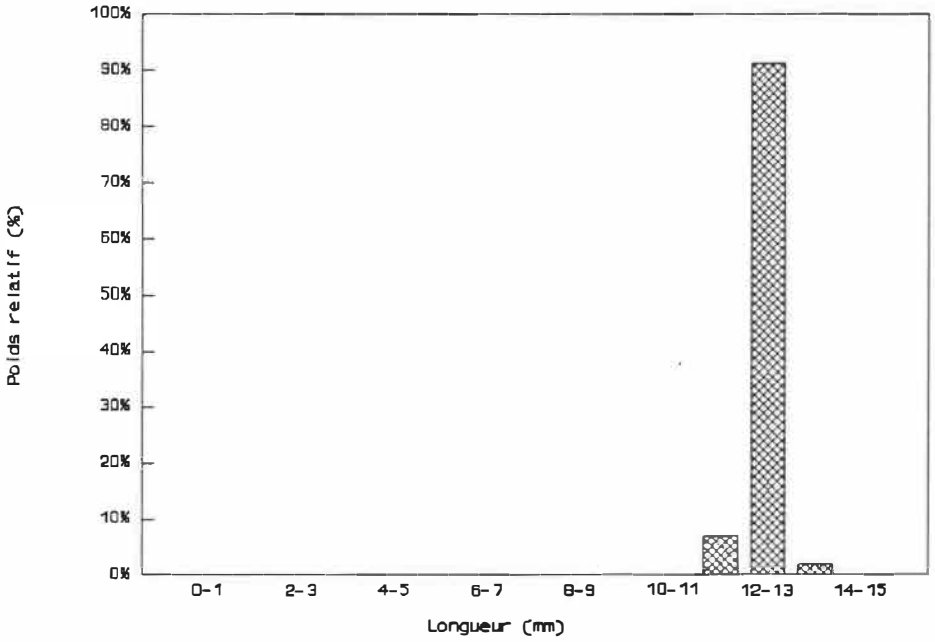


Figure C.1 Matière première.

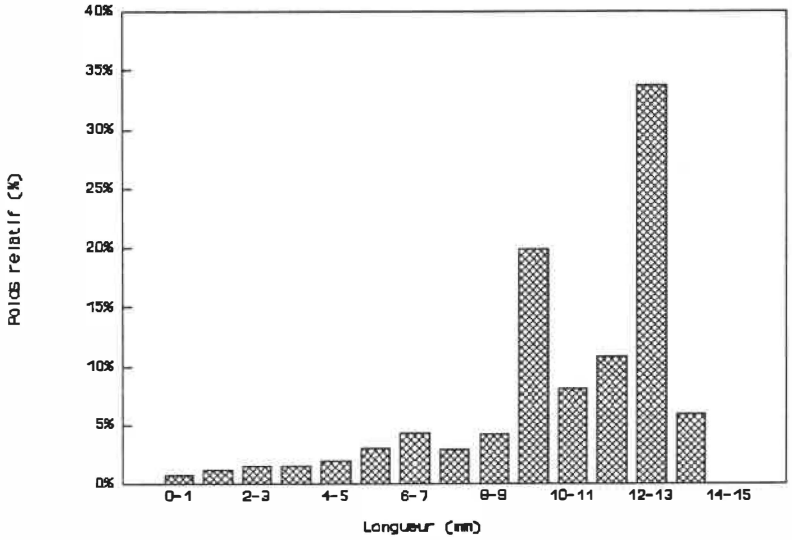


Figure C.2 Milieu de la vis - Paramètres initiaux.

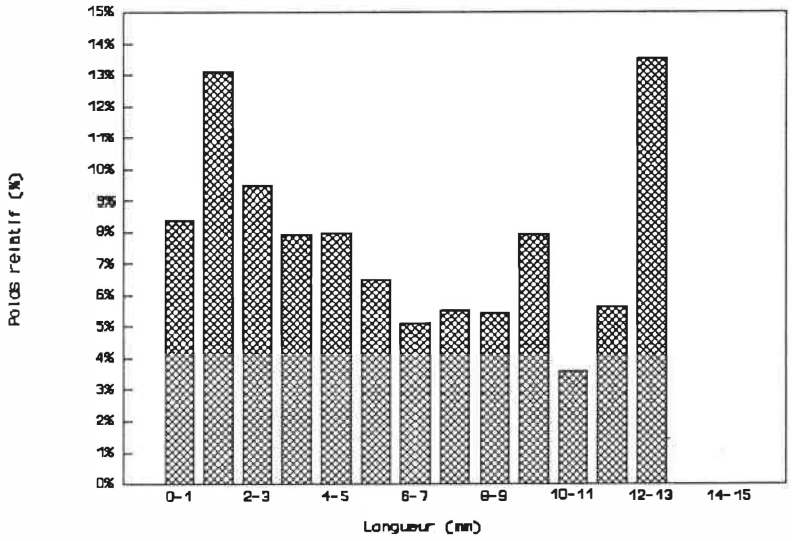


Figure C.3 Fin de la vis - Paramètres initiaux.

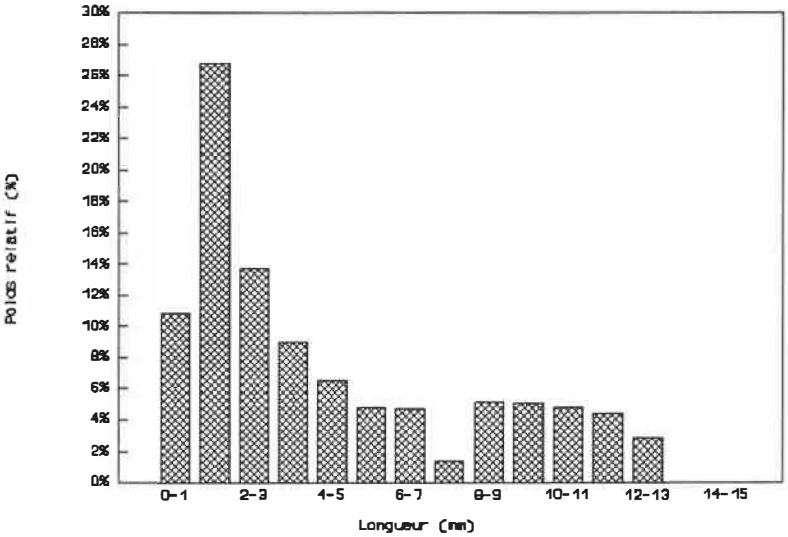


Figure C.4 Après ancien clapet - Paramètres initiaux.

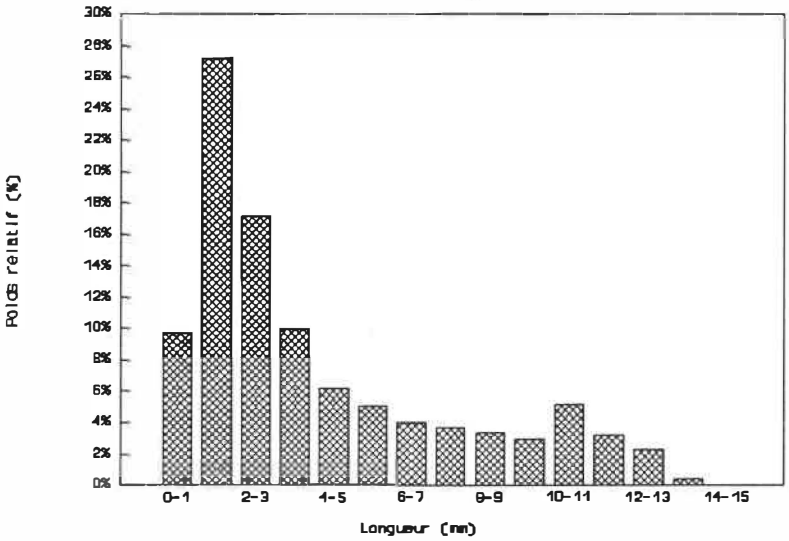


Figure C.5 Après nouveau clapet - Paramètres initiaux.

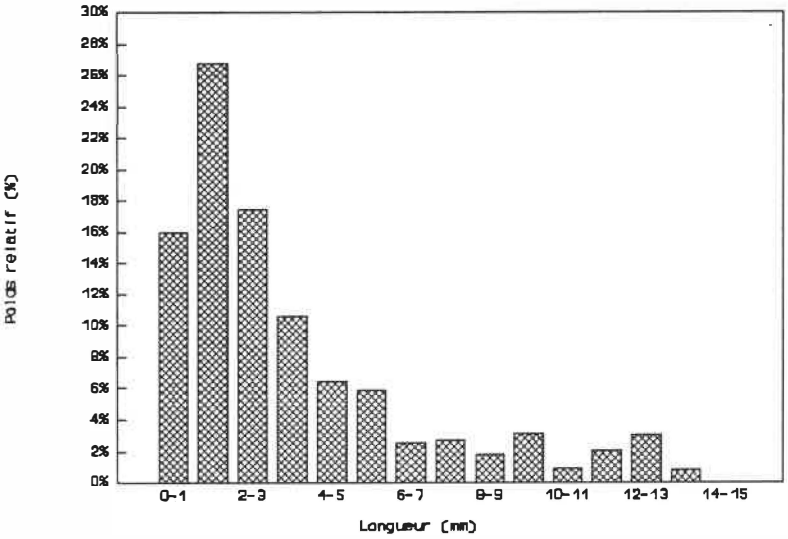


Figure C.6 Après buse - Clapet et buse initiaux
Paramètres initiaux.

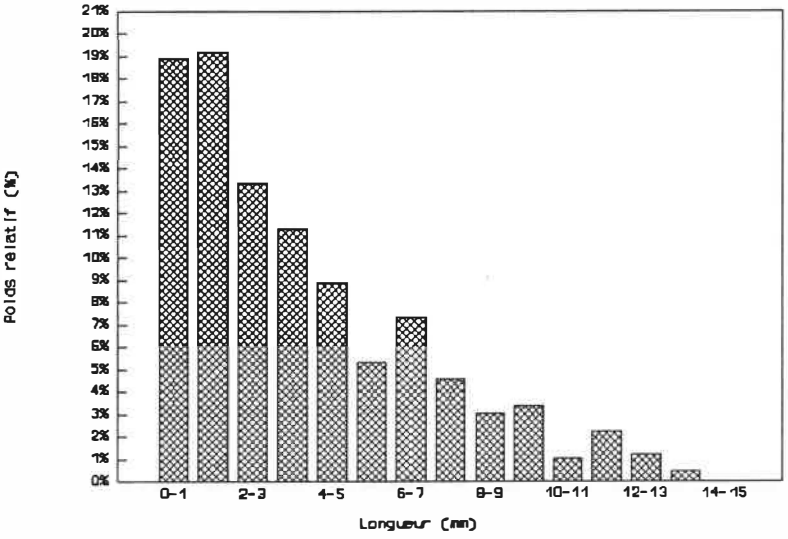


Figure C.7 Après buse - Clapet modifié
Paramètres initiaux.

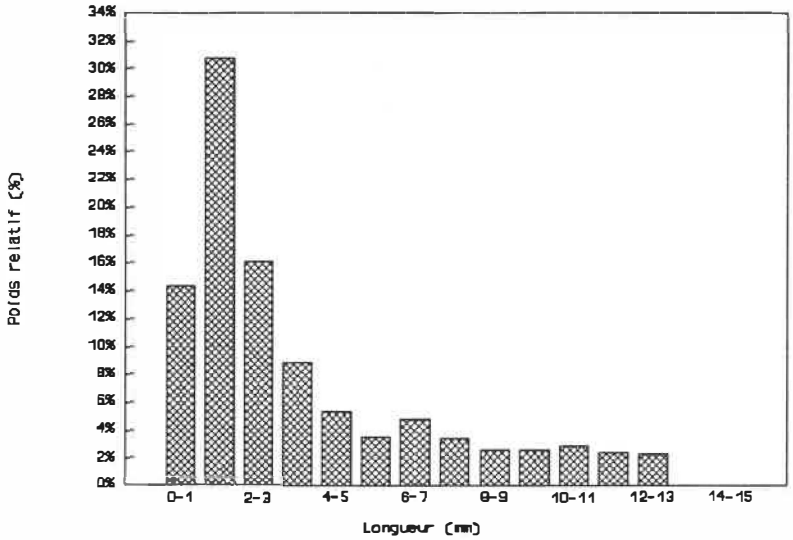


Figure C.8 Après buse - Clapet et buse modifiés
Paramètres initiaux.

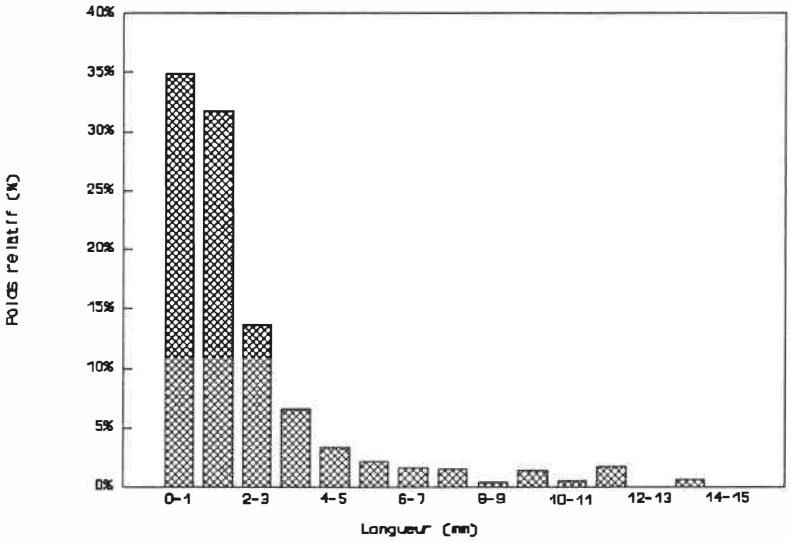


Figure C.9 Carotte type 1 - Clapet et buse initiaux
Paramètres initiaux.

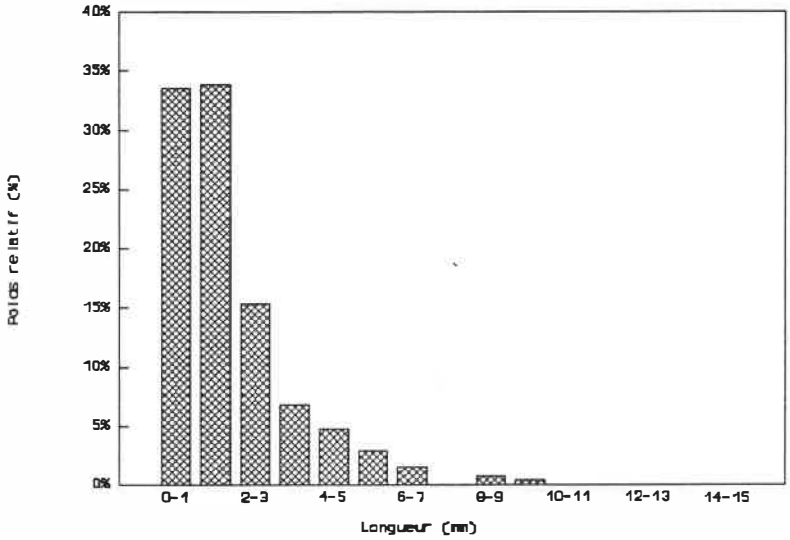


Figure C.10 Fin de pièce type 1 - Clapet et buse initiaux Paramètres initiaux.

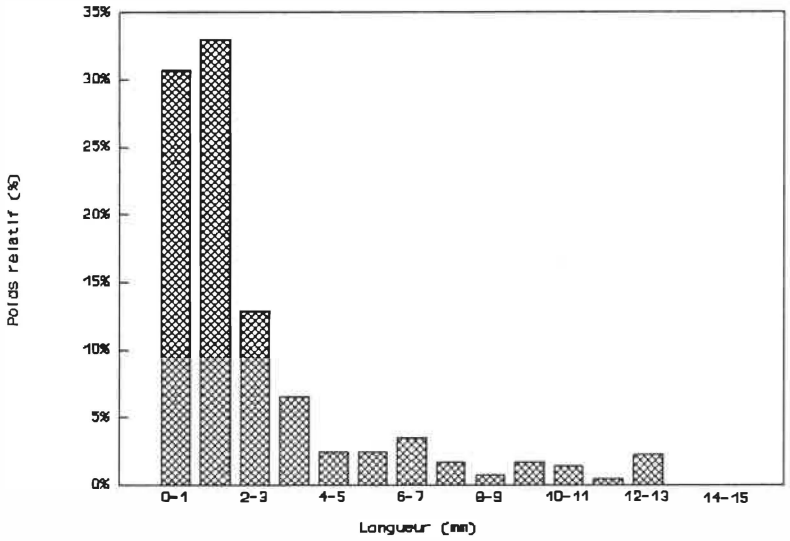


Figure C.11 Carotte type 2 - Clapet et buse initiaux Paramètres initiaux.

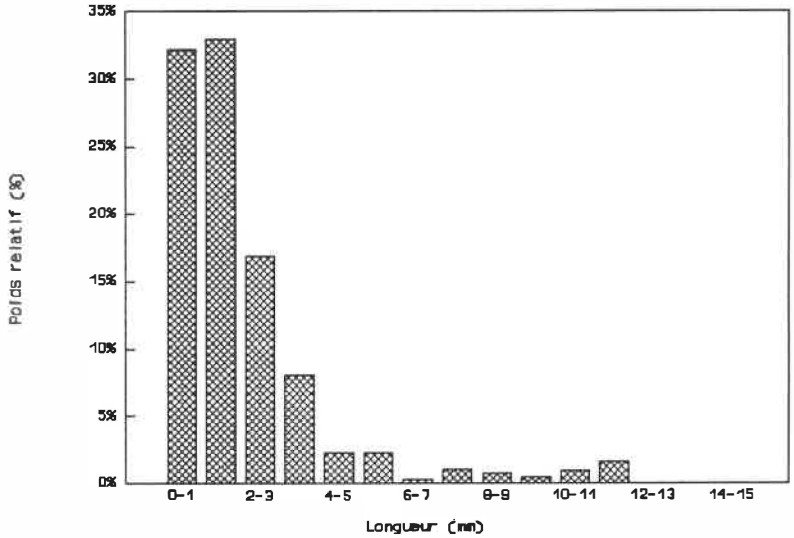


Figure C.12 Fin de pièce type 2 - Clapet et buse initiaux Paramètres initiaux.

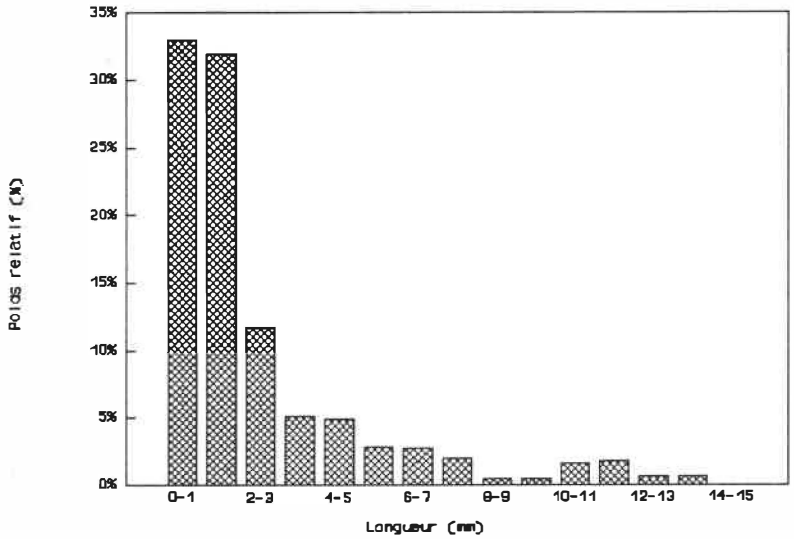


Figure C.13 Fin de pièce type 2 - Clapet modifié Paramètres initiaux.

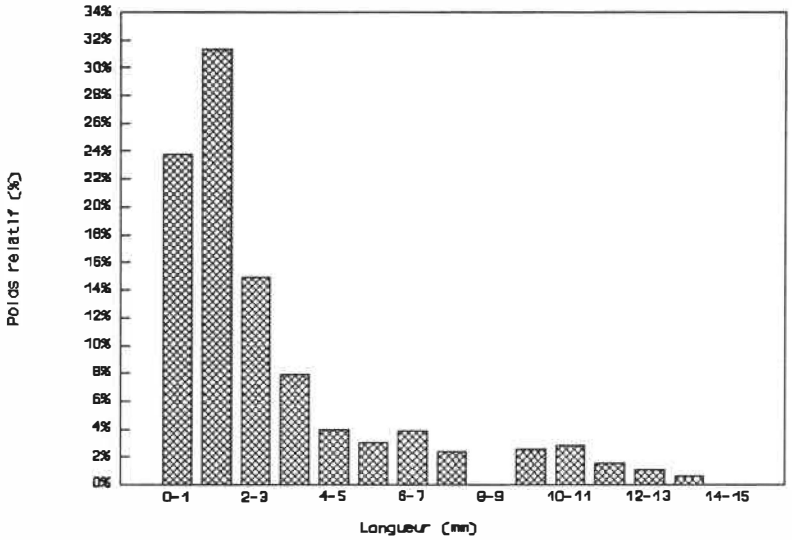


Figure C.14 Fin de pièce type 2 - Clapet et buse modifiés Paramètres initiaux.

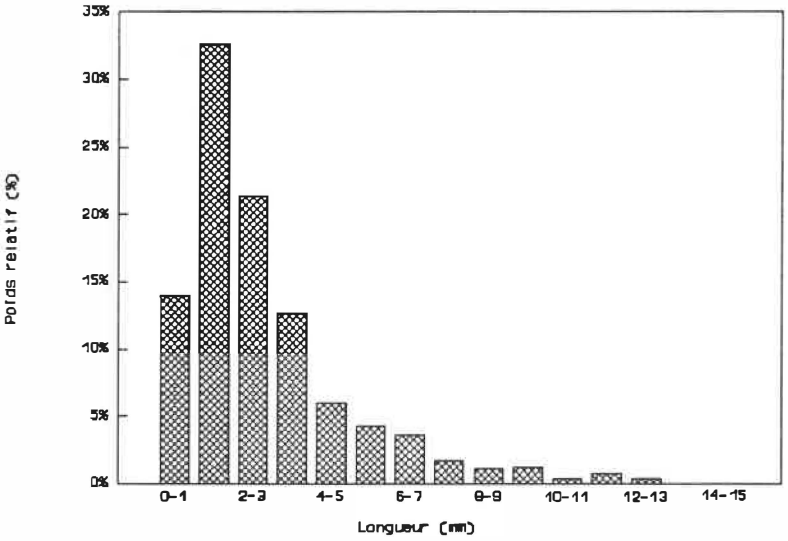


Figure C.15 Fin de pièce type 2 - Clapet et buse modifiés P. main. = 8 MPa.

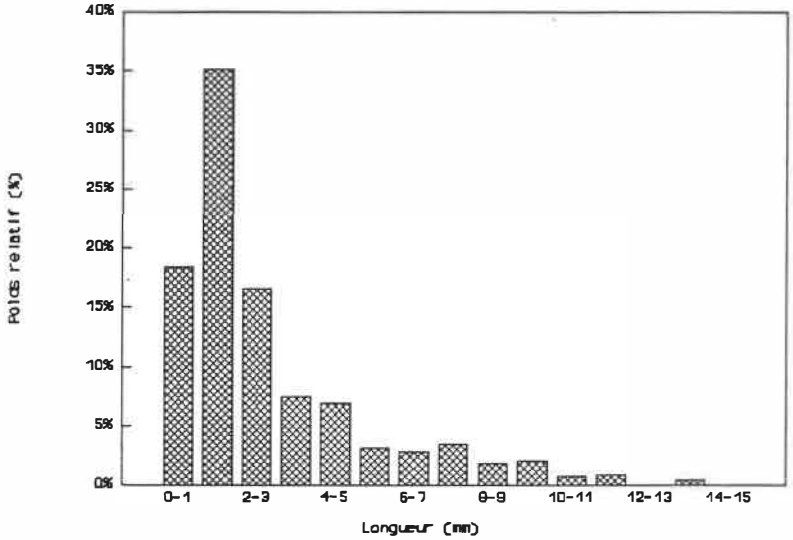


Figure C.16 Fin de pièce type 2 - Clapet et buse modifiés
P. main. = 17.5 Mpa.

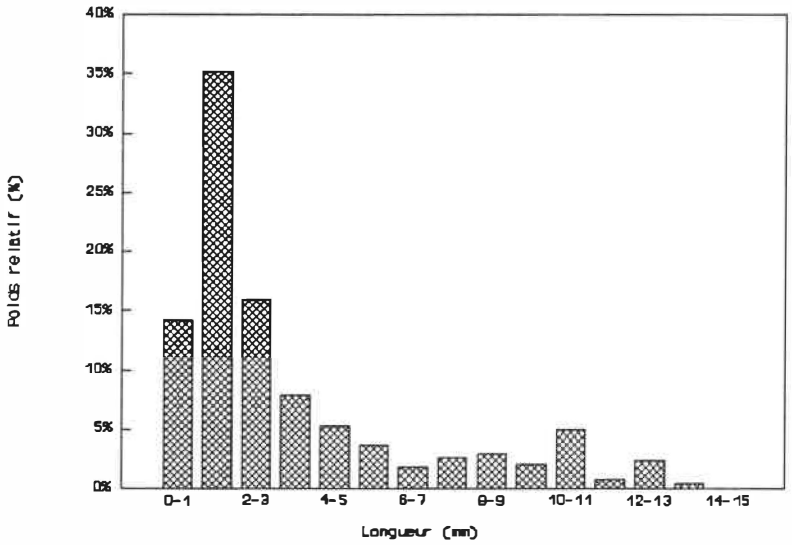


Figure C.17 Fin de pièce type 2 - Clapet et buse modifiés
V. vis = 10 tr/mn.

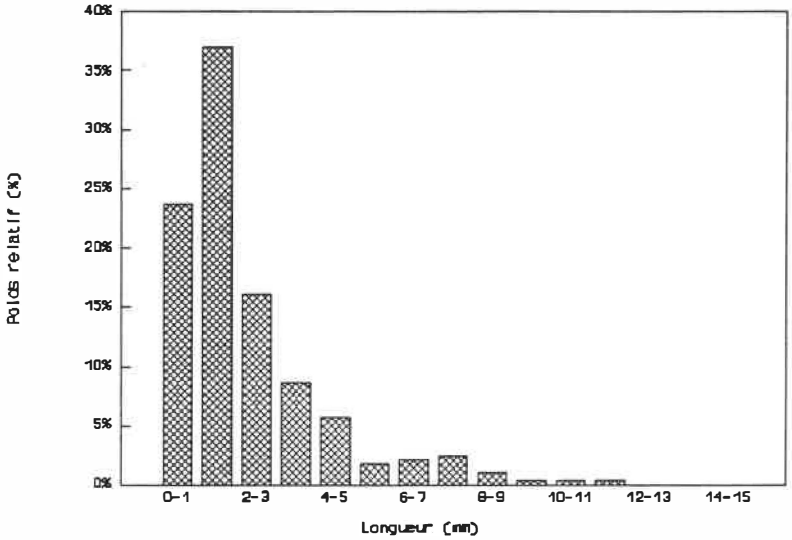


Figure C.18 Fin de pièce type 2 - Clapet et buse modifiés V. vis = 40 tr/mn.

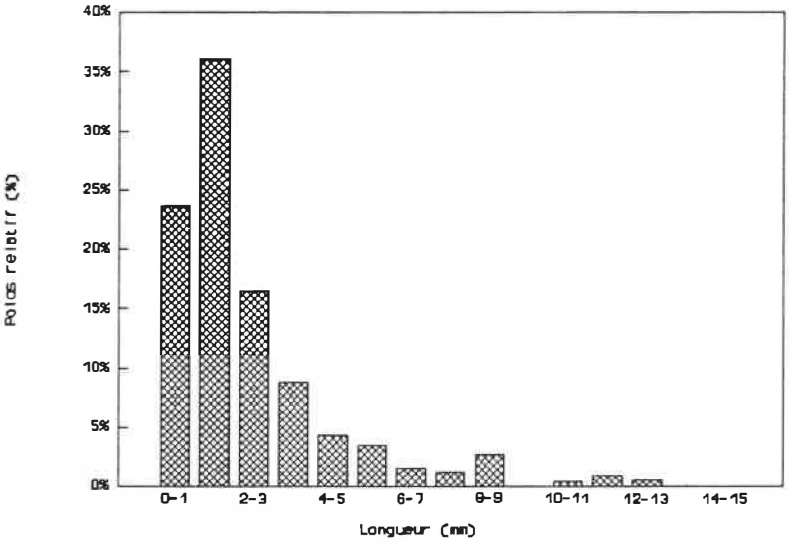


Figure C.19 Fin de pièce type 2 - Clapet et buse modifiés $T^{o}_{mat.}$ = 180°C.

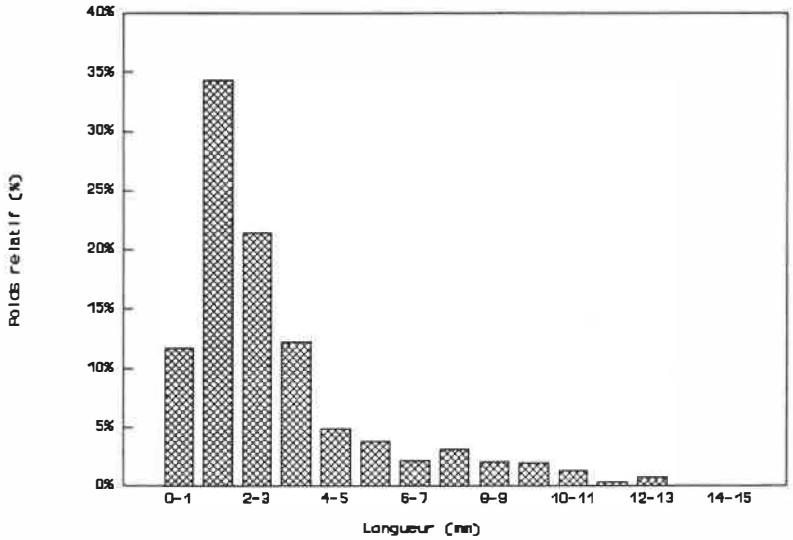


Figure C.20 Fin de pièce type 2 - Clapet et buse modifiés $T^{o}_{mat.}$ = 250°C.

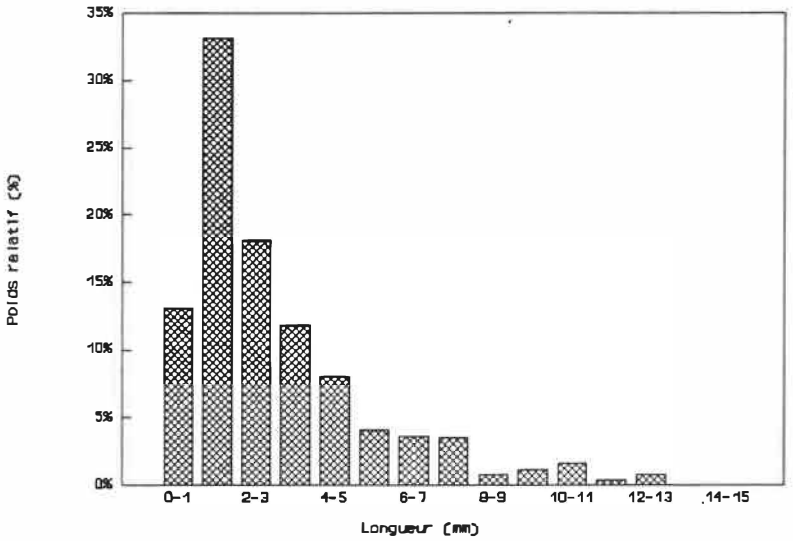


Figure C.21 Fin de pièce type 2 - Clapet et buse modifiés V. inj. = PV1; V. vis = 10 tr/mn.; T^{o}_{moule} = 70°C. $T^{o}_{mat.}$ = 230°C.

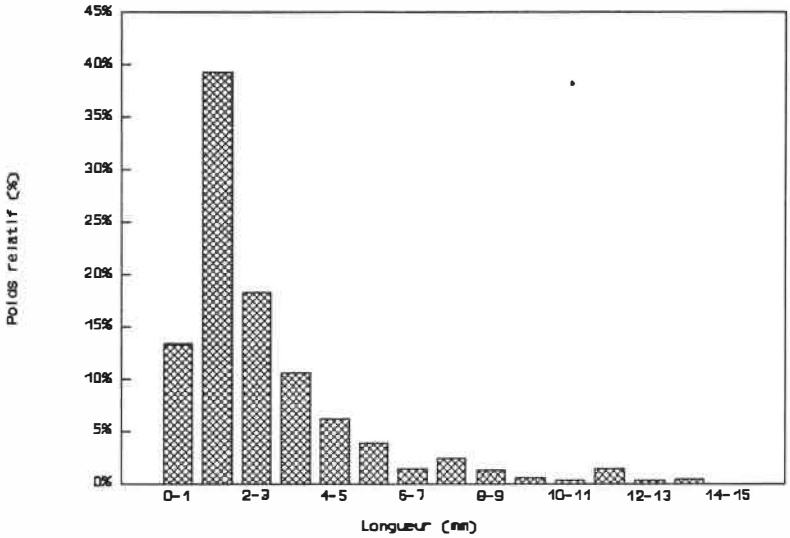


Figure C.22 Fin de pièce type 2 - Clapet et buse modifiés V. inj. = PV2; V. vis = 10 tr/mn.; T^{o}_{moule} = 70°C. $T^{o}_{mat.}$ = 230°C.

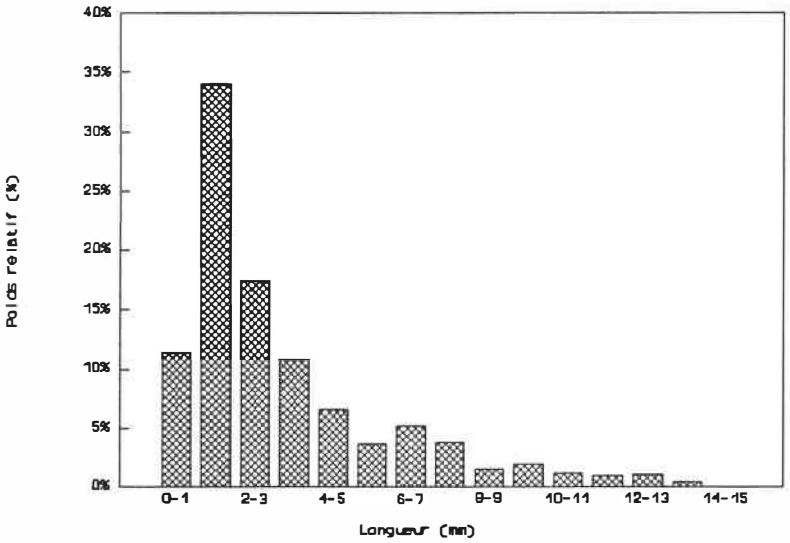


Figure C.23 Fin de pièce type 2 - Clapet et buse modifiés V. inj. = PV3; V. vis = 10 tr/mn.; T^{o}_{moule} = 70°C. $T^{o}_{mat.}$ = 230°C.

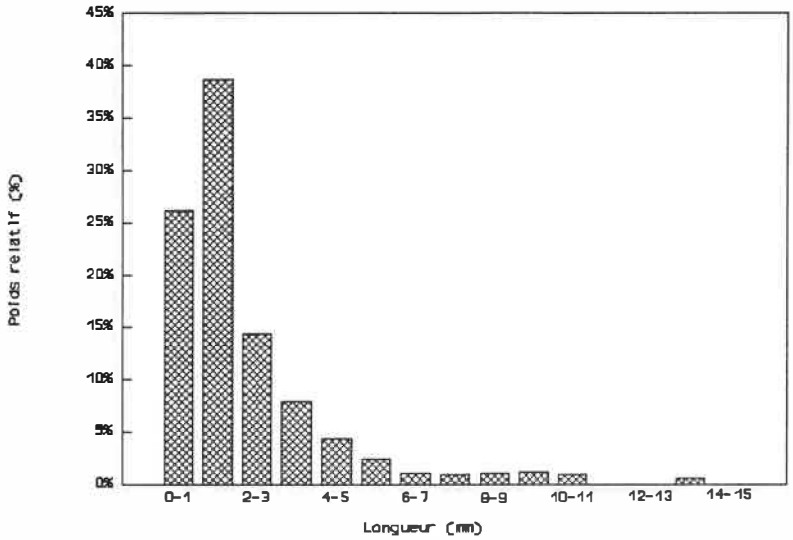


Figure C.24 Fin de pièce type 2 - Clapet et buse modifiés
Concentration = 40%
Paramètres finaux (voir Fig. C.23)

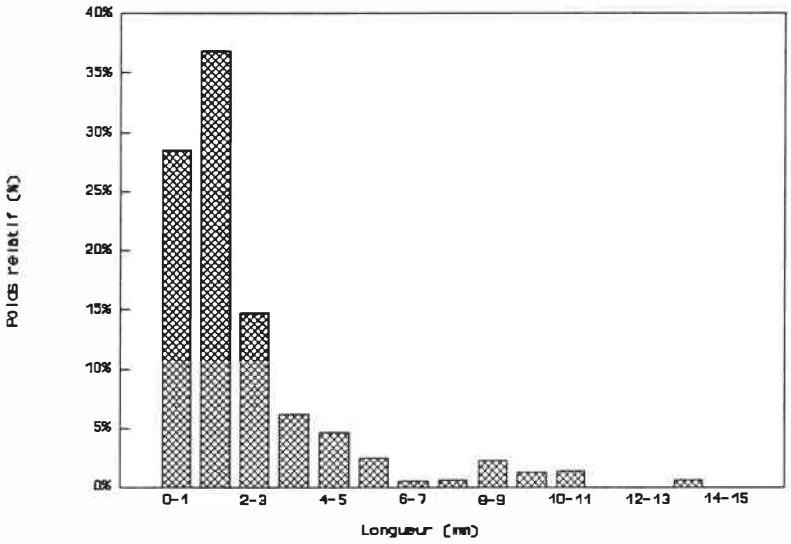


Figure C.25 Fin de pièce type 2 - Clapet et buse modifiés
Concentration = 50%
Paramètres finaux (voir Fig. C.23)

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL
3 9334 00290752 3