

EFFET DE L'HUMIDITE SUR LES PROPRIETES MECANIQUES DU POLYMERE THERMOPLASTIQUE TAKMID PA6

B. GUERIRA¹, N. DERIAS², S. DERFOUF³, M. HADID⁴

¹UMKB/FST/LLGM, BP 145 RP, 07000 Biskra, Alger-Algérie, guerirabelhi04@yahoo.fr

²UMKB/FST/LLGM, BP 145 RP, 07000 Biskra, Alger-Algérie, n.derias@univ.biskra.dz

RÉSUMÉ

Les matériaux polyamides de par leur comportement, possèdent des caractéristiques mécaniques modérées relativement à leur état initial tel que le polyamide de nomenclature technique PA6 et d'appellation commerciale Takmid. L'utilisation de ce matériau est étroitement liée à une connaissance détaillée de son comportement en service plus spécialement face au phénomène de vieillissement hygrothermique. La sensibilité à l'humidité est considérée comme étant une cause majeure responsable de la dégradation et de la chute des valeurs des propriétés mécaniques. La démarche de ce travail consiste à faire une poursuite de caractérisations afin de faire valoir le caractère de l'étude expérimentale mettant en évidence l'influence du paramètre de l'humidité sur les caractéristiques mécaniques.

Mots Clés: *Polymères thermoplastiques, vieillissement, comportement mécanique.*

NOMENCLATURE

Symboles :

E module de young, Gpa
Cp capacité calorifique, Jkg⁻¹K⁻¹
m₀ masse initial de l'échantillon
m_t masse de l'échantillon au cours temps t
M(%) gain massique en poureent
T température de fusion, C°
t temps
D coefficient de diffusion, ms⁻¹

Lettres grecques :

ρ masse volumique, kgm⁻³
ν coefficient de poisson,
σ_r contrainte, Mpa
ε déformation
λ_{th} conductivité thermique

Indices :

0 Initial
t au cours du temps
r rupture
% en pourcent

1. INTRODUCTION

Aujourd'hui les polymères thermoplastiques sont fréquemment utilisés dans le but de remplacer les structures solides métalliques durs, permettant un gain de masse important qui, couplé aux préoccupations actuelles en termes d'économie d'énergie, suggère un intérêt grandissant pour la substitution de structures métalliques industrielles ces matériaux sont essentiellement composée des matériaux composites et qui est le résultat de la composition d'au moins deux matériaux de catégories différentes [1]. Toutefois, ces structures en polymères devant répondre aux mêmes contraintes que les structures métalliques, une analyse approfondie de

leur comportement s'avère nécessaire, notamment pour s'assurer de leur tenue dans le temps selon leurs configurations dans leur réseau approprié [2]. Les débouchés industriels pour de tels matériaux sont donc étroitement liés à une meilleure connaissance de leur durabilité [3-5].

Les polyamides, sont couramment utilisés dans les structures industrielles, notamment dans le secteur automobile, où la substitution de pièces métalliques par des matériaux plus légers est devenue un avantage concurrentiel [6].

Les polymères thermoplastiques étant généralement sensibles à l'environnement, la prise en compte des effets du vieillissement, qu'il soit chimique ou physique, apparaît essentielle dans l'analyse de leur comportement [6].

2. MATERIEL ET DISPOSITIFS

2.1. Matériau et méthode

Cette partie décrit le dispositif mis en place pour nos essais. Ces essais ont été effectués au Hall technologique du département mécanique faculté des sciences et de la technologie université de BISKRA. Le mode de préparation des éprouvettes ainsi que la description du protocole expérimental y sont également détaillés. Le matériau étudié est le Polyamide de marque Takmed PA6 sous forme de plaque blanche d'épaisseur 07 mm de dimension 400 x 600 (figure 1). Ces caractéristiques physiques et mécaniques sont résumées dans le tableau 1 :

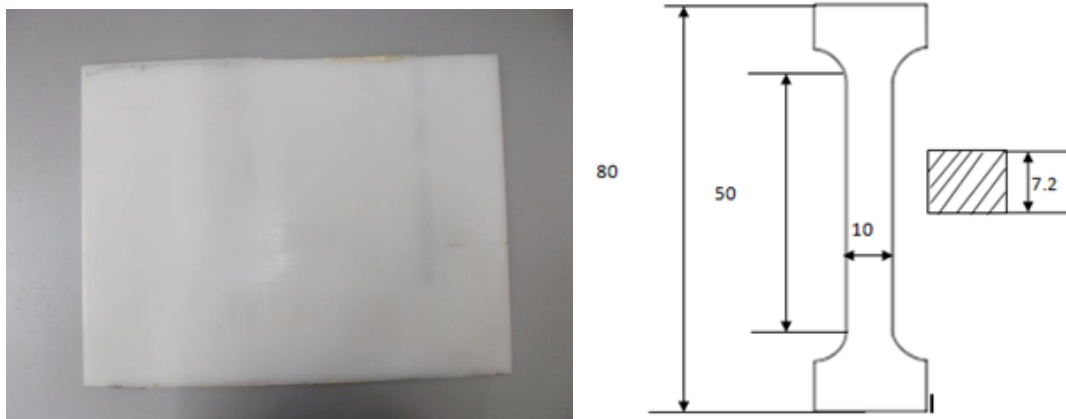


FIGURE 1. Dimension de l'éprouvette

E (Gpa)	C _p (J/kgK)	λ _{th} (W/m/K)	ν	ρ	T	Absorption de l'eau (%)
3.3	4179	0.25	0.35-0.41	1.14	220	8.5

TABLEAU 1. Caractéristique physiques et mécaniques du PA6 [7]

2.1.1 Préparation des éprouvettes

Les essais de traction uniaxiale sont réalisés sur des éprouvettes normalisées découpées directement à partir des plaques, à l'aide d'une Scie électrique circulaire à table et ensuite usinée par la commande numérique EMCO. Les dimensions de l'éprouvette sont représentées dans la Figure 2. Les éprouvettes provenant de la plaque de polyamide PA6 vierge sont soumises au vieillissement physique pendant cinq semaines au contact de solutions d'eau distillée.

2.1.2 Interaction physique eau /matériau

L'interaction physique du matériau avec l'eau est liée à l'absorption de l'eau dans le polymère. Nous étudierons les propriétés d'absorption d'eau dans le polymère, puis les conséquences de cette absorption sur les propriétés de ce matériau [7-9]. Deux grandeurs caractérisent l'absorption d'eau : la concentration d'eau à l'équilibre dans le matériau et la diffusivité. Dans la plupart des études, on fait l'hypothèse d'un processus de diffusion fickien [5, 7]. Une représentation schématique de la courbe $m_t/m_0 = f(\sqrt{t})$ est donnée par la figure .3. C'est une fonction linéaire en début d'absorption et qui s'incurve au moment de la saturation, quand le matériau se met en équilibre avec l'environnement.

2.1.3 Suivi gravimétrique des cinétiques d'absorption d'eau

Le suivi gravimétrique est une méthode classique pour suivre le vieillissement d'un matériau en milieu aqueux. Un protocole très précis pour le prélèvement, le séchage superficiel et la pesée doit être mis au point. En effet, cette méthode nécessite une grande précision et une bonne répétabilité, car en fonction du séchage, la masse de l'échantillon pesé peut varier dans des proportions importantes.

Chaque échantillon d'environ 11.86 mg, préalablement séché, est pesé (masse m_0) puis immergé de nouveau dans un bac en verre (température ambiante) contenant de l'eau distillée. les prélèvements sont effectués périodiquement. Le temps de la pesée (d'environ 1 minute après la sortie du bain) est considéré suffisamment court pour que l'évaporation d'eau soit négligeable. Avant chaque pesée, la couche d'eau éventuelle à la surface de l'échantillon est éliminée à l'aide d'un papier absorbant.

Le pourcentage de gain massique au temps t est calculé selon l'équation (1) suivante [6-10]

$$M_t(\%) = \frac{m_t - m_0}{m_0} * 100 \quad (1)$$

m_0 et m_t sont respectivement la masse initiale et la masse de l'échantillon au temps t .

La relation expérimentale de l'évolution spatiale et temporelle de la concentration de solvant lorsque $(m_t/m_{sat}) < 0.5$ (temps courts) s'écrit sous la forme suivante m_{sat} étant la masse à saturation. Cette expression est valable uniquement dans la partie linéaire initiale de la courbe. L'évolution de la prise de masse à l'instant t par rapport à la prise de masse à saturation est donc tracée pour le polyamide en fonction de la racine carrée du temps (Figure 2). L'allure de la courbe suggère une diffusion à une phase en adéquation avec le modèle de Fick. Le coefficient de diffusion D du polyamide est calculé à partir de l'équation (1).

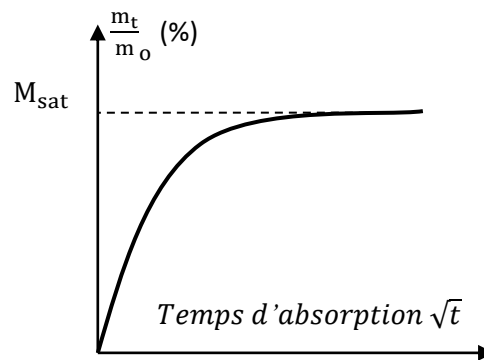


FIGURE 2. Courbe d'absorption Fickienne

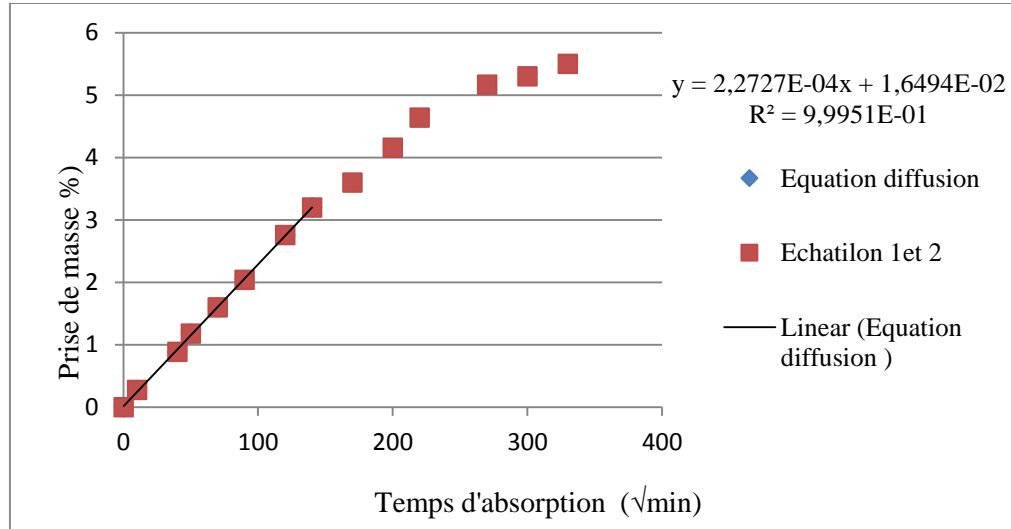


FIGURE 3. Evolution de la prise de masse des échantillons immergés dans l'eau distillée à température ambiante en fonction du temps

La première partie de la courbe représente la phase de diffusion de l'eau dans le polyamide. Sa pente permet de déterminer à partir de l'équation 1, le coefficient de diffusion de l'eau dans le polyamide. Il est égal à $0,259839E^{-12}$ m/sec. Les valeurs de ce coefficient relevées dans la littérature sont usuellement comprises entre 0.1^{-12} et 10.10^{-12} m.s⁻¹ pour un polymère d'immersion en milieu humide. Ces résultats expérimentaux constitueront la référence expérimentale pour le vieillissement des éprouvettes utilisées pour étudier le comportement mécanique du PA6 en fonction de l'humidité. Dans un souci de reproductibilité de nos résultats, nous choisirons de solliciter les éprouvettes lorsque leur prise de masse se situera entre le minimum et le maximum défini par la courbe de la Figure 3.

Le dispositif d'essai utilisé pour Les essais de traction ont été effectués sur une machine de traction universelle INSTRON dont la capacité maximale de charge est de 50 KN. Elle permet d'effectuer des essais à une vitesse de déplacement de 2 mm/min. Elle est reliée à un ordinateur autorisant le lancement des essais et l'acquisition des données par le logiciel d'interface de la machine appelé Blue Hill3. Ce logiciel permet le pilotage d'essais à vitesse de déformation imposée ou à vitesse de charge imposée ainsi que la programmation de cycles complexes. C'est le mode de pilotage en vitesse de déformation nominale imposée qui a été utilisé pour nos essais pendant la phase de chargement. L'éprouvette est placée au centre des mors supérieur et inférieur. Ceci reste fixe pendant l'essai. Le déplacement du mors supérieur est contrôlé par le logiciel Blue Hill3. C'est dans ce logiciel que l'on a défini au préalable les différentes étapes des essais et que l'on récupère aussi le déplacement de la traverse et l'effort associé avec une fréquence d'acquisition préprogrammée. Tous nos essais sont effectués à température ambiante et pour des vitesses de déformations quasi statiques. La figure 4. Illustre le dispositif expérimental mis en place, avec un détail des différents éléments



FIGURE 4. Dispositif de l'essai de traction uniaxiale

3. RESULTATS

Les tests de traction uniaxiale du PA6 sec permettent de déterminer les grandeurs caractéristiques mécaniques : module de traction, seuil d'écoulement, allongement et contrainte à la rupture pour chacun des deux matériaux.

Sur les graphes suivants est présentée l'allure générale de la courbe rationnelle contrainte-déformation pour un essai à vitesse de déformation constante ($6,67 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$).

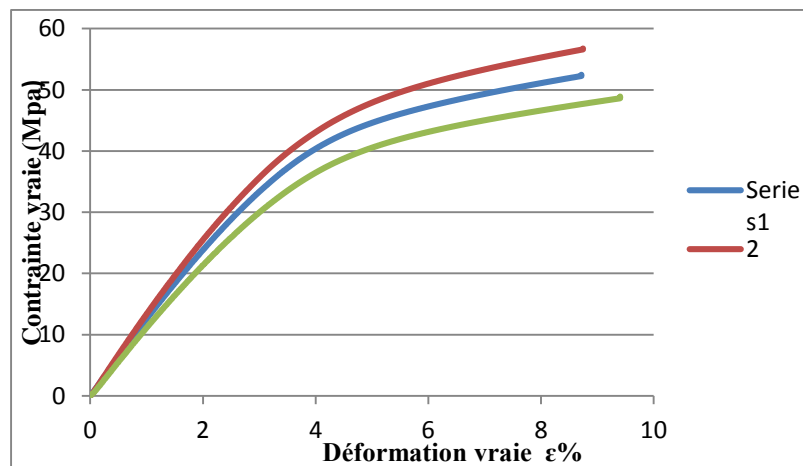


FIGURE 5. Courbe contrainte – déformation échantillon neuf

La figures 5 illustre la réponse du PA6 à un essai de traction uniaxiale jusqu'à une déformation de 9.24% à température ambiante.

D'après les courbes de la figure 5 on obtient les caractéristiques mécaniques présentées au tableau 2.

Caractéristiques mécaniques du PA6	E (Mpa)	1268
	σ_r (Mpa)	46.128
	ε_r (%)	9.5

TABLEAU 2. Propriétés mécaniques en traction uniaxiale

Après avoir caractérisé le matériau polyamide à l'état initial non vieilli, la suite de l'étude est focalisée sur l'évolution des propriétés lorsque ce matériau est immergé dans l'eau. L'étude du vieillissement se fera sous un seul aspect.

4. 1 Résultats des testes mécaniques des éprouvettes vieilles

Les résultats des essais concernant le PA 6, pour différentes durée de vieillissement à température ambiante, sont représentés sur le tableau 3.

D'après les essais de traction réalisés sur 12 éprouvettes dont la durée de vieillissement varie de 4 à 28 jours ; on obtient les caractéristiques mécaniques portées sur le tableau 3. Pour simplifier, on se limitera à la présentation de deux courbes (fig. 6 et 7), pour lesquelles les caractéristiques mécaniques sont données par la troisième colonne (correspondant à 4 jours) et la dernière (à 28 j.).

Temps de vieillissement	0	4 jours	8 jours	12jours	16jours	24jours	28jours
Module de Young (MPa)	1268	763.35	779.8	404.9	674.1	433.15	527.95
Déformation élastique (%)	2.12	0.12819	0.31341	0.36563	0.30768	0.307525	0.307215
Contrainte maximale (MPa)	52	52.67964	54.1348	49.0003	50.1025	40.2041	41.20414
Contrainte à la rupture (MPa)	46.128	43.9667	42.342525	40.53797	40.4980	4.25625	3.8337
Déformation à la rupture (%)	9.5	2.34205	1.1265	1.98205	1.26428	2.45798	2.66888

TABLEAU3. Différentes valeurs de comportement mécanique pour différents temps de vieillissement

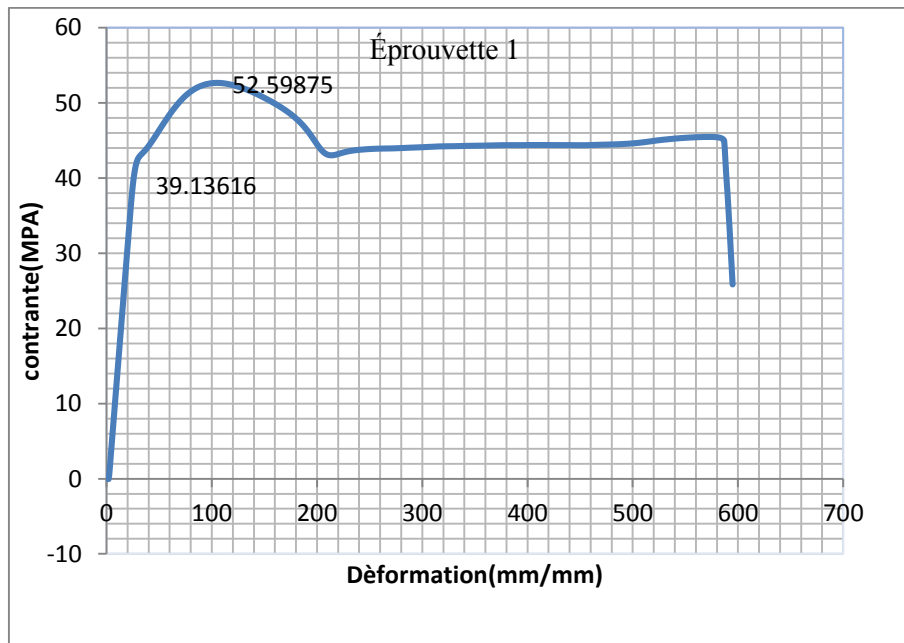


FIGURE 6. Courbe contrainte – déformation du PA 6 vieilli 4 jours

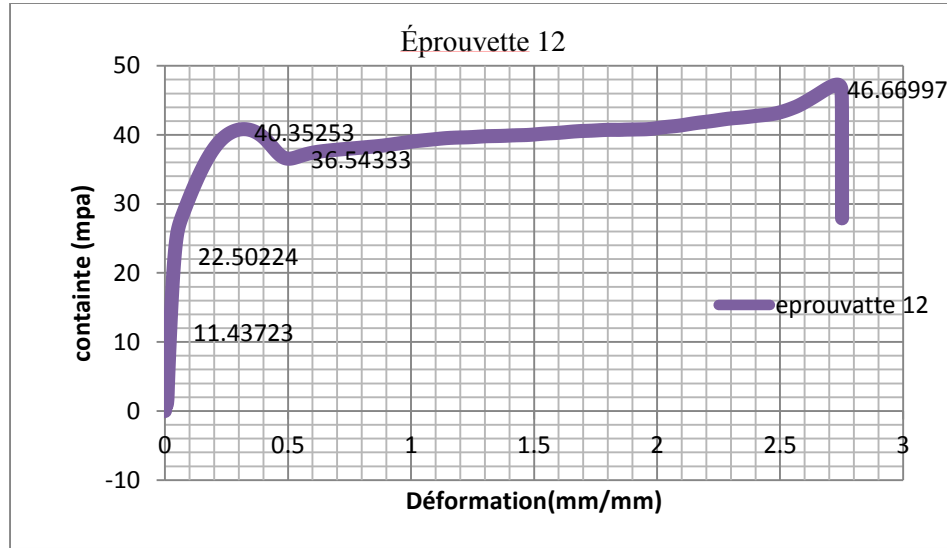


FIGURE 7. Courbe contrainte –déformation du PA 6 vieilli 28 jours

5. Discussion

5.1 L'influence de l'humidité sur la déformation

La figure (8) montre l'influence de l'humidité sur la déformation, durant la période de vieillissement. Qui représente les résultats de déformation par rapport du temps collectées durant 28 jours des échantillons de polyamide (PA6) immergés dans l'eau distillé on distingue que :

La première colonne qui représente le PA6 sèche 5.4% ou la déformation à la rupture est très élevés par rapport au PA6 immergé dans l'eau 2.3%.

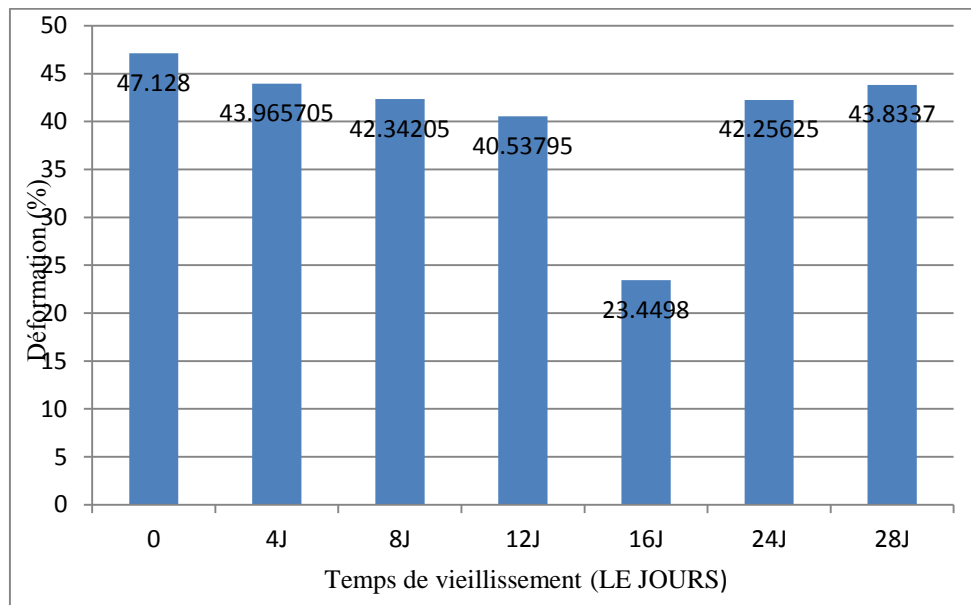


FIGURE 8. Influence du temps de vieillissement sur la contrainte à la rupture

5.2. L'influence de l'humidité sur la contrainte

La figure 9 représente la contrainte à la rupture ; qu'est inversement proportionnelle avec la proportion d'absorption d'eau en polymère PA6 durant les jours des essais (28 jours) le comportement de la matière devient fragile avec l'augmentation de la quantité d'eau absorbé.

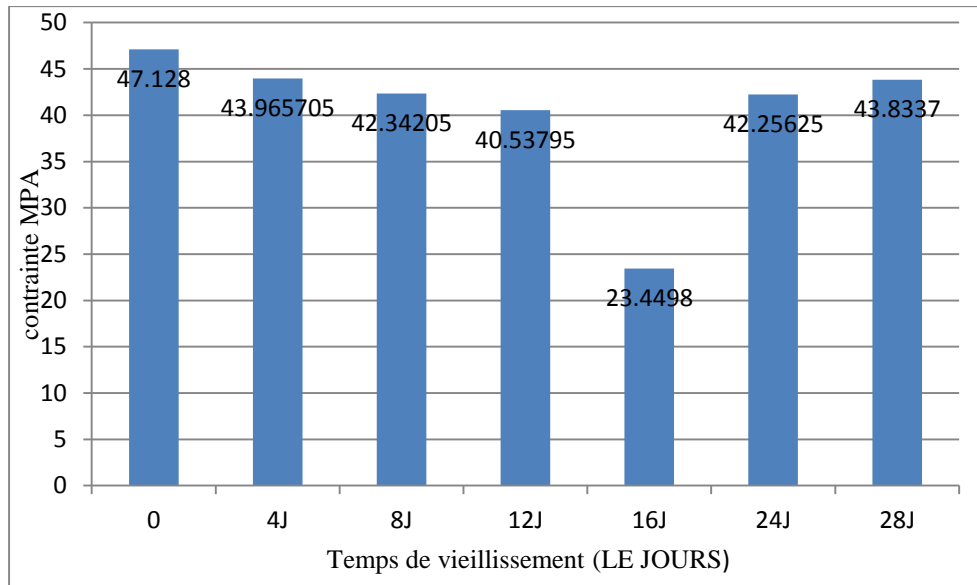


FIGURE 9. Influence du temps de vieillissement sur la contrainte à la rupture

5.3. L'influence de l'humidité sur le module de Young

La figure 10 montre que la diminution du module de Young avec l'augmentation de la quantité d'eau absorbé

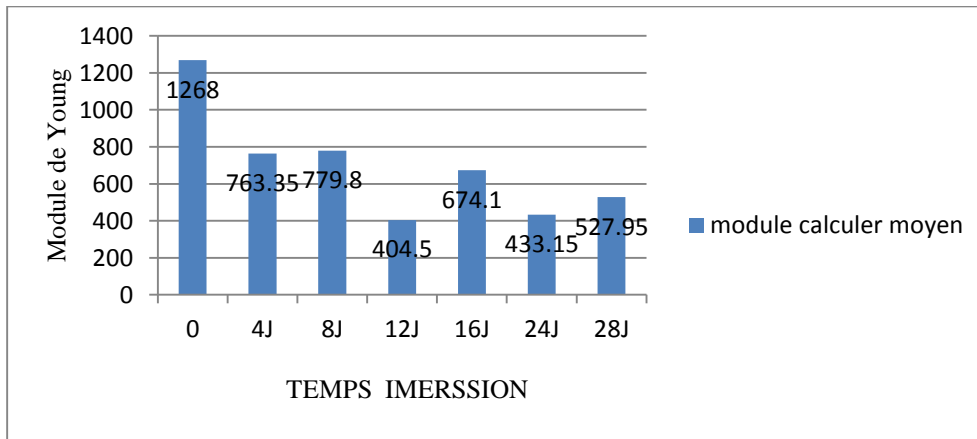


Figure 10 : Influence du temps de vieillissement sur le module de Young

6. Conclusion

Les résultats obtenus montrent que l'immersion de l'échantillon dans l'eau distillée provoque le vieillissement du polyamide PA6 insaturé pour des temps courts d'immersion, l'absorption suit la loi de Fick.

D'après l'étude de l'influence de l'humidité sur le comportement mécanique et selon la courbe montrant la quantité d'eau absorbée au cours de des essais. Il a été observé une baisse des caractéristiques mécaniques des échantillons avec le temps de vieillissement allant de 4 à 28 jours, et à température ambiante. On a constaté ainsi une baisse de 68% du module de Young E (qui passe 1268 à 404 MPa), la contrainte à la rupture σ_r passe de 47.13 à 23.45 MPa ce qui constitue une baisse de 50%, de même, on a enregistré une baisse de 6% de la déformation à la rupture ϵ_r . Ce phénomène, de dégradation des propriétés mécaniques, s'explique par la pénétration des molécules d'eau dans la structure (polymère) brisant les liaisons secondaires de type Van der Waals ou les liaisons hydrogènes entre les groupes polaires des chaînes macromoléculaires voisines venant se lier préférentiellement à une molécule d'eau. La rupture des liaisons entre les chaînes, qui assuraient en bonne partie la rigidité du matériau, va permettre une augmentation de mobilité des chaînes ou des segments de chaînes macromoléculaires. Cette mobilité accrue a des conséquences sur les propriétés mécaniques du polymère.

REFERENCES

- [1] Mercier, J. P., Zambelli, G., & Kurz, W. (1999). Introduction à la science des matériaux (Vol. 1). PPUR presses polytechniques.
- [2] Agassant, J. F., & Haudin, J. M. (2012). Mise en forme des polymères thermoplastiques. Matières plastiques, Propriétés, mise en forme et applications industrielles des matériaux polymères, Pages-53.
- [3] Eyring, H. (1936). Viscosity, plasticity, and diffusion as examples of absolute reaction rates. The Journal of chemical physics, 4(4), 283-291.
- [4] Bacharan, C. (1999). Étude de la relaxation structurale du poly (éthylène Terephthalate) par analyse enthalpique différentielle et courants thermostimulés. Thèse de doctorat.
- [5] Cohen, M. H., & Turnbull, D. (1959). Molecular transport in liquids and glasses. The Journal of Chemical Physics, 31(5), 1164-1169.
- [6] SAFA, H. L. Sorption–desorption of aromas on multi-use PET bottles. A test procedure. *Packaging Technology and Science*, 1999, vol. 12, no 1, p. 37-44
- [7] RAGOUBI, Mohamed. Contribution à l'amélioration de la compatibilité interfaciale fibres naturelles/matrice thermoplastique via un traitement sous décharge couronne. 2010. Thèse de doctorat. Nancy 1.
- [8] KAUSCH, Hans-Henning. Matériaux polymères: propriétés mécaniques et physiques. *PPUR presses polytechniques*, 2001.
- [9] Marque, G. (2009). Absorption de l'eau par les polymères (Doctoral dissertation, Université de Savoie).
- [10] LIM, H. S., MARGERUM, J. D., VERZWYVELT, S. A., et al. Degradation Mechanisms of Nylon Separator Materials for a Nickel- Cadmium Cell in KOH Electrolytes. *Journal of The Electrochemical Society*, 1989, vol. 136, no 3, p. 605-612
- [11] SHANAHAN, M. E. R. et AURIAC, Y. Water absorption and leaching effects in cellulose diacetate. *Polymer*, 1998, vol. 39, no 5, p. 1155-1164.
- [12] CRANK, J. The mathematics of diffusion. Clarendon–Oxford university press. 1975
- [13] BARR, Christopher D., GIACIN, Jack R., et HERNANDEZ, Ruben J. A determination of solubility coefficient values determined by gravimetric and isostatic permeability techniques. *Packaging Technology and Science*, 2000, vol. 13, no 4, p. 157-167.