TABLE DES MATIÈRES

Page

INTRODUCTION 1

CHAPITRE 1 REVUE DE LA LITÉRATTURE 3
1.1 Introduction aux polymères 3
1.1.1 Structure 3
1.1.2 Classification 4
1.1.2.1 Polymère amorphe ou cristallin 4
1.1.2.2 Polymère thermoplastique, thermodurcissable ou élastomère 6
1.2 Propriétés en traction des polymères 7
1.2.1 Courbe contrainte-déformation 7
1.2.2 Mécanismes de rupture 10
1.2.2.1 Bandes de cisaillement 10
1.2.2.2 Craquelures 11
1.2.2.3 Déformation des polymères semi-cristallins 12
1.2.3 Théorie de l'endommagement 13
1.2.4 Effet de la température sur les propriétés en traction 15
1.2.4.1 Comportement général 15
1.2.4.2 Modèle de Chamis 16
1.3 Fatigue des polymères 16
1.3.1 Introduction à la fatigue 16
1.3.2 Mécanismes de rupture en fatigue 18
1.3.3 Effet hystérésis 20
1.4 Cas particulier du PLA 20
1.4.1 Introduction au PLA 20
1.4.2 Propriétés en traction du PLA 22
1.4.3 Fatigue du PLA 26
1.5 Problématique et objectifs de l'étude 27

CHAPITRE 2 ESSAIS PRÉLIMINAIRES 29
2.1 Introduction 29
2.2 Méthodologie 29
2.2.1 Fabrication des éprouvettes 29
2.2.2 Paramètres d'essais 30
2.2.3 Observation des faciès de rupture 32
2.3 Résultats 33

CHAPITRE 3 MÉTHODOLOGIE 41
3.1 Préparation des éprouvettes 41
3.1.1 Matériel 41
3.1.2 Moulage par injection 41
3.1.3 Conditionnement des éprouvettes 42

3.2 Méthode de test 42
3.2.1 Essai de traction monotone à hautes températures 42
3.2.1.1 Paramètres d'essai 43
3.2.1.2 Machine d'essai 44
3.2.1.3 Extensomètre 45
3.2.1.4 Exploitation des résultats 45
3.2.2 Essais de fatigue en traction 46
3.2.2.1 Essais de traction préliminaires 46
3.2.2.2 Paramètres d'essai 46
3.2.2.3 Machine d'essai 47
3.2.2.4 Mise en place de l'éprouvette 48
3.2.2.5 Exploitation des résultats 49
3.2.3 Observation des faciès de rupture au MEB 49

CHAPITRE 4 RÉSULTATS ET DISCUSSION 51
4.1 Essais de traction 51
4.1.1 A température ambiante 51
4.1.2 A hautes températures 53
4.1.3 Modèle de Chamis 56
4.1.4 Théorie de l'endommagement 56
4.2 Essais de fatigue 58

CONCLUSION 65

RECOMMANDATIONS 67

ANNEXE I FACIÈS DE RUPTURE – 1ÈRE SÉRIE D'ESSAIS 69

ANNEXE II FICHE TECHNIQUE DU PLA INGEO™ 2500HP DE NATUREWORKS 73

ANNEXE III MESURE DES EPROUVETTES 74

ANNEXE IV PROGRAMME MATLAB 76

ANNEXE V FACIÈS DE RUPTURE – MEB 77

BIBLIOGRAPHIE 81

LISTE DES TABLEAUX

Page

Tableau 1.1 Propriétés de 6 grades de PLA de NatureWorks® LCC.....22

Tableau 1.2 Propriétés mécaniques du PLA, PS, i-PP et PET
Tiré de Carrasco et al. (2010) 23

Tableau 1.3 Propriétés physiques et mécaniques du PLLA, PS et PET
Tiré de Anderson, Schreck et Hillmyer (2008).....23

Tableau 1.4 Propriétés mécaniques de plusieurs biopolymères
Adapté de Van de Velde et Kiekens (2002).....24

Tableau 2.1 Températures d'injection du PLA 30

Tableau 2.2 Dimensions et tolérances d'une éprouvette de Type IV
Tiré de ASTM D638-10, 2010, p.3.....31

Tableau 2.3 Propriétés en traction du PLA issus des essais préliminaires 33

Tableau 2.4 Fatigue du PLA - Première série d'essais.....34

Tableau 2.5 Liste des causes pouvant mener à une forte dispersion des
résultats de fatigue 35

Tableau 2.6 Fatigue du PLA - Seconde série d'essais 38

Tableau 3.1 Dimensions et tolérances d'une éprouvette de Type I
Tiré de ASTM D638-10, 2010, p.3.....43

Tableau 3.2 Paramètres des essais de fatigue 47

Tableau 4.1 Synthèse des résultats de traction à température ambiante.....52

Tableau 4.2 Synthèse des résultats de traction à hautes températures.....54

Tableau 4.3 Taux de rétention des propriétés mécaniques 56

Tableau 4.4 Théorie de l'endommagement Contraintes maximales 58

Tableau 4.5 Résultats des essais de fatigue du PLA par taux de
charge en % de σ_m.....60

LISTE DES FIGURES

Page

Figure 1.1 Exemple de monomère (éthylène) 3

Figure 1.2 Exemple de motif (polyéthylène).....3

Figure 1.3 Structure amorphe Tiré de Gérard ZUMBIEHL, 2003.....5

Figure 1.4 Structure semi-cristalline Tiré de Gérard ZUMBIEHL, 2003 5

Figure 1.5 Courbes contrainte-déformation typiques des polymères.....7

Figure 1.6 Influence de la température sur la courbe contrainte-déformation du PMMA Tiré de Carswell et Nason (1944).....9

Figure 1.7 Définitions de E, σ_m et σ_u.....9

Figure 1.8 Bandes de cisaillement dans du PS à 20°C sollicité en compression Tiré de Quinson et al. (1997).....10

Figure 1.9 Fissures et craquelures sur une éprouvette de traction sollicité dans la direction 1 Tiré de Etienne et David (2012), p.317 11

Figure 1.10 Propagation d'une craquelure Tiré de Etienne et David (2012), p.320.....11

Figure 1.11 Mécanismes de déformation des polymères semi-cristallins Tiré de Mercier, Zambelli et Kurz (1999), p.330 13

Figure 1.12 Principe d'équivalence en déformation 14

Figure 1.13 Variation du module d'élasticité en fonction de la température Tiré de Biron (2007), p.156 15

Figure 1.14 Paramètres d'un essai de fatigue Tiré de Hertzberg, Vinci et Hertzberg (2012), p.505.....17

Figure 1.15 Allure de la courbe S-N 18

Figure 1.16 Propagation du front de fissure lente (b) et rapide (a) Tiré de Hertzberg, Vinci et Hertzberg (2012).....19

Figure 1.17 Nombre d'articles publiés par année Web of Science, TI=(PLA OR "polylactic acid" OR "acide polylactique") 21

Figure 1.18 Acide poly-lactique 21

Figure 1.19 Allongement à la rupture en fonction du temps d'exposition à une température de 25°C (à gauche) et de 40°C (à droite) Tiré de Ho, Pometto et Hinz (1999).....25

Figure 1.20 Courbe S-N du PLA et du PLA renforcé à 3 et 30 Hz Tiré de Averett et al. (2011).....26

Figure 2.1 Presse à injection plastique Mini-Jector 55 29

Figure 2.2 Éprouvette de type IV Tiré de ASTM D638-10, 2010, p.4 30

Figure 2.3 Machine de traction statique MTS Alliance 31

Figure 2.4 Machine de fatigue MTS Bionix.....32

Figure 2.5 Courbes contrainte-déformation préliminaires du PLA à 23°C.....33

Figure 2.6 Faciès de rupture de l'éprouvette 001 Microscope optique Zone entourée : initiation de la fissure.....36

Figure 2.7 Éprouvette issue de la première série d'essais de fatigue 37

Figure 2.8 Éprouvettes issues de la seconde série d'essais de fatigue a. Aucun ponçage, b. Ponçage léger, c. Ponçage fort 38

Figure 3.1 Presse à injection plastique Sumito SE 50S.....41

Figure 3.2 Profil de température dans le fourreau.....42

Figure 3.3 Éprouvette de Type I Tiré de ASTM D638-10, 2010, p.3 43

Figure 3.4 Machine de traction MTS Insight 44

Figure 3.5 Machine de fatigue MTS 47

Figure 3.6 Schéma des charges appliquées à l'éprouvette.....48

Figure 4.1 Courbes contrainte-déformation du PLA à 23°C.....51

Figure 4.2 Courbes contrainte-déformation du PLA à 31, 44 et 52°C.....53

Figure 4.3 Module d'élasticité et résistance à la traction du PLA en fonction de la température 55

Figure 4.4 Théorie de l'endommagement - Relevé des données 57

Figure 4.5 Théorie de l'endommagement Courbe contrainte déformation.....57

Figure 4.6 Courbe de Wöhler du PLA 59

Figure 4.7 Faciès de rupture du PLA à 75% (MEB) a. Face 1; b. Face 2 61

Figure 4.8 Zone lisse du faciès de rupture du PLA 62

Figure 4.9 Zone rugueuse du faciès de rupture du PLA.....62

Figure 4.10 Faciès de rupture en torsion du PLA.....63

Rapport-Gratuit.com

LISTE DES ABRÉVIATIONS, SIGLES ET ACRONYMES

ASTM	American society for testing and materials
E	Module d'élasticité, ou module d'Young
F	Force
F_{max}	Force maximale
I	Indice de répétabilité
i-PP	Polypropylène isostatique
L_0	Longueur utile initiale
m	Nombre d'observations
MEB	Microscope électronique à balayage
MPT	MultiPurpose Testware
n	Degré de polymérisation
N	Nombre de cycles
PCL	Polycaprolactone
PET	Polyéthylène téréphtalate
PGA	Acide polyglycolique
PHB	Polyhydroxybutyrate
PLA	Acide poly-lactique
PMMA	Poly(méthacrylate de méthyle)
PS	Polystyrène
PTFE	Polytétrafluoroéthylène
R	Rapport de charge

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

s	Écart-type
$s\%$	Écart-type relatif
S	Surface
S_0	Surface utile initiale
T	Température
T_g	Température de transition vitreuse
X	Valeur d'une propriété
$\overline{X}$	Valeur moyenne d'une propriété
X_{max}	Valeur maximale d'une propriété
X_{min}	Valeur minimale d'une propriété
ε	Déformation
ΔL	Allongement
σ	Contrainte
σ_m	Résistance à la traction
σ_{max}	Contrainte maximale
σ_{min}	Contrainte minimale
σ_{moy}	Contrainte moyenne
σ_u	Résistance à la rupture

LISTE DES SYMBOLES ET UNITÉS DE MESURE

UNITÉS GÉOMÉTRIQUES

Unités de longueur

m	Mètre
mm	Millimètre
cm	Centimètre
µm	Micromètre
nm	Nanomètre

Unité d'angle

°	Degré

UNITÉS DE TEMPS

h	Heure
min	Minute
s	Seconde

UNITÉS DE VITESSE

mm/min	Millimètre par minute
tr/min	Tour par minute
mm/s	Millimètre par seconde

UNITÉS MÉCANIQUES

Unités de force

N	Newton
kN	Kilonewton

Unités de pression

Pa	Pascal
MPa	Mégapascal
GPa	Gigapascal
Bar	Bar

Unité de fréquence

Hz	Hertz

UNITÉS DE TEMPÉRATURE

°C	Degré Celsius

UNITÉS ÉLECTRIQUES

V	Volt
kV	Kilovolt

INTRODUCTION

Alors que les enjeux environnementaux sont au cœur des débats actuels, les industries sont en recherche constante de nouvelles solutions plus respectueuses de l'environnement, aussi bien en termes de procédés de fabrication que de matériaux utilisés. Le remplacement des matières premières fossiles par des biomatériaux s'inscrit donc tout naturellement dans cette démarche. Pour ce faire, il est primordial de trouver des bio-polymères ayant des propriétés mécaniques, thermiques, électriques ou encore optiques similaires à celles des polymères usuels tels que le polyéthylène, le polystyrène ou encore le polypropylène.

C'est dans cette optique que cette recherche est menée sur l'acide poly-lactique (PLA), deuxième bio-polymère le plus produit au monde (European-Bioplastics, IfBB et Nova-Institute, 2014). Ses propriétés ont déjà été largement étudiées (Garlotta, 2001; Sin, Rahmat et Rahman, 2012) mais quelques lacunes subsistent lorsqu'il s'agit de connaitre les propriétés mécaniques du PLA à différentes températures ou encore lorsqu'il est question de sa tenue en fatigue.

Cette recherche se propose donc d'étudier l'influence de la température sur les propriétés mécaniques en traction du PLA ainsi que le comportement en fatigue de ce polymère. Deux objectifs principaux sont avancés dans le cadre de cette étude. Le premier est la caractérisation des propriétés en traction du PLA à différentes températures, comprises entre la température ambiante et la température de transition vitreuse du PLA. Le second est la détermination de la tenue en fatigue du PLA ainsi que les mécanismes de rupture qui lui sont attribués. Seul le comportement en fatigue traction-traction à température ambiante est étudié ici.

Ce mémoire comporte 4 parties. Le premier chapitre, à caractère bibliographique, présente les polymères ainsi que leurs propriétés en traction, définit la fatigue des polymères puis se penche sur le cas plus particulier du PLA.

Le second chapitre traite des travaux préliminaires ayant permis d'aboutir à la méthodologie définitive détaillée dans le troisième chapitre.

Le troisième chapitre développe la méthodologie mise en place dans le but d'atteindre les objectifs fixés. La méthode de fabrication des éprouvettes et les différents protocoles d'essais y sont notamment décrits.

Le quatrième et dernier chapitre présente les résultats obtenus lors des essais, et les compare à ceux relevés dans la littérature et évoqués dans le premier chapitre.

CHAPITRE 1

REVUE DE LA LITÉRATTURE

1.1 Introduction aux polymères

1.1.1 Structure

Afin de comprendre la structure et la construction d'un polymère, il est important de définir dans un premier temps ce qu'est un monomère.

Un monomère est une molécule constituée d'éléments simples (voir Figure 1.1), ayant une faible masse moléculaire. Le plus souvent, les monomères sont organiques, c'est-à-dire que leur noyau est constitué d'atomes de carbone.

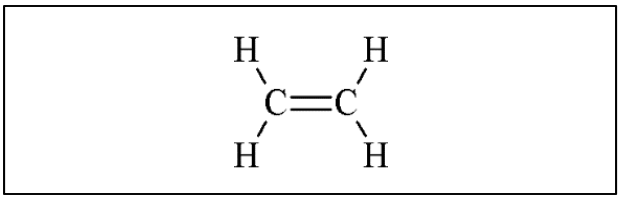

Figure 1.1 : Exemple de monomère (éthylène)

Lors de l'opération de polymérisation, les atomes de carbone libèrent un électron afin de se lier à un autre monomère par une liaison forte (liaison covalente). Le monomère est donc un motif, qui, répété plusieurs fois, forme un polymère (voir Figure 1.2) à haute masse moléculaire.

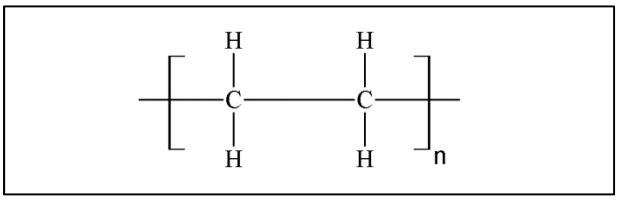

Figure 1.2 : Exemple de motif (polyéthylène)

L'indice *n* indique le nombre de répétitions du motif et est appelé degré de polymérisation. Il peut varier de quelques dizaines à plusieurs milliers. Plus ce nombre est grand, plus la chaine macromoléculaire formée est longue. De plus, un polymère peut résulter de l'assemblage d'un seul type de motif (homopolymère), ou de plusieurs types de motif (copolymère).

Un matériau polymère est donc constitué de chaines moléculaires de tailles différentes. Celles-ci sont liées entre elles par des liaisons faibles de type Van Der Waals, ionique ou pont hydrogène.

La structure chimique des polymères donne lieu à une classification de ces matériaux en différentes familles, dont certaines sont détaillées dans la partie suivante.

1.1.2 Classification

Les matériaux polymères peuvent être regroupés selon de nombreux critères : leurs propriétés (mécaniques, thermiques, électriques,…), leur origine (polymères naturels ou synthétiques), leur structure chimique, etc. Seules les deux catégories les plus courantes sont détaillées ici.

1.1.2.1 Polymère amorphe ou cristallin

La cristallisation des polymères représente l'aptitude des chaines macromoléculaires à se ranger les unes par rapport aux autres. Le taux de cristallinité, quant à lui, indique le degré d'ordre au sein du matériau. Il peut varier de 0% (polymère amorphe) à 100% (monocristal). Entre les deux, le polymère est dit semi-cristallin. Le plus souvent, le taux de cristallinité n'excède pas les 60%, même s'il existe quelques exceptions (ex : le PTFE plus connu sous le nom de Teflon® dont le degré de cristallinité peut atteindre 98%).

Dans un polymère amorphe, les chaines macromoléculaires sont enchevêtrées aléatoirement et aucun ordre n'existe au sein de la matière (Figure 1.3).

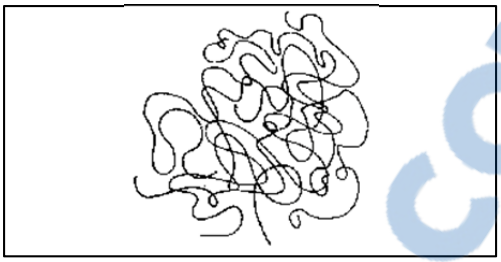

Figure 1.3 : Structure amorphe
Tiré de Gérard ZUMBIEHL, 2003

Ce désordre est également présent dans les polymères semi-cristallins, mais il cohabite avec des zones cristallines au sein desquelles des portions de chaines s'alignent parallèlement les unes par rapport aux autres, tel que sur la Figure 1.4.

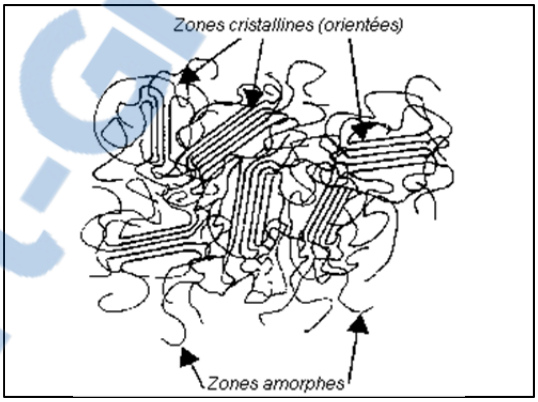

Figure 1.4 : Structure semi-cristalline
Tiré de Gérard ZUMBIEHL, 2003

La cristallisation d'un polymère dépend de la mobilité de ses chaines macromoléculaires. Ainsi, plus les chaines sont constituées de motifs simples, plus la cristallisation sera facile. A l'inverse, la présence de réticulations et/ou de motifs encombrants augmente la rigidité des chaines et rend la cristallisation plus difficile.

La température, la vitesse de refroidissement et le temps ont également une influence sur la cristallisation des polymères.

Rapport-Gratuit.com

1.1.2.2 Polymère thermoplastique, thermodurcissable ou élastomère

Tout d'abord, il convient de donner une explication sur la transition vitreuse des polymères. La transition vitreuse correspond au passage de l'état solide à l'état visqueux du matériau, et intervient à la température de transition vitreuse, T_g. Lors de la transition vitreuse, des modifications importantes des propriétés du polymère surviennent. Par exemple, lorsque la température d'un polymère dépasse T_g, celui-ci devient souple et peut subir une très grande déformation élastique ou plastique avant de se rompre.

Les polymères thermoplastiques et thermodurcissables, utilisés à l'état solide, ont généralement une température de transition vitreuse supérieure à la température ambiante, contrairement aux élastomères exploités pour leur souplesse et leur élasticité au-deçà de T_g.
Un polymère thermoplastique est un polymère qui peut être chauffé puis refroidi de façon répétée sans dégradation majeure. Il peut donc être mis en forme plusieurs fois et se recycle facilement. Généralement, les chaines macromoléculaires de ce type de polymère sont linéaires et liées entre elles par des liaisons faibles.

Un polymère thermodurcissable, quant à lui, subit une transformation chimique irréversible lors de sa polymérisation. Il ne peut être mis en forme qu'une seule fois. En effet, lorsqu'il polymérise, le polymère thermodurcissable crée des chaines macromoléculaires fortement réticulées et liées entre elles par des liaisons fortes qui ne pourront être cassées par la suite. Chauffer un thermodurcissable après sa mise en forme conduit à la détérioration, voire à la destruction du polymère.

Contrairement aux deux types de polymère cités précédemment, les élastomères sont exploités pour leur caractère caoutchoutique qui leur confère une grande aptitude à se déformer et à recouvrer leur état initial par la suite. La structure macromoléculaire des élastomères peut être semblable à celle d'un thermoplastique ou à celle d'un thermodurcissable.

La structure chimique des polymères régit les propriétés mécaniques de ceux-ci. La partie suivante a pour but de détailler le comportement en traction des polymères.

1.2 Propriétés en traction des polymères

1.2.1 Courbe contrainte-déformation

La courbe contrainte-déformation représente le comportement d'un matériau soumis à un déplacement à vitesse constante imposé. Lors d'un essai de traction, la charge appliquée sur le matériau et son allongement sont mesurés en tout temps. La contrainte au sein du matériau est ensuite tracée en fonction de sa déformation.

La charge (F) et la contrainte (σ) sont reliées par l'équation (1.1) tandis que la déformation (ε) est calculée à partir de l'allongement (ΔL) (équation (1.2))

$$\sigma = \frac{F}{S_0} \tag{1.1}$$

$$\varepsilon = \frac{\Delta L}{L_0} \tag{1.2}$$

S_0 et L_0 sont respectivement la section utile initiale et la longueur utile initiale de l'éprouvette testée.

Quatre comportements typiques se distinguent dans le cas des polymères (Figure 1.5).

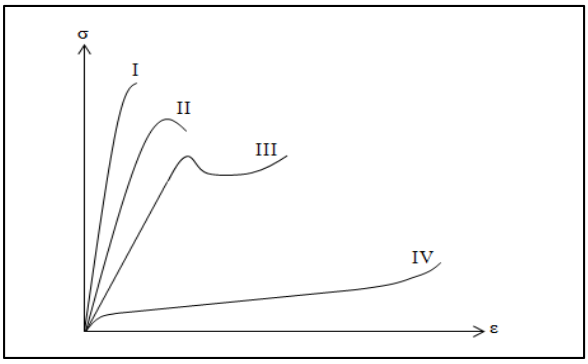

Figure 1.5 : Courbes contrainte-déformation typiques des polymères

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

La courbe I ne possède qu'un domaine élastique linéaire. Dans ce cas, le matériau est dit fragile et rompt sans se déformer plastiquement auparavant. Si le polymère est chargé dans son domaine élastique linéaire, il retourne à son état initial lors du déchargement. Les polymères thermodurcissables fortement réticulés ont ce genre de comportement.

La plupart des thermoplastiques et des thermodurcissables testés à une température très inférieure à T_g ont le comportement de la courbe II. Ces polymères possèdent un domaine élastique linéaire suivi d'un domaine plastique restreint.

Lorsque ces mêmes matériaux sont testés à une température proche de T_g, le domaine plastique grandit (courbe III), dû à l'étirement du polymère. Lors de cet étirement, les chaines macromoléculaires du polymère s'alignent avec la direction de la sollicitation. Cette réorientation rend le polymère plus résistant, d'où la seconde augmentation de la contrainte au sein du matériau.

Enfin, la courbe IV représente les élastomères dont l'élasticité n'est pas linéaire mais tout de même réversible grâce aux liaisons covalentes entre les chaines qui assurent la mémoire de l'état initial du matériau.

Un même polymère peut avoir des comportements différents suivant la température et la vitesse de sollicitation, c'est-à-dire que plusieurs courbes contrainte-déformation peuvent lui être associées. Carswell et Nason (1944) ont tracé cette courbe pour le PMMA ($T_g \approx 100°C$) à différentes températures (Figure 1.6). Pour des températures inférieures à 40°C, le PMMA a un comportement viscoélastique faiblement plastique, voire fragile. En revanche lorsque la température augmente au-delà de 50°C, le PMMA s'étire fortement et son domaine plastique est prépondérant. De la même manière, moins la vitesse de déformation est élevée, plus la déformation plastique du polymère est importante.

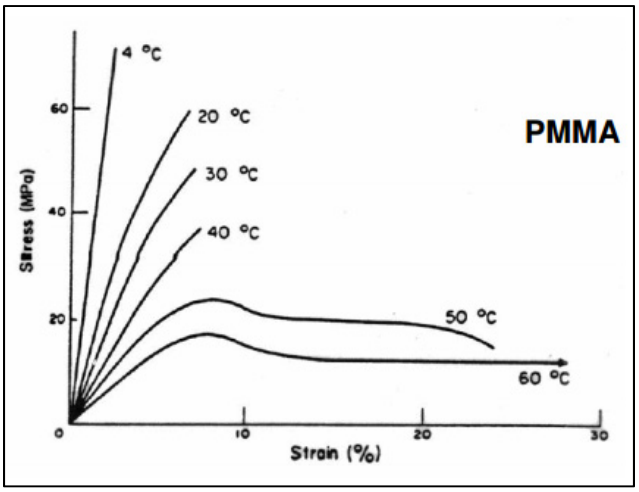

Figure 1.6 : Influence de la température
sur la courbe contrainte-déformation du PMMA
Tiré de Carswell et Nason (1944)

Pour les comportements du type I, II et III, plusieurs propriétés peuvent être extraites de la courbe contrainte-déformation (Figure 1.7) :

- Le module d'élasticité (E) ou module d'Young : pente du domaine élastique linéaire;
- La résistance à la traction (σ_m) : contrainte maximale dans le domaine viscoélastique;
- La résistance à la rupture (σ_u) : contrainte lors de la rupture.

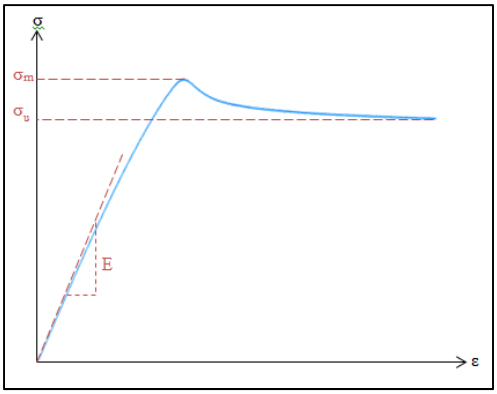

Figure 1.7 : Définitions de E, σ_m et σ_u

La partie suivante s'intéresse principalement à la rupture du polymère, qui permet également de comprendre les étapes d'un essai de traction et les mécanismes de rupture.

1.2.2 Mécanismes de rupture

La rupture des polymères fait intervenir deux phénomènes : les bandes de cisaillement et les craquelures.

1.2.2.1 Bandes de cisaillement

Les bandes de cisaillement (Figure 1.8) sont le résultat d'une déformation plastique locale du matériau due à son hétérogénéité. Elles sont constituées de chaines polymériques très étirées et apparaissent aux points où la contrainte de cisaillement est maximale, c'est-à-dire orientées à un angle de 45° avec la direction de sollicitation pour les polymères amorphes, et proche de 45° pour les polymères semi-cristallins.

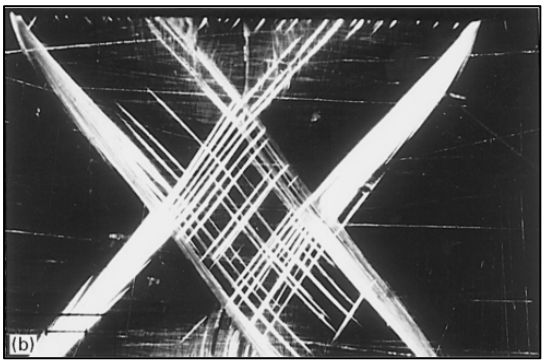

Figure 1.8 : Bandes de cisaillement dans du PS à 20°C sollicité en compression
Tiré de Quinson et al. (1997)

Bien que les bandes de cisaillement soient plus présentes lors d'une sollicitation en compression, elles apparaissent également lorsque le matériau est chargé en traction. Sur la courbe contrainte-déformation, ce phénomène se traduit par une chute de la contrainte immédiatement après que la charge ait atteint son maximum (σ_m). Ces bandes de cisaillement sont à l'origine du phénomène de striction et peuvent engendrer une rupture rapide du matériau ou bien se propager de proche en proche et ainsi élargir le domaine de striction à une plus grande partie de l'éprouvette.

1.2.2.2 Craquelures

Les craquelures (Figure 1.9) sont des microfissures perpendiculaires à la direction de traction. Leur épaisseur, mesurée dans la direction de la contrainte principale, est de quelques micromètres tandis que leur largeur, mesurée perpendiculairement à la direction de sollicitation, peut varier de quelques micromètres à quelques millimètres.

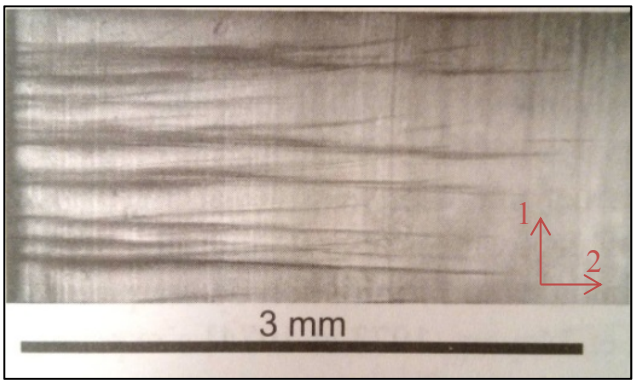

Figure 1.9 : Fissures et craquelures sur une
éprouvette de traction sollicité dans la direction 1
Tiré de Etienne et David (2012), p.317

Les craquelures sont formées de microvides (50 à 80% du volume de la craquelure) et de fibrilles comme le montre la Figure 1.10 ci-dessous.

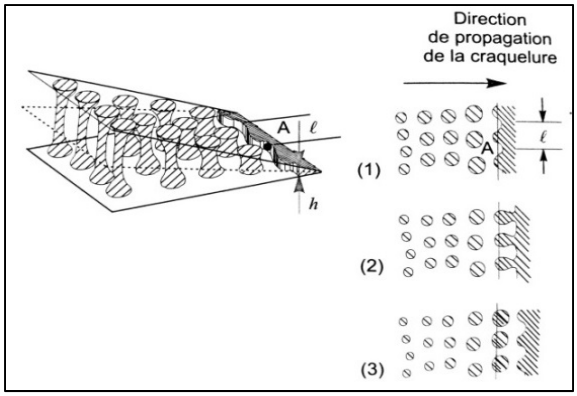

Figure 1.10 : Propagation d'une craquelure
Tiré de Etienne et David (2012), p.320

L'extrémité d'une craquelure est soumise à de fortes contraintes. Le polymère plastifie à cet endroit et adopte un comportement de type liquide, permettant l'écoulement de la matière, la création de nouvelles fibrilles, et ainsi la propagation de la craquelure perpendiculairement à la direction de sollicitation.
L'ouverture d'une craquelure, quant à elle, peut se faire de deux façons :

- Par fluage des fibrilles : les fibrilles s'allongent et s'amincissent;
- Par alimentation des fibrilles : apport de matière aux bords de jonction des fibrilles.

Une craquelure se transforme en micro fissure lorsque les fibrilles se rompent. La création et la propagation de fissures peut conduire à la rupture des pièces en polymères.

Ces deux phénomènes se produisent dans les phases amorphes des polymères, qu'ils soient 100 % amorphes ou semi-cristallins. Toutefois, des mécanismes de déformation préliminaires ont lieu au sein des matériaux semi-cristallins.

1.2.2.3 Déformation des polymères semi-cristallins

Les polymères semi-cristallins, comme vu précédemment, sont formés de lamelles cristallines entre lesquelles s'interposent des zones amorphes (Figure 1.11a). Les zones cristallines augmentent la rigidité des chaines macromoléculaires. Plusieurs étapes précèdent la formation de bandes de cisaillement et de craquelures. En effet, lors de l'allongement du matériau, les lamelles cristallines vont s'orienter dans la direction de sollicitation (Figure 1.11b). Les chaines des zones amorphes vont ensuite commencer à s'étirer jusqu'à ce que les zones cristallines se séparent en plusieurs blocs (Figure 1.11c). Enfin, les chaines amorphes se désenchevêtrent et s'étirent parallèlement à la direction de traction (Figure 1.11d).

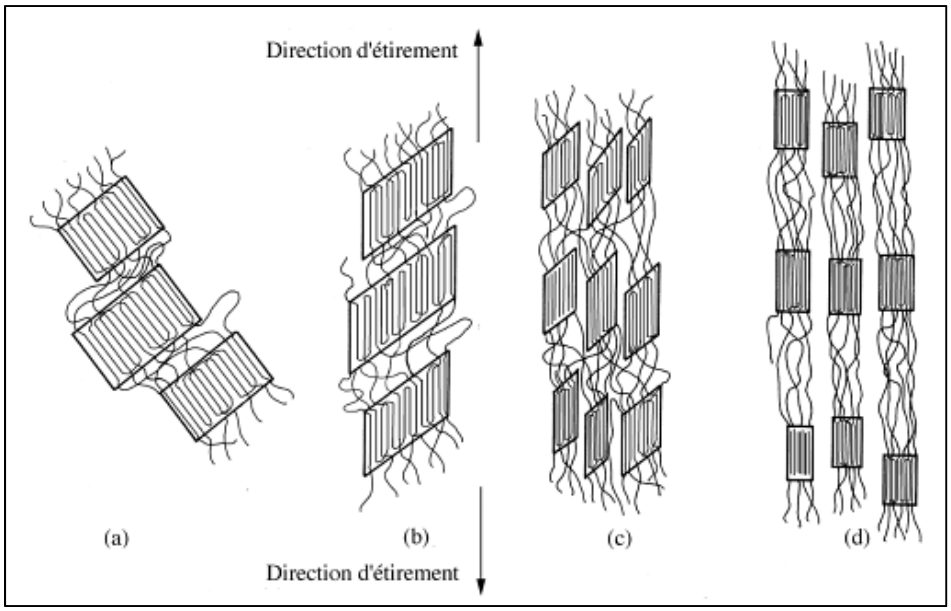

Figure 1.11 : Mécanismes de déformation des polymères semi-cristallins
Tiré de Mercier, Zambelli et Kurz (1999), p.330

Suite à ces mécanismes de déformation, les bandes de cisaillement et les craquelures prennent naissance dans les zones amorphes du matériau.

1.2.3 Théorie de l'endommagement

Comme vu dans la section précédente, la sollicitation des pièces en polymères conduit à la dégradation de celles-ci. La théorie de l'endommagement consiste à regarder l'impact de cette dégradation sur les propriétés mécaniques sans pour autant chercher à quantifier les microfissures au sein du matériau et fait intervenir le coefficient d'endommagement D, définit comme suit :

$$D = 1 - S/\bar{S} = 1 - E/\bar{E} \tag{1.3}$$

$\bar{S}$ et $\bar{E}$ sont respectivement la section et le module d'élasticité du matériau avant endommagement tandis que S et E sont respectivement la section et le module d'élasticité du matériau endommagé.

La théorie de l'endommagement se base sur le principe d'équivalence en déformation c'est-à-dire qu'elle fait intervenir une contrainte équivalente σ appliquée au matériau de section S et de module E qui donnerait la même déformation que la contrainte $\bar{\sigma}$ réellement appliquée au matériau de section $\bar{S}$ et de module $\bar{E}$. Ce propos est illustré sur la Figure 1.12.

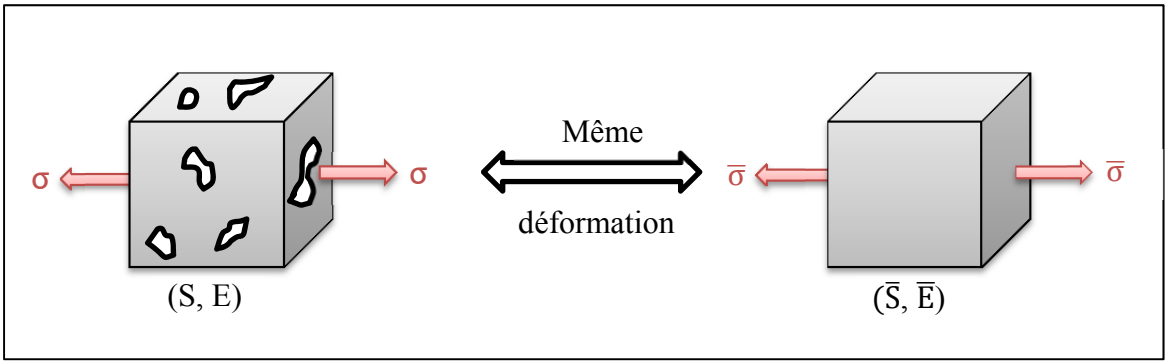

Figure 1.12 : Principe d'équivalence en déformation

A partir de cette théorie, Barbero (2008), écrit cette relation qui relie la contrainte et la déformation (équation (1.4)) :

$$\sigma = E(D).\varepsilon = \begin{cases} \bar{E}\varepsilon & si\ \varepsilon < \varepsilon_0 \\ \left(1 + \dfrac{\varepsilon_0.\bar{E}}{F_R - F_0}\right).\bar{E}.\varepsilon - \dfrac{\bar{E}^2}{F_R - F_0}.\varepsilon^2 & si\ \varepsilon > \varepsilon_0 \end{cases} \tag{1.4}$$

Avec

$$F_R = 2\bar{E}\varepsilon_{cr} \tag{1.5}$$

Le point (ε_0, F_0) correspond au début de l'endommagement, c'est-à-dire au passage du domaine élastique au domaine plastique. ε_{cr} est la déformation au moment où la contrainte au sein du matériau est maximale. Afin de connaître toutes les variables intervenant dans cette équation, il est nécessaire de procéder à un essai expérimental.

La théorie de l'endommagement permet donc de connaitre le comportement d'un matériau en traction.

1.2.4 Effet de la température sur les propriétés en traction

1.2.4.1 Comportement général

L'élévation de la température d'un polymère provoque une augmentation de la mobilité des chaines macromoléculaire au sein de celui-ci. Les liaisons faibles reliant les chaines entre elles ont alors assez d'énergie pour se briser et laisser les chaines se déplacer facilement les unes par rapport aux autres. Les propriétés mécaniques sont ainsi affectées par l'élévation de température. En effet, le polymère perd en rigidité (diminution du module d'Young, Figure 1.13) et devient plus plastique (diminution de la contrainte maximale et augmentation de l'allongement à la rupture).

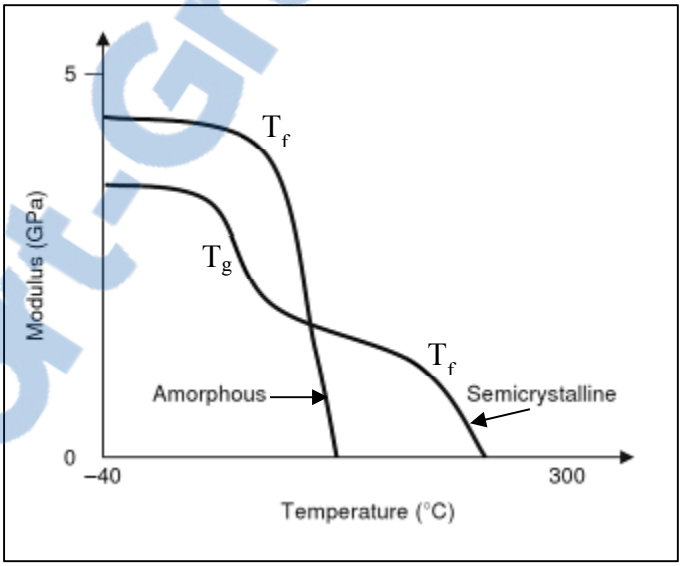

Figure 1.13 : Variation du module d'élasticité
en fonction de la température
Tiré de Biron (2007), p.156

Les propriétés mécaniques des matériaux semi-cristallins présentent un saut important lors de la transition vitreuse car le polymère devient visqueux. Lors de la fusion, le matériau ne possède plus de propriétés mécaniques puisqu'il passe à l'état liquide.

Rapport-Gratuit.com

1.2.4.2 Modèle de Chamis

La variation des propriétés mécaniques des polymères en fonction de la température et du taux d'humidité peut être quantifiée à partir du taux de rétention (F_m) des propriétés mécaniques dont la définition est donnée par Chamis (1983). En effet, lors de ses recherches sur les matériaux composites à matrice polymérique, cet auteur a mis en évidence la relation suivante (équation (1.6)) :

$$F_m = \frac{P}{P_0} = \sqrt{\frac{T_{gw} - T}{T_{g0} - T_0}} \tag{1.6}$$

Dans cette formule, P et P_0 représentent, respectivement, la résistance ou le module du polymère à la température étudiée (T) et à la température de référence (T_0). T_{gw} et T_{g0} sont, quant à elles, les températures de transition vitreuse à l'état humide et à l'état sec.

A partir d'un essai à T_0 et à un taux d'humidité donné, il est donc possible d'obtenir la résistance ou le module d'élasticité à partir de cette relation. Dans le cas où, entre deux essais, seule la température change, alors $T_{gw} = T_{g0} = T_g$.

1.3 Fatigue des polymères

1.3.1 Introduction à la fatigue

Au cours de son utilisation, une pièce est soumise à des charges variables dans le temps. Celles-ci peuvent causer la fissuration, voire la rupture, à des contraintes bien inférieures à la contrainte maximale que peut supporter le matériau en statique. C'est le phénomène de fatigue. Afin de prévoir la durée de vie et le comportement en fatigue d'un matériau, plusieurs tests peuvent être effectués en laboratoire. Le plus courant est l'essai de traction à charge imposée, détaillé ici.

Cet essai de fatigue consiste à soumettre une éprouvette de traction à une charge cyclique (sinusoïdale, carrée, triangulaire,…) jusqu'à la rupture ou, plus rarement, jusqu'à un nombre de cycles défini au préalable. Les différents paramètres d'un tel essai sont schématisés sur la Figure 1.14.

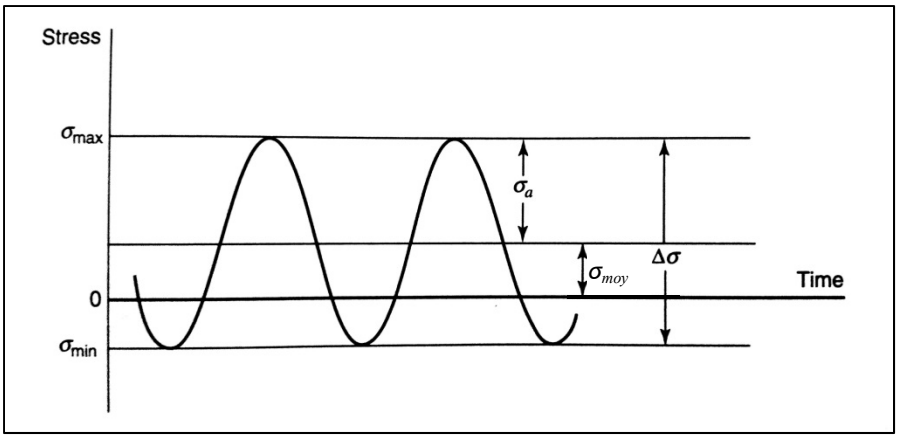

Figure 1.14 : Paramètres d'un essai de fatigue
Tiré de Hertzberg, Vinci et Hertzberg (2012), p.505

L'amplitude du signal (σ_a) et la contrainte moyenne (σ_{moy}) sont explicitées ci-après et font intervenir la contrainte maximale (σ_{max}) et la contrainte minimum (σ_{min}) :

$$\sigma_a = (\sigma_{max} - \sigma_{min})/2 \tag{1.7}$$

$$\sigma_{moy} = (\sigma_{max} + \sigma_{min})/2 \tag{1.8}$$

$$R = \sigma_{min}/\sigma_{max} \tag{1.9}$$

Le rapport de charge (R) donne une indication sur le type d'essai. En effet, si R est supérieur à 1, l'éprouvette est sollicitée en compression; si R est négatif, l'éprouvette est soumise à de la traction-compression alternée; et enfin, si R est compris entre 0 et 1, l'éprouvette subit de la traction.

Les résultats des essais de fatigue sont généralement synthétisés sous forme de courbes représentant σ_a ou σ_{max} en fonction du nombre de cycles à la rupture. Cette courbe

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

est couramment appelée courbe S-N ou courbe de Wöhler et son allure est représentée sur la Figure 1.15.

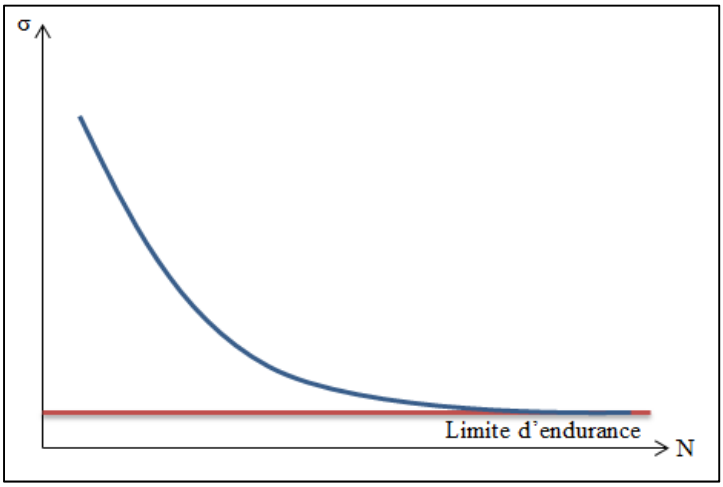

Figure 1.15 : Allure de la courbe S-N

La plupart des matériaux présentent une limite d'endurance (asymptote horizontale sur la courbe S-N), c'est-à-dire une contrainte sous laquelle le polymère a une durée de vie en fatigue illimitée.

1.3.2 Mécanismes de rupture en fatigue

La rupture par fatigue d'un matériau commence toujours par l'initiation d'une fissure au sein de celui-ci. Dans la plupart des cas, la fissure apparait à un endroit où le matériau est initialement hétérogène (inclusion, bulle,…), mais il arrive également que l'hétérogénéité soit créée pendant le chargement cyclique. Lesser (1995) explique que l'initiation de la fissure joue un rôle majeur quant à la durée de vie d'un thermoplastique semi-cristallin, affirmant que le temps d'apparition d'une fissure est très supérieur à celui de sa propagation. Mackay, Teng et Schultz (1979) et Bucknall et Stevens (1980) montrent très tôt, que, comme en statique, les craquelures sont le mécanisme prédominant de la rupture en fatigue en traction. En effet, l'initiation et la propagation de fissure se fait par l'intermédiaire des craquelures, en plusieurs étapes :

1) Création d'une craquelure à partir d'une hétérogénéité;
2) La craquelure se propage à chaque cycle (augmentation du volume de vide);
3) Lorsque le volume de vide atteint une valeur critique et que la craquelure ne peut plus supporter la contrainte imposée, les fibrilles se rompent et la fissure est initiée. Toutefois, le front de fissure n'atteint pas le bord de la craquelure;
4) La craquelure peut à nouveau s'agrandir jusqu'à ce que la contrainte soit de nouveau trop élevée pour être supportée par les fibrilles, qui se rompent. Cette étape se répète un grand nombre de fois, engendrant la propagation lente de la fissure et faisant apparaitre des cercles concentriques, espacés d'une à quelques centaines de nanomètres, sur le faciès de rupture (Figure 1.16 b);
5) L'étape 4 prend fin lorsque le front de fissure atteint le bord de la craquelure et que la contrainte et le volume de vide permettent à la fissure de se propager à chaque cycle. La fissure se propage alors rapidement;
6) Très vite, le matériau ne peut plus supporter la charge imposée et la rupture fragile et complète survient alors. Cette étape fait intervenir les mêmes mécanismes que l'étape précédente mais au cours d'un seul cycle. Des cercles (ou portions de cercles) sont également observés dans cette zone (Figure 1.16 a), mais leur espacement est de l'ordre de quelques centaines de micromètres.

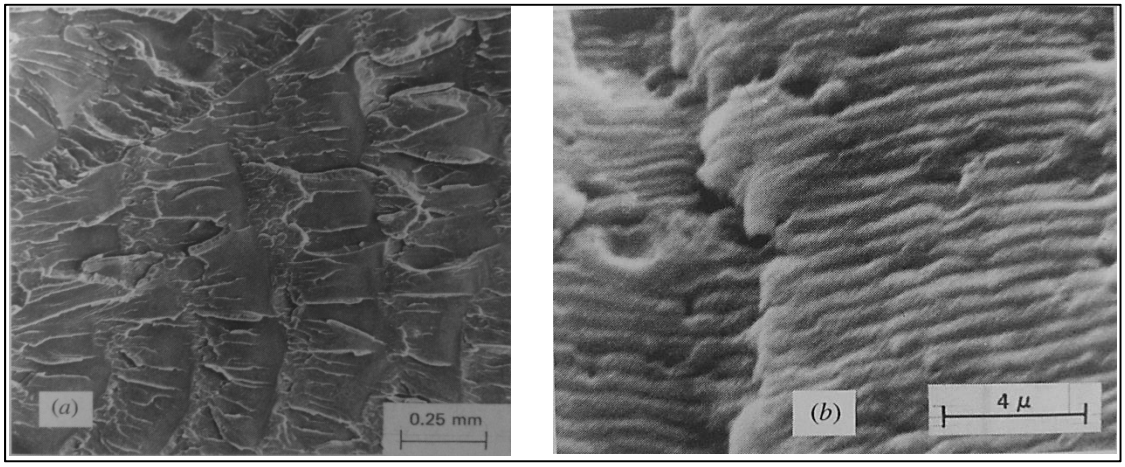

Figure 1.16 : Propagation du front de fissure lente (b) et rapide (a)
Tiré de Hertzberg, Vinci et Hertzberg (2012)

1.3.3 Effet hystérésis

Les polymères sont très sensibles à la température. En effet, comme nous l'avons vu précédemment, une élévation de température, même faible, provoque une modification non négligeable des propriétés mécaniques.

Au cours d'une sollicitation cyclique, le polymère dissipe de l'énergie sous forme de chaleur. A faible fréquence, cette chaleur est transmise suffisamment rapidement au milieu ambiant pour que la température au sein du matériau reste constante. En revanche, si la fréquence est trop élevée, un échauffement local, puis étendu, peut se produire et créer un phénomène appelé l'effet hystérésis. Celui-ci modifie la nature de la rupture qui passe alors d'une rupture mécanique (initiation et propagation d'une fissure) à une rupture thermique (fusion du matériau). Il est donc important de mener les essais de fatigue sur les polymères à faible fréquence afin de s'assurer que la rupture est mécanique.

1.4 Cas particulier du PLA

1.4.1 Introduction au PLA

L'acide poly-lactique (PLA, de l'anglais polylactic acid) est un polymère thermoplastique obtenu à partir d'amidon ou de sucres. Sa provenance et sa capacité à se dégrader dans un environnement naturel font de ce plastique un biopolymère 100% biosourcé et 100% biodégradable. En 2013, le PLA occupe le rang de 2ème biopolymère le plus produit au monde (European-Bioplastics, IfBB et Nova-Institute, 2014), représentant ainsi 11,4% des 1,62 million de tonnes de biopolymères produites chaque année. Le PLA est majoritairement utilisé dans l'industrie de l'emballage alimentaire mais il est également présent dans d'autres domaines tels que la médecine (notamment pour les sutures pour son caractère biocompatible), l'automobile (sous forme de mélange avec d'autres (bio)polymères dans le but d'améliorer certaines de ses propriétés), ainsi que la vaisselle jetable. Au cours des 50 dernières années, le PLA a fait l'objet de très nombreuses études et l'intérêt de la recherche pour ce matériau ne fait qu'augmenter, comme l'illustre la Figure 1.17.

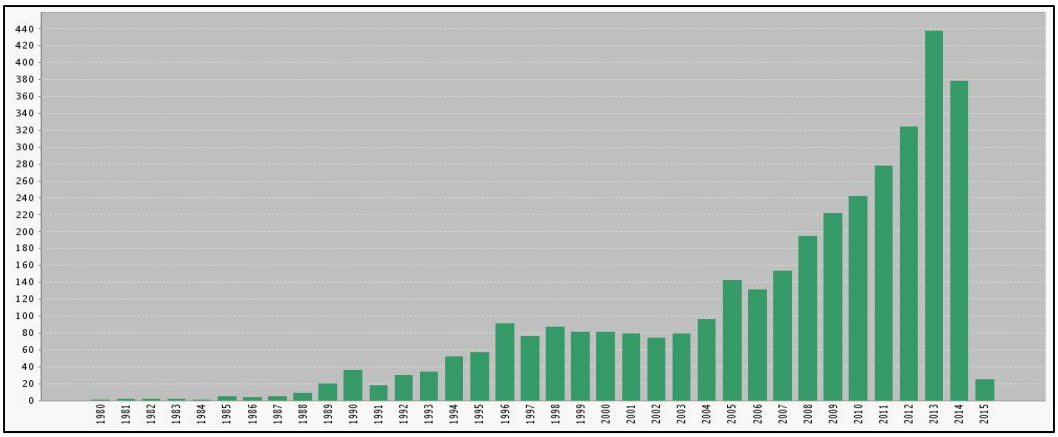

Figure 1.17 : Nombre d'articles publiés par année
Web of Science, TI=(PLA OR "polylactic acid" OR "acide polylactique")

Le PLA, dont le motif est représenté sur la Figure 1.18, est obtenu par polymérisation de l'acide lactique, lui-même obtenu par fermentation de sucres ou d'amidon.

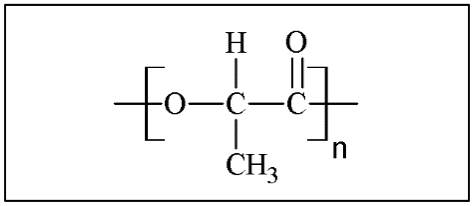

Figure 1.18 : Acide poly-lactique

L'acide lactique possède deux énantiomères, c'est-à-dire deux formes isomères images l'une de l'autre dans un miroir mais non superposables : l'acide D-lactique et l'acide L-lactique. Lors de l'étape de polymérisation, il est possible de contrôler la proportion et le séquencement de ces deux énantiomères. La maitrise de cet agencement des monomères, appelé grade, permet de modifier les propriétés finales du PLA (T_g, taux de cristallinité, propriétés mécaniques,…). NatureWorks® LCC, producteur de PLA, propose plusieurs grades dédiés à différents procédés de fabrication (Ingeo™ 2000 pour l'extrusion, Ingeo™ 3000 pour l'injection,…). Le Tableau 1.1 met en avant le changement des propriétés du PLA en fonction de son grade.

Tableau 1.1 : Propriétés de 6 grades de PLA de NatureWorks® LCC

Propriétés	Unités	Norme ASTM	Ingeo™ 2003D	Ingeo™ 2500HP		Ingeo™ 3001D	Ingeo™ 3100HP		Ingeo™ 4032D	Ingeo™ 8025D
Cristallinité			Cristallin	Amorphe	Cristallin	Cristallin	Amorphe	Cristallin		
Masse volumique	g/ cm^3	D792	1,24	1,24		1,24	1,24		1,24	1,24
Viscosité	g/10 min	D1238	6,0	8,0		22,0	24,0		-	14,0
Résistance à la traction	MPa	D882/ D638	60	64,1	65,5	62,1	64,8	64,1	103-145	62,1
Allongement à la rupture	%	D882/ D638	6,0	3,6	4,3	3,5	3,4	2,2	100-180	3,5
Résilience	J/m	D256	16	19	40	16	18	32	-	-

La proportion de L-lactide et de D-lactide n'est pas indiquée par NatureWorks® LCC. Toutefois, un lien est établi entre les propriétés en traction du PLA et son degré de cristallinité. En effet, plus un polymère est cristallin, plus il est fragile, c'est-à-dire que la résistance à la traction et le module d'élasticité augmentent alors que l'allongement à la rupture diminue.

Le principal défaut du PLA est sa faible résistance à la température. En effet, sa température de transition vitreuse varie entre 55 et 60°C, dépendamment de son grade, ce qui lui confère des propriétés mécaniques médiocres au-delà de cette température.

1.4.2 Propriétés en traction du PLA

À température ambiante, le PLA possède un comportement fragile avec un domaine plastique restreint. Ses propriétés se rapprochent de celles de certains polymères usuels tels que le polystyrène (PS) et le polyéthylène téréphtalate (PET). En 2010, Carrasco et al. (2010) comparent les propriétés mécaniques du PLA à celles de ces deux polymères et à celles du polypropylène isostatique (i-PP) (Tableau 1.2). Des plages de valeurs sont données afin de considérer l'ensemble des grades de chaque polymère.

Tableau 1.2 : Propriétés mécaniques du PLA, PS, i-PP et PET
Tiré de Carrasco et al. (2010)

	PLA	PS	i-PP	PET
Relative density	1.24	1.04–1.06	0.91	1.37
Clarity	Transparent	Transparent	Translucent	Transparent
MECHANICAL PROPERTIES				
Tensile yield strength (MPa)	48–110	34–46	21–37	47
Tensile modulus (GPa)	3.5–3.8	2.9–3.5	1.1–1.5	3.1
Tensile elongation (%)	2.5–100	3–4	20–800	50–300
Notched Izod impact, 23 °C (J/m)	13		72	79

Les limites supérieures de la résistance à la traction et de l'allongement à la rupture du PLA correspondent à un matériau bi-orienté (voir Tableau 1.1, Ingeo™ 4032D). Toutefois, le PLA non-orienté possède une résistance à la traction proche de celle du PET et un allongement à la rupture voisin de celui du PS. Le module d'élasticité, quant à lui, est légèrement supérieur à celui des 2 polymères cités.

Anderson, Schreck et Hillmyer (2008) dressent un tableau similaire pour comparer les propriétés physiques et mécaniques du PLA, du PS et du PET (Tableau 1.3). Dans cette étude, le PLA étudié est composé uniquement de l'énantiomère L-lactide (PLLA).

Tableau 1.3 : Propriétés physiques et mécaniques du PLLA, PS et PET
Tiré de Anderson, Schreck et Hillmyer (2008)

	PLLA	PS	PET
Density (kg m^{-3})	1.26	1.05	1.40
Tensile strength (MPa)	59	45	57
Elastic modulus (GPa)	3.8	3.2	2.8–4.1
Elongation at break (%)	4–7	3	300
Notched izod (J m^{-1})	26	21	59
Heat deflection (°C)	55	75	67

Les mêmes conclusions que précédemment peuvent être tirées de ce tableau bien que les valeurs relatées soient légèrement différentes. Ces différences peuvent avoir plusieurs origines telles que le grade, le degré de cristallinité ou la norme de référence concernant les essais réalisés. Cependant, l'ordre de grandeur reste le même ce qui rend la comparaison toujours possible et pertinente.

Van de Velde et Kiekens (2002), quant à eux, positionnent le PLA par rapport à trois autres biopolymères : l'acide polyglycolique (PGA), le polycaprolactone (PCL) et le polyhydroxybutyrate (PHB). Leurs résultats (Tableau 1.4) font apparaitre 3 types de PLA, différenciés par leur proportion en L-lactide et D-lactide : le L-PLA composé uniquement de L-lactide, le DL-PLA, mélange de L-lactide et D-lactide et le PLA dont la composition n'est pas connue des auteurs.

Tableau 1.4 : Propriétés mécaniques de plusieurs biopolymères
Adapté de Van de Velde et Kiekens (2002)

Propriétés	**Limites**	**Type de biopolymère**					
		PLA	**L-PLA**	**DL-PLA**	**PGA**	**PCL**	**PHB**
ρ (g/cm3)	**Basse**	1.21	1.24	1.25	1.50	1.11	1.18
	Haute	1.25	1.30	1.27	1.707	1.146	1.262
σ (MPa)	**Basse**	21	15.5	27.6	60	20.7	40
	Haute	60	150	50	99.7	42	
E (GPa)	**Basse**	0.35	2.7	1	6	0.21	3.5
	Haute	3.5	4.14	3.45	7	0.44	4
ϵ (%)	**Basse**	2.5	3	2	1.5	300	5
	Haute	6	10	10	20	1000	8

Les propriétés mécaniques (résistance à la traction, σ, et module d'Young, E) du PLA sont supérieures à celles des autres biopolymères, excepté le PGA, contrairement à son allongement à la rupture, ϵ, qui est inférieur. Le PLA est donc plus résistant et plus rigide que le PCL et le PHB. Van de Velde et Kiekens (2002) notent également que les propriétés mécaniques augmentent avec la masse volumique du matériau.

L'effet de la température sur les propriétés en traction du PLA n'a été étudié que dans le cadre de sa dégradation, c'est-à-dire que les essais ont été effectués après que les échantillons aient passé plusieurs jours à une certaine température, souvent associée à différents taux d'humidité. Ho, Pometto et Hinz (1999), notamment, ont effectués des tests de traction sur des éprouvettes restées plus ou moins longtemps exposées à une température et un taux d'humidité constants. Ils ont ensuite tracé l'évolution de l'allongement à la rupture en fonction du temps d'exposition de 3 types de PLA (Figure 1.19).

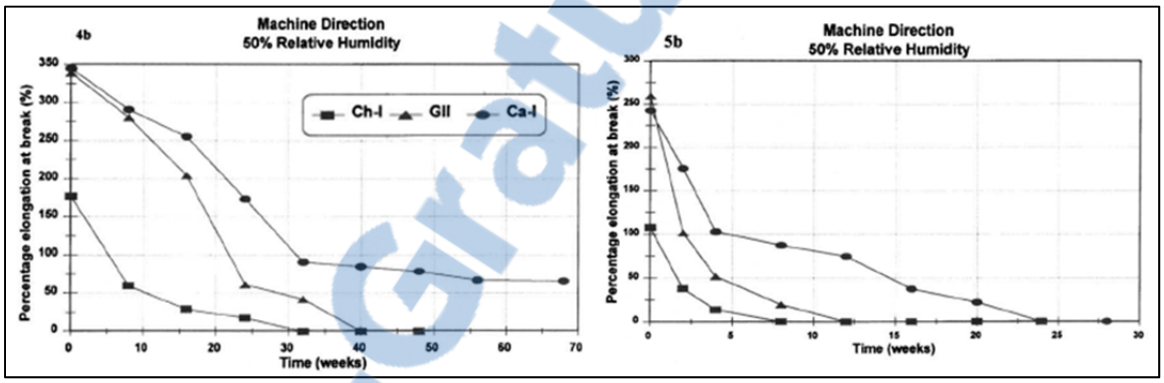

Figure 1.19 : Allongement à la rupture en fonction du temps d'exposition
à une température de 25°C (à gauche) et de 40°C (à droite)
Tiré de Ho, Pometto et Hinz (1999)

Ces courbes permettent de visualiser l'influence de la température sur la dégradation de l'allongement à la rupture dans le temps. En revanche, aucun auteur n'étudie l'évolution des propriétés en traction du PLA en fonction de la température. Ceci peut s'expliquer de plusieurs façons. Tout d'abord, le PLA ayant une température de transition vitreuse peu élevée (T_g inférieure à 60°C), il n'est utilisé qu'à de faibles températures et ne présente pas de réel intérêt au-delà de la température ambiante. De plus, le PLA est rarement utilisé en tant que matériau pur. En effet, il est la plupart du temps associé à un autre polymère, ou, le plus souvent, contient des renforts (nano charges, fibres,…). Les études existantes portent sur ces matériaux et non sur le PLA pur.

Rapport-Gratuit.com

1.4.3 Fatigue du PLA

Le comportement en fatigue du PLA est, à l'heure actuelle, très peu connu puisqu'il ne fait l'objet que d'un seul article. C'est Averett et al. (2011), qui, en 2011, s'intéresse à la tenue en fatigue du PLA pur et du PLA renforcé de nano-argile.

Les essais concernant le PLA pur sont réalisés sur des films fabriqués par extrusion (épaisseur = 0,26 ± 0,02 mm) à partir de granulés 2002D de NatureWorks®. Des essais préliminaires de traction monotone sont tout d'abord conduits sur ces échantillons à une vitesse de 5 mm/min afin d'obtenir les données nécessaires pour les essais de fatigue. La contrainte maximale, moyennée sur 10 tests, s'élève à 58 MPa. Le même type d'échantillons est ensuite soumis à une charge sinusoïdale de fréquence 3 et 30 Hz, à un taux de charge variant entre 25 et 75% de la charge maximale en traction statique. Les essais sont réalisés à température ambiante et à un taux d'humidité d'environ 50%. La courbe S-N associée à ces essais est représentée sur la Figure 1.20 ci-dessous.

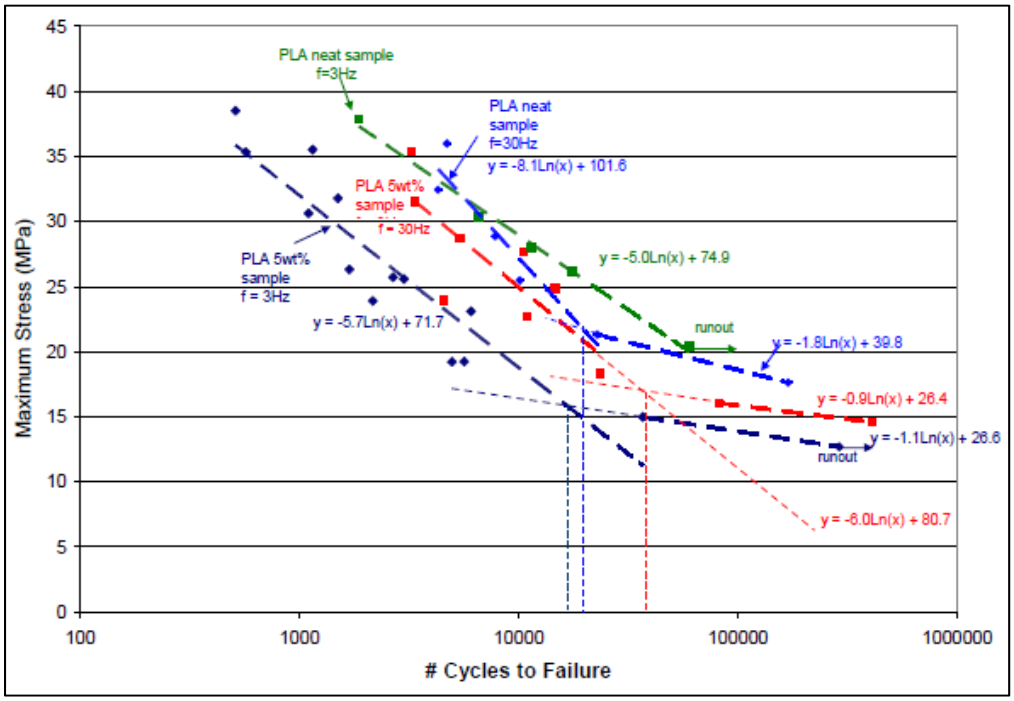

Figure 1.20 : Courbe S-N du PLA et du PLA renforcé à 3 et 30 Hz
Tiré de Averett et al. (2011)

Cette figure fait également apparaitre les résultats pour les films renforcés de 5% de nanoparticules d'argile.

Les différentes portions de droite peuvent être modélisées par une loi logarithmique (loi de Basquin) :

$$\log(N) = \log(C) - m\log(\sigma_m) \tag{1.10}$$

où C et m sont des constantes déterminées par régression linéaire.

A 30 Hz, la pente du PLA pur s'adoucit aux alentours de 15000 cycles, laissant présager une asymptote horizontale et par conséquent, une limite d'endurance. En revanche, à 3 Hz, la droite logarithmique, représentée en vert et d'équation (1.11), ne présente pas de rupture de pente. La limite d'endurance du PLA pur à cette fréquence peut donc être inexistante, ou apparaitre à une charge maximale inférieure à 20 MPa.

$$\log(N) = 74{,}9 - 5{,}0\log(\sigma_m) \tag{1.11}$$

Par ailleurs, Averett et al. (2011) ne donnent pas de conclusion quant aux différences induites par la différence de fréquence. Toutefois, la courbe de Wöhler montre que lorsque le taux de charge est inférieur à 55%, le PLA a une durée de vie plus longue à 3 Hz qu'à 30 Hz.

Cette seule étude donne des conclusions succinctes et pas suffisamment claires quant à la tenue en fatigue du PLA.

1.5 Problématique et objectifs de l'étude

Les enjeux environnementaux actuels conduisent les industries à se tourner vers des solutions plus durables, notamment en termes de matériaux. Dans ce contexte, le PLA possède des atouts majeurs pour remplacer les polymères usuels issus de ressources fossiles, puisqu'il est à la fois biosourcé et biodégradable. Il est d'ailleurs déjà largement utilisé dans le domaine de l'industrie alimentaire, par exemple en tant que films d'emballage, bouteilles ou sacs.

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

De plus, ses bonnes propriétés mécaniques, comparativement à d'autres biopolymères, ouvrent de nouvelles perspectives d'élargissement de son champ d'utilisation, notamment dans des domaines tels que l'électronique, l'automobile ou l'électroménager. Son intérêt est d'autant plus grand que ses propriétés mécaniques peuvent être optimisées par mélange à d'autres polymères, ou par renforcement à l'aide de fibres ou de nano-charges.

L'utilisation du PLA dans ces types de domaines implique de nouveaux défis. En effet, de nouvelles conditions d'utilisation apparaissent : matériau soumis à des températures plus élevées, temps d'utilisation prolongé, etc. Dans ce cadre, il est important de connaître l'influence de la température sur les propriétés du PLA ainsi que son comportement en fatigue. A l'heure actuelle, très peu d'études portent sur ces deux sujets. Le but de cette recherche est donc d'apporter de nouvelles connaissances sur le PLA.

L'étude suivante possède ainsi deux objectifs distincts :

1) Mettre en évidence l'effet de la température sur les propriétés en traction du PLA, et
2) Explorer le comportement en fatigue du PLA

Pour cela, des éprouvettes de PLA seront testées en traction monotone à trois températures différentes comprises entre la température ambiante (23°C) et la température de transition vitreuse (55-60°C), dans le but d'observer l'évolution des propriétés en traction en fonction de la température. D'autres éprouvettes seront, elles, sollicitées en fatigue à température ambiante dans le but de tracer la courbe de Wöhler du PLA pour un rapport de charge de 0,1. Les faciès de rupture seront ensuite observés afin d'expliquer le mécanisme de rupture en fatigue intervenant dans le cas du PLA.

Le chapitre 2 de ce mémoire présente des travaux préliminaires qui ont mené au développement de la méthodologie détaillée dans le chapitre 3. Les résultats expérimentaux seront, eux, rassemblés dans le chapitre 4 et commentés à la lumière des études déjà existantes.

CHAPITRE 2

ESSAIS PRÉLIMINAIRES

2.1 Introduction

Ce chapitre vise à présenter des travaux préliminaires ayant aboutis à la méthodologie développée dans le chapitre suivant. La méthode développée dans ce chapitre est succincte puisque des étapes similaires seront reprises et détaillées dans le chapitre 3.

2.2 Méthodologie

2.2.1 Fabrication des éprouvettes

Les éprouvettes sont fabriquées à partir du PLA Ingeo® 2500 HP de NatureWorks (voir ANNEXE II), sous forme de granulés, sur une presse d'injection Mini-Jector, modèle 55, dédiée à la production de petites séries (Figure 2.1).

Figure 2.1 : Presse à injection plastique
Mini-Jector 55

Contrairement aux machines d'injection de production de grandes séries, cette presse à injecter est à axe vertical, le contrôle est totalement manuel et l'éprouvette injectée doit être retirée manuellement du moule. De plus, cette machine ne possède pas de système de régularisation de la température du moule. Les températures imposées lors de l'injection du PLA sont données dans le tableau ci-dessous (Tableau 2.1):

Tableau 2.1 : Températures d'injection du PLA

Zone chauffée	Température (°C)
Fourreau (haut)	165
Fourreau (bas)	185
Bec	190

La pression d'injection est de 750 psi (5 MPa). Le temps d'injection n'est quant à lui, pas contrôlé.

2.2.2 Paramètres d'essais

Les essais préliminaires sont réalisés selon les normes ASTM D638-10 et ASTM D7791-12, portants respectivement sur la traction monotone et la fatigue uniaxiale. Les éprouvettes sont de type IV, dont la géométrie et les dimensions sont données sur la Figure 2.2 et le Tableau 2.2. La section de chaque éprouvette est mesurée au pied à coulisse.

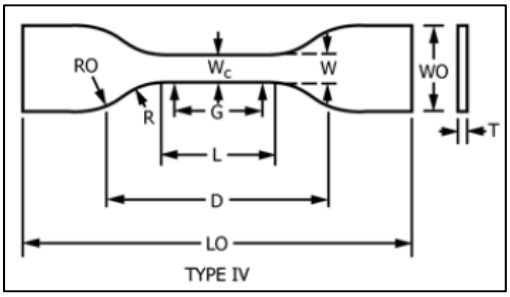

Figure 2.2 : Éprouvette de type IV
Tiré de ASTM D638-10, 2010, p.4

Tableau 2.2 : Dimensions et tolérances d'une éprouvette de Type IV
Tiré de ASTM D638-10, 2010, p.3

	T	W	L	WO	LO	G	D	R	RO
Dimension (mm)	3,2	6	33	19	115	25	65	14	25
Tolérance (mm)	± 0,4	± 0,05	± 0,5	+ 6,4	115 min	± 0,25	± 5	± 1	± 1

Les éprouvettes sont testées en traction simple, à température ambiante, sur une machine MTS Alliance munie d'une cellule de charge de 10 kN (Figure 2.3). Les essais sont réalisés à une vitesse de 5 mm/min. L'allongement de chaque éprouvette est mesuré en tout temps au cours de l'essai à l'aide d'un extensomètre à couteaux. La résistance à la traction, le module d'élasticité et l'allongement à la rupture sont moyennés sur 5 essais.

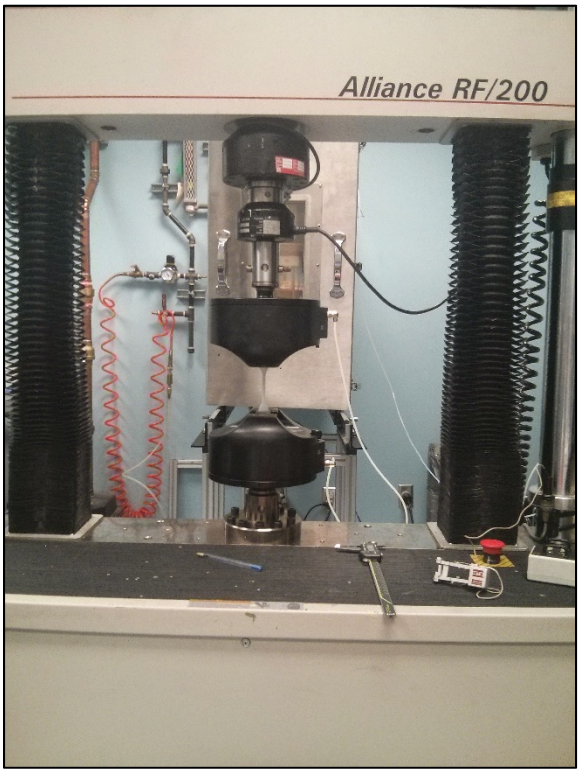

Figure 2.3 : Machine de traction statique
MTS Alliance

Les essais de fatigue, quant à eux, sont réalisés sur une machine MTS Bionix de type servo-hydraulique ayant une capacité de 15 kN (Figure 2.4). La charge appliquée à l'éprouvette est de forme sinusoïdale, de fréquence 4 Hz et de rapport de charge égal à 0,1. Quatre éprouvettes sont testées à un unique taux de charge, celui-ci étant égal à 50% de la contrainte maximale en traction statique.

Figure 2.4 : Machine de fatigue
MTS Bionix

2.2.3 Observation des faciès de rupture

Les faciès de rupture des éprouvettes testées en fatigue sont observés au microscope optique Olympus DSX500. L'interprétation des images enregistrées lors de ces observations conduit à la mise en évidence des mécanismes de rupture en fatigue.

2.3 Résultats

Les courbes contrainte-déformation obtenues lors des essais de traction statique sont représentées sur la Figure 2.5.

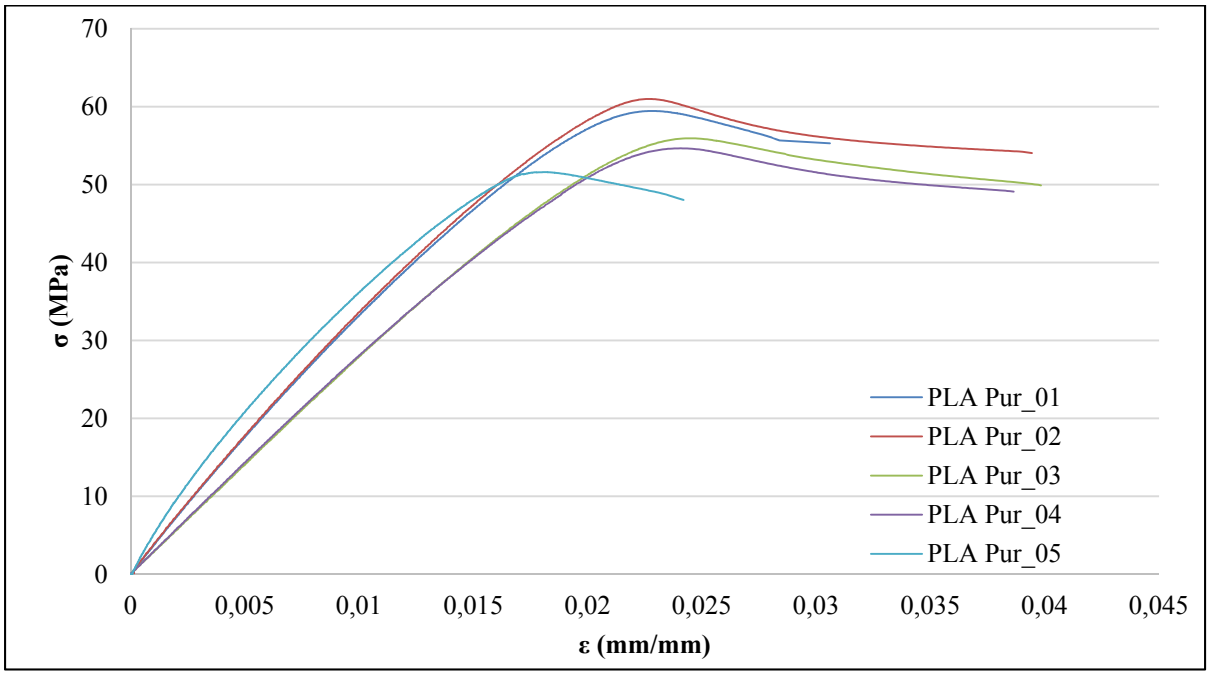

Figure 2.5 : Courbes contrainte-déformation préliminaires du PLA à 23°C

Les valeurs moyennes, les écart-types ainsi que les écart-types relatifs de chaque propriété de traction sont regroupées dans le Tableau 2.3.

Tableau 2.3 : Propriétés en traction du PLA issus des essais préliminaires

	σ_{max} (MPa)	E (MPa)	Allongement à la rupture (%)
Moyenne	56,5	3377	3,454
Écart-type	3,76	579,65	0,6916
Écart-type relatif	6,7%	17,2%	20,0%

La contrainte maximale relevée lors des essais présente une faible dispersion puisque l'écart-type relatif est seulement de 6,7%. Toutefois, un écart-type supérieur à 15% indique que les deux autres propriétés varient de façon plus importante. Ces essais sont tout de même satisfaisants par rapport à l'utilisation qui en est faite puisque seule la résistance à la traction est exploitée pour les essais de fatigue.

Les résultats des quatre premiers essais de fatigue, dont la charge maximale appliquée est égale à 50% de la résistance à la traction, sont indiqués dans le Tableau 2.4 ci-dessous.

Tableau 2.4 : Fatigue du PLA - Première série d'essais

Éprouvette	**Nombre de cycles à la rupture**
001	4541
002	62308
003	18000
004	5076
Moyenne	**22481**
Écart-type	27271
Écart-type relatif	**121%**

Ces résultats montrent une forte dispersion, ce qui laisse penser que les essais ne se déroulent pas correctement. Il est donc important d'identifier les causes pouvant conduire à une telle dispersion. Le Tableau 2.5 donne une liste non exhaustive d'explications possibles et indique la probabilité qu'elles soient à l'origine d'une rupture prématurée des éprouvettes.

Tableau 2.5 : Liste des causes pouvant mener à une forte dispersion des résultats de fatigue

Cause	Probabilité et commentaire
Température variable au cours de l'essai	Impossible, la température est contrôlée et mesurée au cours de chaque essai et ne varie pas de plus d'un degré Celsius
Taux d'humidité variable au cours de l'essai	Peu probable, même s'il n'est pas mesuré au cours de l'essai. Les essais n'excèdent pas 4h30
Mors non alignés	Très peu probable, les mors ont été installés spécifiquement pour cette campagne d'essai et le couple de torsion est piloté et maintenu à 0 N.m au cours de l'essai par la machine
Éprouvette non alignée avec l'axe de la machine	Probable, les têtes d'éprouvettes sont calées contre des butées, ce n'est pas directement la ligne médiane qui est alignée avec l'axe de la machine
Défaut de fabrication de l'éprouvette	Probable, l'injection n'est pas rigoureuse, beaucoup de paramètres ne sont pas contrôlés
Géométrie de l'éprouvette	Probable, le type I est préféré au type IV dans la norme
Matière première (impuretés, humidité,…)	Très peu probable

Dans un premier temps, les faciès de rupture des éprouvettes sont observés au microscope afin de valider, ou d'invalider, certaines des hypothèses mentionnées ci-dessus.

Rapport-Gratuit.com

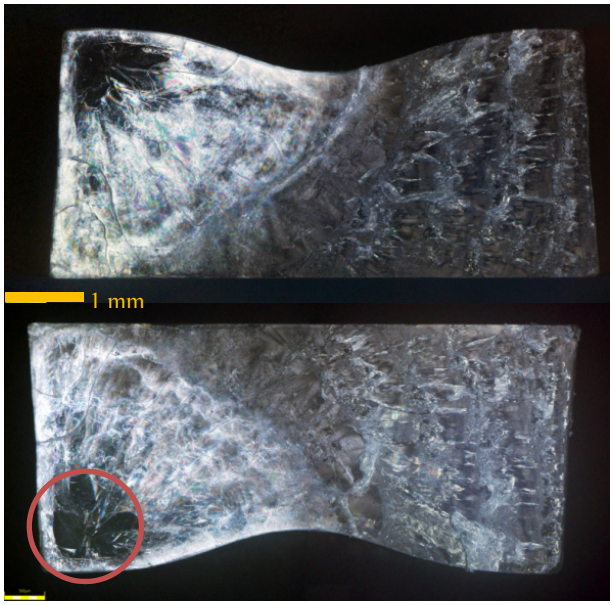

Figure 2.6 : Faciès de rupture de l'éprouvette 001
Microscope optique
Zone entourée : initiation de la fissure

La Figure 2.6 montre le faciès de rupture de l'éprouvette 001. La totalité des faciès de rupture est donnée en ANNEXE I. Ceux-ci mettent en évidence le défaut de forme de l'éprouvette. En effet, la forme concave est présente sur toutes les éprouvettes de façon plus ou moins marquée. Elle est due au retrait du PLA lors de la solidification de celui-ci dans le moule d'injection et est donc antérieure aux essais. Afin de corriger ce défaut de forme, la pression de maintien doit être augmentée pour alimenter l'empreinte en PLA lors de la solidification de l'éprouvette. Cette correction ne peut pas être apportée étant donné que ces éprouvettes sont déjà fabriquées avec la pression de maintien maximale pouvant être fournie par la presse à injecter décrite à la section 2.2.1.

De plus, les microscopies mettent en évidence un fort coefficient de concentrations de contraintes dans les coins du coté concave de l'éprouvette. En effet, la fissure est systématiquement initiée dans un de ces deux coins. L'initiation de la fissure est entourée par un cercle sur la Figure 2.6. Les arrêtes des éprouvettes de la seconde série d'essais sont donc poncées pour tenter de minimiser le coefficient de contraintes. Deux types de ponçage manuel sont effectués : léger et fort.

L'observation des éprouvettes à l'œil nu donne également une information importante : des craquelures n'apparaissent que d'un côté de l'éprouvette. Ce propos est illustré par la Figure 2.7. Ceci indique que l'axe de l'éprouvette ne coïncide pas avec l'axe de sollicitation, impliquant que l'éprouvette est plus fortement chargée d'un côté que de l'autre. Afin de remédier à ce problème, la ligne médiane des éprouvettes est tracée et est alignée directement avec la ligne médiane des mors de la machine de fatigue lors de la seconde série d'essais.

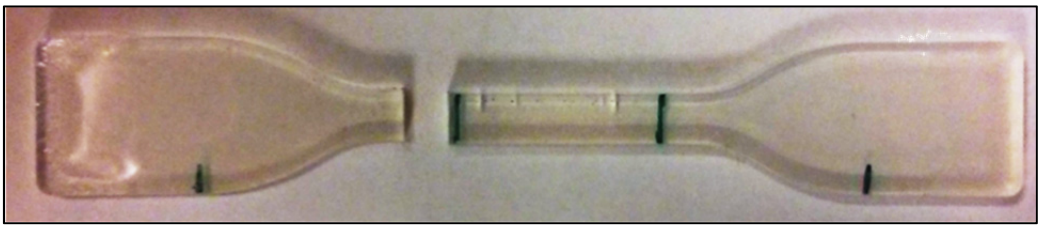

Figure 2.7 : Éprouvette issue de la première série d'essais de fatigue

Les modifications apportées entre les deux séries d'essais sont donc :

- Ponçage des arrêtes (trois types : aucun, léger ou fort);
- Traçage de la ligne médiane des éprouvettes;
- Vérification de l'alignement des mors.

Aucun changement n'a par contre été apporté sur la matière première et la fabrication des éprouvettes.

Les résultats de la seconde campagne d'essais, effectuée avec les mêmes paramètres, sont regroupés dans le Tableau 2.6. Encore une fois, ceux-ci ne sont pas satisfaisants du fait de la trop grande dispersion illustrée par un écart-type relatif de plus de 60%. Toutefois, plusieurs problèmes observés lors de la première série d'essais n'apparaissent plus ici.

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

Tableau 2.6 : Fatigue du PLA - Seconde série d'essais

Éprouvette	Nombre de cycles à la rupture	Ponçage
006	8182	Aucun
007	16024	Aucun
008	7234	Léger
009	10157	Léger
010	3591	Léger
011	27378	Fort
012	12195	Fort
013	9481	Fort
Moyenne	**11780**	
Écart-type	7271	
Écart-type relatif	**62%**	

La Figure 2.8 montre que les craquelures asymétriques ont disparu lors de ces essais, que ce soit sur les éprouvettes ayant subi un ponçage ou non. L'alignement des éprouvettes corrige donc bien ce défaut.

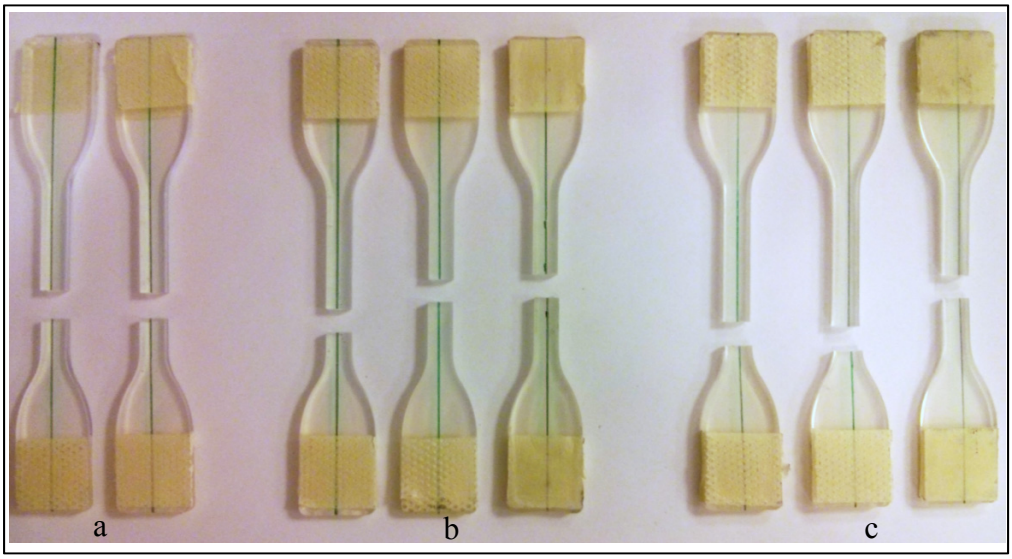

Figure 2.8 : Éprouvettes issues de la seconde série d'essais de fatigue
a. Aucun ponçage, b. Ponçage léger, c. Ponçage fort

Les microscopies effectuées à la suite de ces essais montrent que l'initiation de la fissure a toujours lieu au même endroit. Le ponçage ne suffit donc pas à éliminer le fort coefficient de contraintes présent dans les angles aigus créés par la concavité des éprouvettes. Il est donc important par la suite d'obtenir des éprouvettes n'ayant pas ce défaut de forme. Pour cela, une presse à injecter plus performante doit être utilisée.

Pour finir, dans le but de diminuer l'influence d'éventuelles impuretés présentes au sein de la matière, ainsi que pour avoir une géométrie d'éprouvette correspondant mieux à ce que préconise la norme ASTM D638-10, la forme des éprouvettes migre du type IV au type I pour la suite des essais.

Ces essais préliminaires ont donc permis d'aboutir à une méthodologie plus adaptée aux essais à effectuer. En effet, la fabrication des éprouvettes, leur géométrie ainsi que l'étape de mise en place de celles-ci dans la machine d'essais sont optimisés afin d'obtenir des résultats plus fiables par la suite. La méthodologie finale est présentée dans le chapitre suivant.

CHAPITRE 3

MÉTHODOLOGIE

3.1 Préparation des éprouvettes

3.1.1 Matériel

Les éprouvettes de PLA sont obtenues à partir de granulés de PLA Ingeo® 2500 HP de NatureWorks, fabriqués à Blair (Nebraska, Etats-Unis), dont la fiche technique est donnée en ANNEXE II. Ces granulés (diamètre moyen 2 mm, longueur moyenne 3 mm) sont séchés dans un dessiccateur pendant 24 heures à 35°C avant d'être injectés.

3.1.2 Moulage par injection

L'injection s'effectue sur une presse à injection plastique Sumito SE 50S de 50 tonnes (Figure 3.1).

Figure 3.1 : Presse à injection plastique
Sumito SE 50S

Les granulés de PLA séchés au préalable sont introduits dans la trémie menant à la vis de plastification. Celle-ci est animée d'un mouvement de rotation à une vitesse de 100 tr/min. Le profil de température dans le fourreau est représenté ci-dessous (Figure 3.2) :

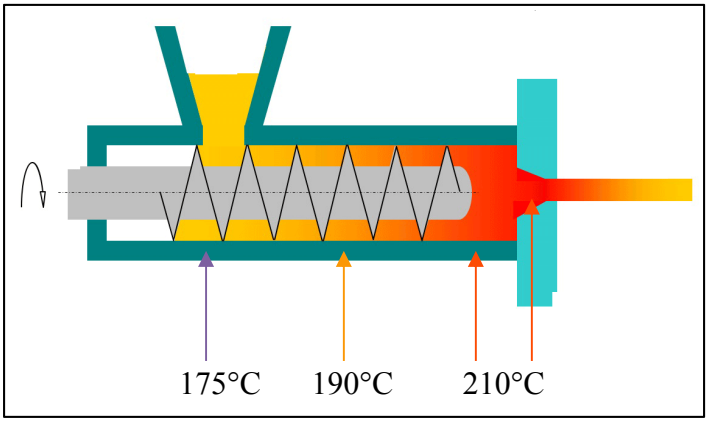

Figure 3.2 : Profil de température dans le fourreau

Le plastique fondu devant la vis est injecté à une vitesse de 40 mm/s et à une pression de 74 MPa pendant 3 secondes. Une pression de maintien de 40,7 MPa est ensuite appliquée pendant 10 secondes pour compenser le retrait du PLA lors de sa solidification. Enfin, l'éprouvette est démoulée après 40 secondes de refroidissement dans le moule, lui-même maintenu à une température de 30°C par un circuit de refroidissement à l'eau.

3.1.3 Conditionnement des éprouvettes

Suite à l'injection, les éprouvettes sont placées dans une étuve sous vide à température ambiante.

3.2 Méthode de test

3.2.1 Essai de traction monotone à hautes températures

Les essais de traction statique sont conduits en accord avec la norme ASTM D638-10 : Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics.

3.2.1.1 Paramètres d'essai

Les essais de traction monotone sont réalisés sur des éprouvettes de type I préconisées par la norme ATSM D638-10, dont les dimensions sont données sur la Figure 3.3 et dans le Tableau 3.1 :

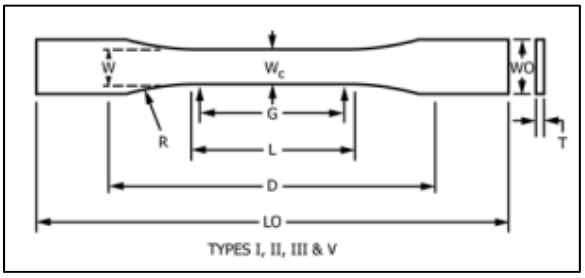

Figure 3.3 : Éprouvette de Type I
Tiré de ASTM D638-10, 2010, p.3

Tableau 3.1: Dimensions et tolérances d'une éprouvette de Type I
Tiré de ASTM D638-10, 2010, p.3

	T	W	L	WO	LO	G	D	R
Dimension (mm)	3,2	13	57	19	165	50	115	76
Tolérance (mm)	± 0,4	± 0,5	± 0,5	+ 6,4	165 min	± 0,25	± 5	± 1

La section de chaque éprouvette est mesurée à l'aide d'un pied à coulisse au centre de l'éprouvette et à 5 mm de chaque extrémité de la longueur de jauge, tel qu'indiqué dans la norme. Ces mesures sont regroupées dans le Tableau-A III-1 de l'ANNEXE III.

Les essais sont menés à 3 températures différentes : 31, 44 et 52°C. Pour chacune d'elles, 5 tests sont effectués afin de s'assurer de la répétabilité des essais. De plus, chaque test est réalisé à une vitesse de 1 mm par minute afin de rompre l'éprouvette en moins de 5 minutes à température ambiante (23°C).

3.2.1.2 Machine d'essai

Les essais sont réalisés sur une machine électromécanique Insight 50 de MTS, ayant une capacité de 50 kN (Figure 3.4). Celle-ci est munie d'une chambre environnementale intégrée au sein de laquelle la température, pouvant atteindre 315°C, est contrôlée et précise à ± 3°C. Deux thermocouples sont utilisés afin de mesurer la température de l'air à l'intérieur de la chambre environnementale et la température de l'éprouvette. Ces mesures sont acquises par le logiciel TestWorks de MTS, ainsi que par un programme LabView. Ce dernier enregistre les mesures en parallèle étant donné que l'extensomètre utilisé n'est pas de marque MTS et n'est, par conséquent, pas pris en charge par le logiciel TestWorks. Lors d'un essai, la force appliquée à l'éprouvette, le déplacement du mors mobile, l'écartement de l'extensomètre ainsi que la température des deux thermocouples sont enregistrés.

Figure 3.4 : Machine de traction
MTS Insight

3.2.1.3 Extensomètre

Un extensomètre à couteaux de marque Epsilon est associé à la machine d'essai afin d'enregistrer l'allongement de l'éprouvette au cours de l'essai. Cet extensomètre, dont les couteaux sont initialement espacés de 1 pouce (25,4 cm), est placé au centre de l'éprouvette et peut mesurer un allongement maximal de 6,25 mm (soit un allongement de 25%).

3.2.1.4 Exploitation des résultats

Comme vu dans la section 1.2., les essais de traction monotones fournissent plusieurs informations sur les propriétés mécaniques du matériau, rappelées ici avec leur formule de calcul :

- Module d'élasticité (E) : pente du domaine élastique linéaire dont l'équation est :

$$\sigma = E.\varepsilon \tag{3.1}$$

- Résistance à la traction nominale (σ_m) : contrainte maximale dans le domaine viscoélastique

$$\sigma_m = F_{max}/S_0 \tag{3.2}$$

De plus, l'écart-type, s, est également calculé afin de mesurer la dispersion des résultats :

$$s = \sqrt{(\sum X^2 - m\bar{X}^2)/(m-1)} \tag{3.3}$$

La variable X représente la valeur de la propriété observée, $\bar{X}$ la moyenne arithmétique de cette propriété et m le nombre d'observations effectuées.

Afin de vérifier la répétabilité des résultats, la norme ASTM D638-10 préconise de calculer *I*, appelé ici indice de répétabilité, défini comme suit :

$$I = 2{,}83 * s \tag{3.4}$$

Les résultats sont jugés suffisamment répétables lorsque les valeurs les plus éloignés de la propriété observée ne diffèrent pas de plus de *I*.

Rapport-Gratuit.com

Afin d'avoir une meilleur visibilité de la répétabilité des résultats, l'écart-type relatif (pourcentage de l'écart-type par rapport à la moyenne) est également calculé :

$$s\% = 100 * s/\bar{X} \tag{3.5}$$

3.2.2 Essais de fatigue en traction

Les essais de fatigue en traction sont conduits en accord avec la norme ASTM D7791-12 : Standard Test Method for Uniaxial Fatigue Properties of Plastics.

3.2.2.1 Essais de traction préliminaires

Les essais monotones sont menés à température ambiante (23°C) sur la même machine que les essais de fatigue afin que les réglages ou les imprécisions de celle-ci n'aient aucune influence sur les résultats.

La machine utilisée est une MTS uniaxiale de type servo-hydraulique ayant une capacité de 250 kN (Figure 3.5). La résistance en traction du PLA étant de l'ordre de quelques milliers de Newton, une cellule de charge de 100 kN est ajoutée dans le but d'avoir une plus grande précision des mesures pour l'exploitation des résultats.

Cette machine est associée au logiciel Station Manager de MTS Systems Corporation, dont le module Basic TestWare permet de mener des essais de traction monotone.

3.2.2.2 Paramètres d'essai

Les éprouvettes utilisées pour les essais de fatigue sont les mêmes que celles testées en statique (Voir 3.2.1.Essai de traction monotone), afin de respecter la norme ASTM D7791-12. Les sections sont également mesurées de la même façon (Tableau-A III-2).

Les principaux paramètres d'un essai de fatigue sont regroupés dans le tableau ci-dessous (Tableau 3.2).

Tableau 3.2 : Paramètres des essais de fatigue

Mode de contrôle	Force
Forme du signal	Sinusoïdal
Fréquence du signal	4 Hz
Rapport de charge	0,1

Le taux de charge, c'est-à-dire le pourcentage de la résistance à la traction utilisé comme charge maximale appliquée à l'éprouvette lors de l'essai, est le paramètre variable de l'étude. 6 taux de charges sont testés entre 50 et 80% et 4 essais sont effectués par taux de charge.

3.2.2.3 Machine d'essai

La machine utilisée pour les tests de fatigue est la même que celle décrite précédemment à la section 3.2.2.1. (Figure 3.5), mais avec le module MultiPurpose TestWare (MPT) de Station Manager. Celui-ci permet de programmer l'essai de fatigue et l'acquisition des données lors de l'essai. La façon dont les essais sont programmés est représentée sur la Figure 3.6.

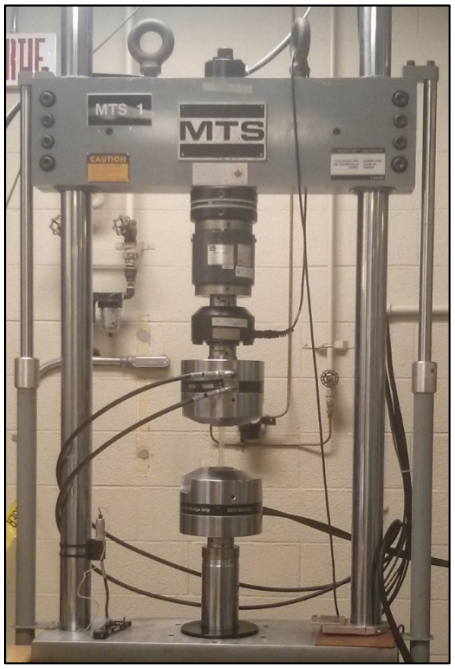

Figure 3.5 : Machine de fatigue MTS

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

De plus, les crêtes et vallées de 10 cycles sont acquises tous les 100 cycles et les cycles complets sont enregistrés lorsque le déplacement est supérieur à une certaine valeur (dépendante du taux de charge) afin d'être sûr d'avoir les informations relatives aux derniers cycles avant rupture. Lors de l'acquisition, le temps, le nombre de cycles, la force et le déplacement sont enregistrés.

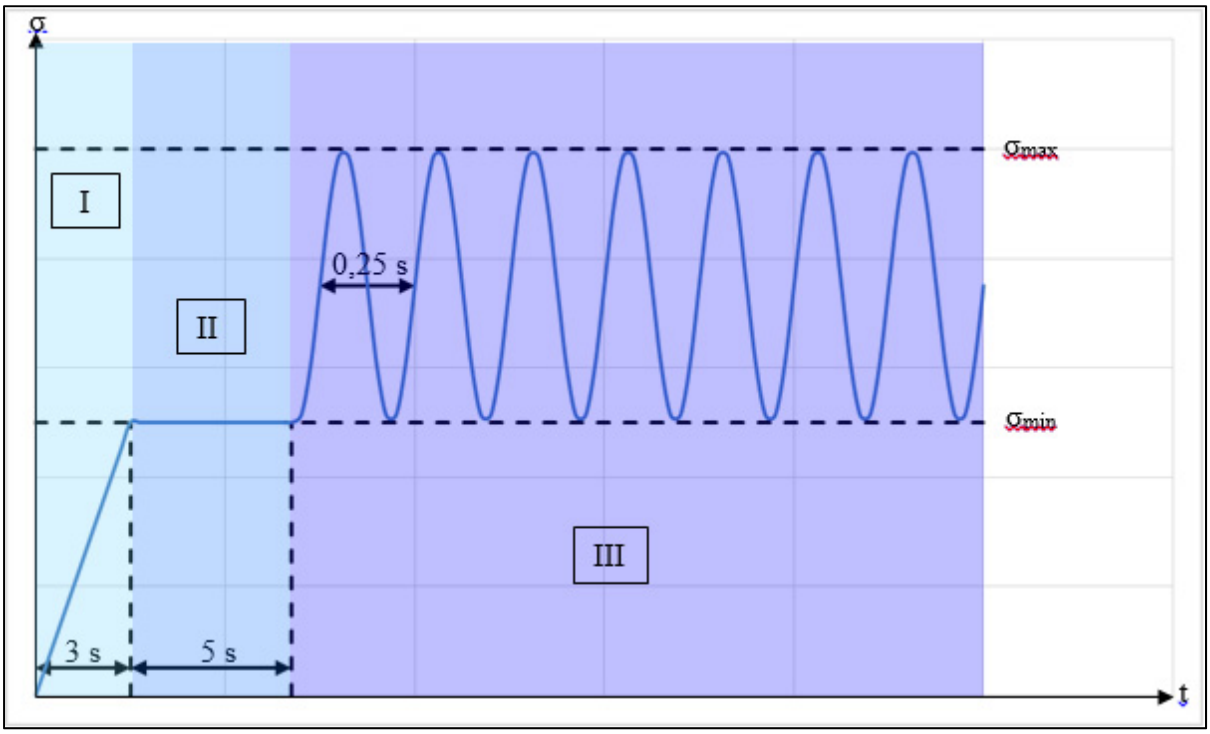

Figure 3.6 : Schéma des charges appliquées à l'éprouvette.
I : Précharge, II : Pause et remise à 0 du déplacement, III : Sollicitation cyclique

3.2.2.4 Mise en place de l'éprouvette

Lors de la réalisation des essais, il est important que l'axe des éprouvettes et celui de la machine soient alignés. Pour s'en assurer, la ligne médiane de chaque éprouvette, tracée au préalable, est alignée avec la graduation centrale des mors inférieur et supérieur. Ces mors appliquent une pression de 10 bars à chaque extrémité de l'éprouvette, permettant de la maintenir en place sans l'écraser.

3.2.2.5 Exploitation des résultats

Les essais de fatigue permettent de tracer la courbe de Wöhler dont il a déjà été sujet dans la section 1.3.1.

3.2.3 Observation des faciès de rupture au MEB

Les faciès de rupture sont observés au microscope électronique à balayage (MEB) de marque Hitachi, modèle S-3600N, utilisé en mode SE (détecteur d'électrons secondaires). Pour cela, les deux morceaux d'une même éprouvette sont coupés à environ 1 cm de la surface de rupture. Ces surfaces sont ensuite métallisées à l'or (fine pellicule de 20 nm) pour les rendre conductrices. Les échantillons ainsi obtenus sont placés dans la chambre à vide du MEB sous 5 kV pour être observés à un fort grossissement.

CHAPITRE 4

RÉSULTATS ET DISCUSSION

4.1 Essais de traction

4.1.1 A température ambiante

Les courbes contrainte-déformation enregistrées lors des essais à température ambiante apparaissent sur la Figure 4.1. Ces tests sont réalisés à un taux d'humidité ambiant de 26%.

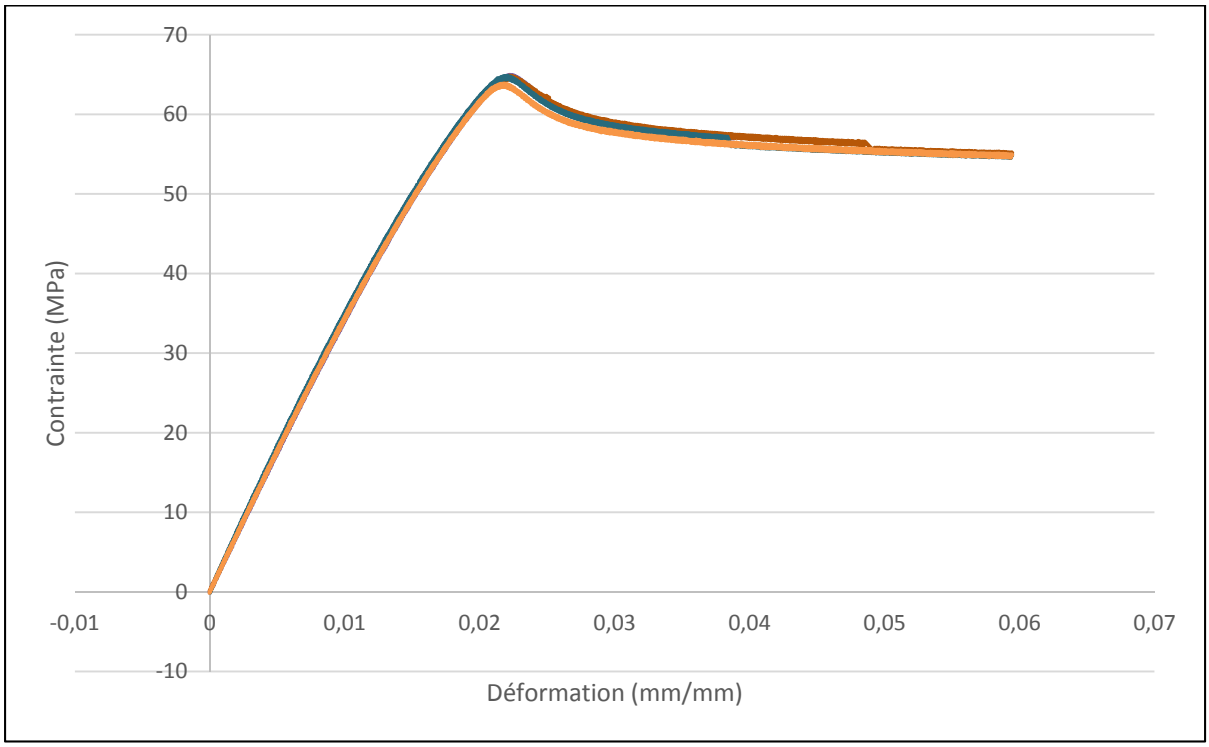

Figure 4.1 : Courbes contrainte-déformation du PLA à 23°C

Le module d'élasticité et la résistance à la traction de chaque essai sont indiqués dans le Tableau 4.1. Le module d'élasticité est calculé manuellement à partir des premiers points de la courbe. Dans ce même tableau, apparaissent également la valeur moyenne, l'écart-type, l'écart type relatif, le coefficient I et l'écart entre les deux valeurs extrêmes ($X_{max} - X_{min}$).

Tableau 4.1 : Synthèse des résultats de traction à température ambiante

Éprouvette	Contrainte max (MPa)	Module d'élasticité (MPa)
1	63,85	3630
2	64,83	3719
3	64,52	3575
4	64,96	3507
Moyenne	**64,54**	**3608**
Écart-type	0,49	89
s%	**0,8%**	**2,5%**
I	**1,30**	**252**
X_{max} - X_{min}	1,11	212

La condition de répétabilité de la norme ASTM D638-10 est respectée, et le faible écart-type relatif indique que les résultats présentent une forte répétabilité, ce qui justifie que seules 4 éprouvettes sont testées et non 5.

La résistance à la traction des éprouvettes de PLA testées dans cette étude s'élève à 64,5 MPa. Cette valeur est en accord avec celle annoncée par NatureWorks LCC (65,5 MPa) puisqu'elle diffère de 1 MPa, soit un écart de moins de 2%.

Le module d'élasticité, quant à lui, est très inférieur à celui donné dans la fiche technique de NatureWorks LCC, puisqu'ils sont respectivement de 3,6 et 4,7 GPa, soit un écart de près de 25%. Cette diminution peut trouver son origine dans la mise en forme des éprouvettes. En effet, le procédé de fabrication a une influence sur le degré de cristallinité du PLA, et par conséquent, sur ses propriétés mécaniques. Deux méthodes de fabrication différentes peuvent donc être à l'origine de la variation du module d'élasticité.

L'ensemble de ces résultats est toutefois cohérent avec les valeurs de module d'élasticité et de résistance à la traction trouvées dans la littérature.

4.1.2 A hautes températures

De même qu'à température ambiante, la courbe contrainte-déformation de chaque éprouvette est acquise selon la méthodologie du chapitre précédent et représentée sur la Figure 4.2. Il est à noter que la chambre thermique limite le déplacement axial du mors mobile, rendant l'allongement de certaines éprouvettes insuffisant pour les amener à rompre. Sur la Figure 4.2, une flèche indique l'arrêt de l'essai avant la rupture.

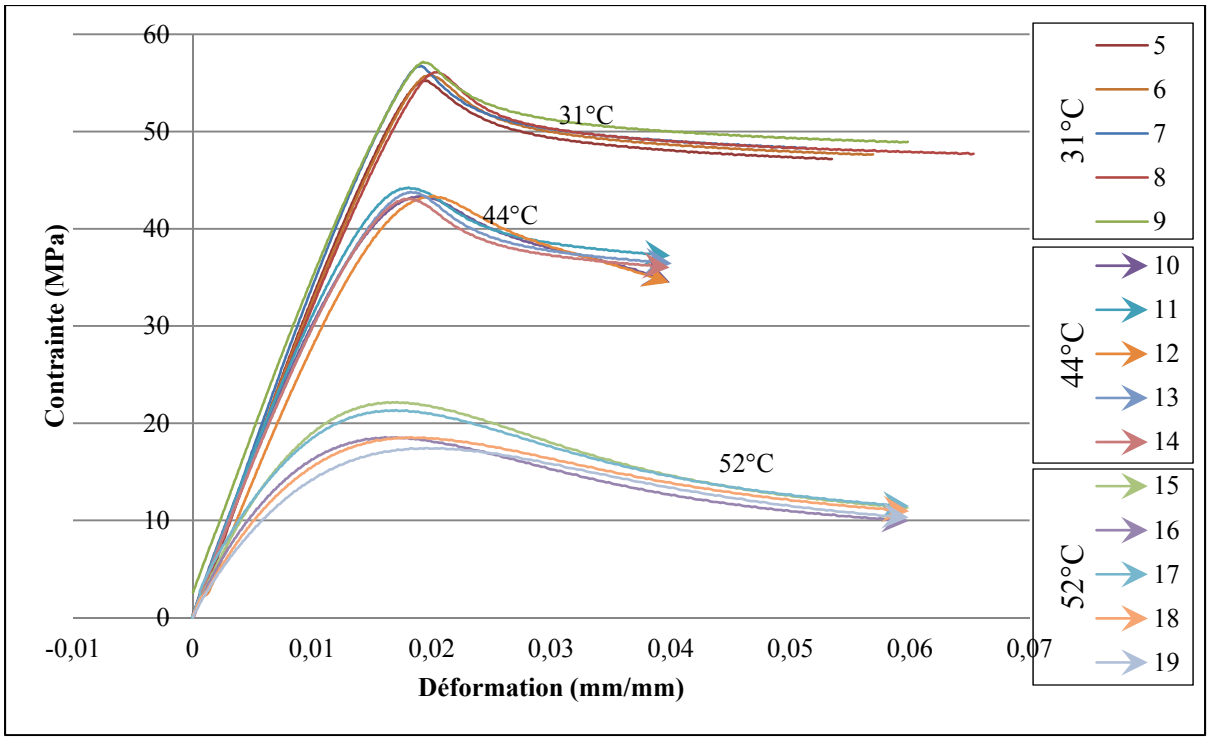

Figure 4.2 : Courbes contrainte-déformation du PLA à 31, 44 et 52°C

L'arrêt de l'essai avant rupture ne pose pas de problème étant donné que le domaine plastique de la courbe n'est pas exploitable. En effet, le phénomène de striction apparaissant, la section utile de l'éprouvette n'est plus constante, rendant le calcul de la contrainte par l'équation (1.1) obsolète dans ce domaine. Afin de pouvoir calculer les propriétés mécaniques dans le domaine plastique, la déformation de l'éprouvette dans chaque direction devrait être mesurée, ce qui n'est pas le cas dans le cadre de cette étude.

Le Tableau 4.2 regroupe les températures d'essai, les contraintes maximales relevées et les modules d'élasticité calculés.

Tableau 4.2 : Synthèse des résultats de traction à hautes températures

T =	**31**		**°C**	**T =**	**44**		**°C**	**T =**	**52**		**°C**
Id	T (°C)	Smax (Mpa)	E (Mpa)	**Id**	T (°C)	Smax (Mpa)	E (Mpa)	**Id**	T (°C)	Smax (Mpa)	E (Mpa)
5	31,6	55,2	3267	**10**	44,3	43,4	3337	**15**	52,3	22,2	2745
6	31,5	55,8	3248	**11**	44,3	44,2	3365	**16**	52,4	18,6	2556
7	31,6	56,7	3404	**12**	44,4	43,4	3017	**17**	52,2	21,3	2466
8	30,9	56,1	3184	**13**	44,4	43,8	3220	**18**	52,3	18,6	2294
9	29	57,1	3233	**14**	44,4	43,1	3178	**19**	51,6	17,5	2081
Moyenne	**30,92**	**56,2**	**3267**		**44,36**	**43,6**	**3223**		**52,16**	**19,6**	**2428**
Écart type	1,11	0,76	82		0,05	0,45	139		0,32	2,03	253
s%	**3,6%**	**1,3%**	**2,5%**		**0,12%**	**1,0%**	**4,3%**		**0,62%**	**10,3%**	**10,4%**
I	3,14	2,15	232		0,14	1,27	393		0,90	5,74	716
X_{max} - X_{min}	2,6	1,92	220		0,10	1,15	348		0,80	4,72	664

Les essais à 31 et 44°C présentent à nouveau une très bonne répétabilité puisque les écarts-types varient de 1 à 4,3% de la valeur moyenne. Bien qu'ils atteignent 10% pour les essais à 52°C, la répétabilité reste très convenable et respecte la condition de la norme.
Les courbes contrainte-déformation montrent qu'à 52°C, température proche de la transition vitreuse, le PLA possède un domaine élastique quasi-inexistant.

La courbe en Figure 4.3 représente le module d'élasticité ainsi que la résistance à la traction en fonction de la température de test. L'augmentation de température au sein des éprouvettes de PLA diminue considérablement ses propriétés en traction. En effet, le passage de 23°C à 52°C a pour conséquence une perte de 30% du module d'élasticité et de 60% de la contrainte maximale. Cette diminution est principalement due à une chute importante des propriétés mécaniques à 52°C. En amont de cette température, la résistance à la traction montre un domaine linéaire pouvant être modélisé par l'équation (4.1) ci-dessous.

$$\sigma_m = \alpha + \beta T \tag{4.1}$$

où α et β sont des coefficients constants égaux respectivement à *87,3* et *-0,996.*

Il est important de noter que cette modélisation ne prend en compte que 3 points peu espacés les uns des autres. En effet, la chambre thermique disponible pour les essais, ne possédant pas de circuit de refroidissement, est très proche de sa limite basse de fonctionnement aux températures étudiées. Celles-ci sont par conséquent très difficiles à stabiliser et les essais n'ont pas pu être conduits à une plus grande variété de températures.

La modélisation du module d'élasticité par une droite est également testée mais celle-ci, conduisant à un coefficient de corrélation très faible (R=0,6), n'est pas pertinente et n'est donc pas tracée ici.

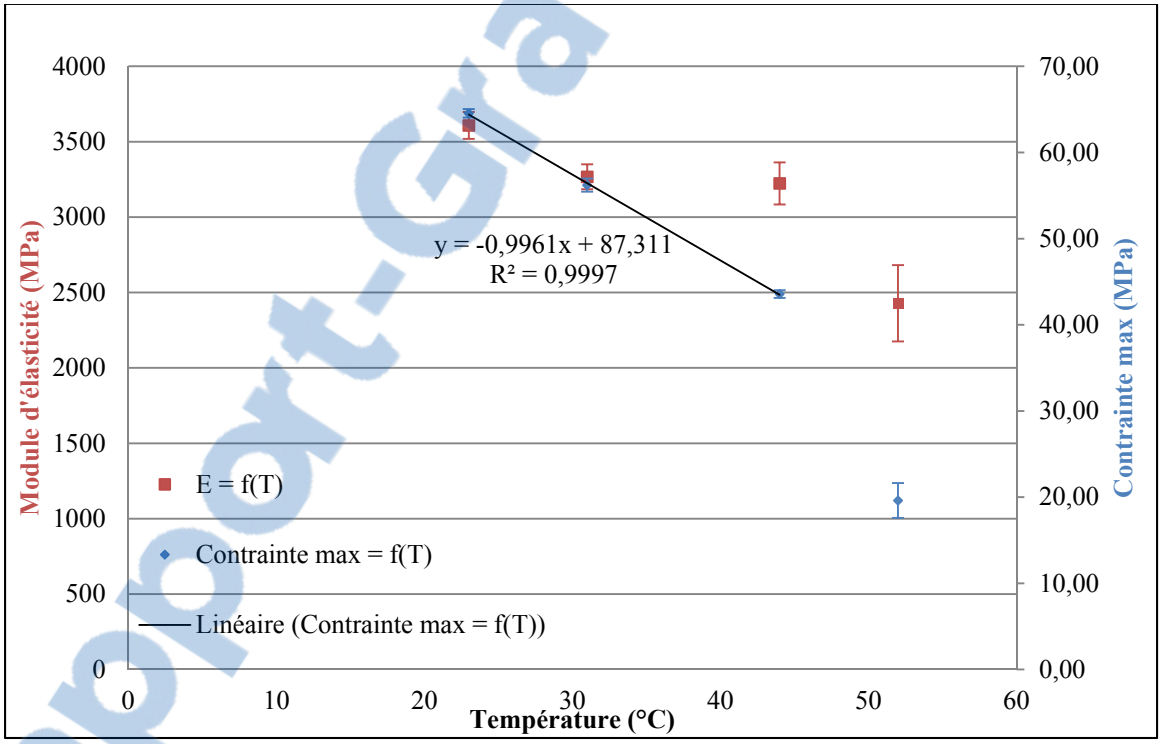

Figure 4.3 : Module d'élasticité et résistance à la traction du PLA en fonction de la température

La forte diminution des propriétés mécaniques à 52°C indique que l'effet de la transition vitreuse (T_g = 55 à 60°C) est ressenti avant que celle-ci ait lieu. Ceci montre l'existence d'une température limite, inférieure à T_g, au-delà de laquelle les propriétés mécaniques du PLA chutent.

Rapport-Gratuit.com

4.1.3 Modèle de Chamis

A partir de ces résultats de traction, le taux de rétention de la contrainte maximale et du module d'élasticité sont calculés grâce à la formule de Chamis rappelée ici.

$$F_m = \frac{P}{P_0} = \sqrt{\frac{T_g - T}{T_g - T_0}} \tag{4.2}$$

Ces valeurs sont rassemblées dans le et comparées à la valeur théorique obtenue à partir des différentes températures. L'essai de référence est ici celui effectué à 23°C.

Tableau 4.3 : Taux de rétention des propriétés mécaniques

	23°C	**31°C**	**44°C**	**52°C**
Valeur théorique	1 (ref)	0,866	0,586	0,306
Valeur calculée σ_m	1 (ref)	0,871	0,675	0,304
Valeur calculée E	1 (ref)	0,905	0,893	0,673

Dans notre cas, le modèle de Chamis fonctionne correctement pour la contrainte maximale puisque les valeurs du taux de rétention sont très proches. En revanche, un écart notable est présent dans le cas du module d'élasticité. Toutefois, la valeur du module d'élasticité calculé à partir de la valeur théorique du modèle de Chamis est moins élevée que la valeur réelle. Des calculs de structure effectués en se basant sur la valeur théorique conduiront donc à une marge de sécurité importante.

4.1.4 Théorie de l'endommagement

Un simple essai de traction permet également de vérifier la théorie de l'endommagement. Pour cela, le point (ε_0, F_0) et la valeur de ε_{cr} sont relevés sur la courbe contrainte-déformation. La Figure 4.4 montre ce relevé pour les essais à 23 °C.

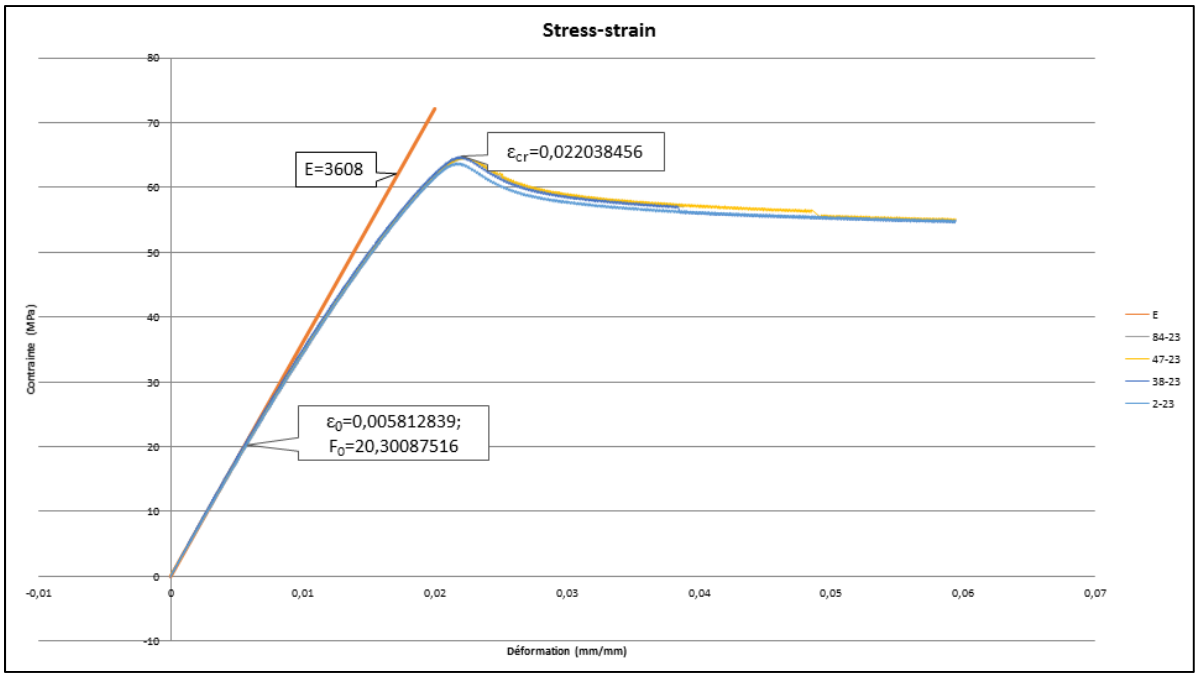

Figure 4.4 : Théorie de l'endommagement - Relevé des données

A partir de ces données et des équations (1.4) et (1.5), la courbe contrainte-déformation théorique du PLA à 23°C est tracée à l'aide du logiciel MatLab (Figure 4.5). Le programme MatLab ayant mené à cette courbe est donné en ANNEXE IV.

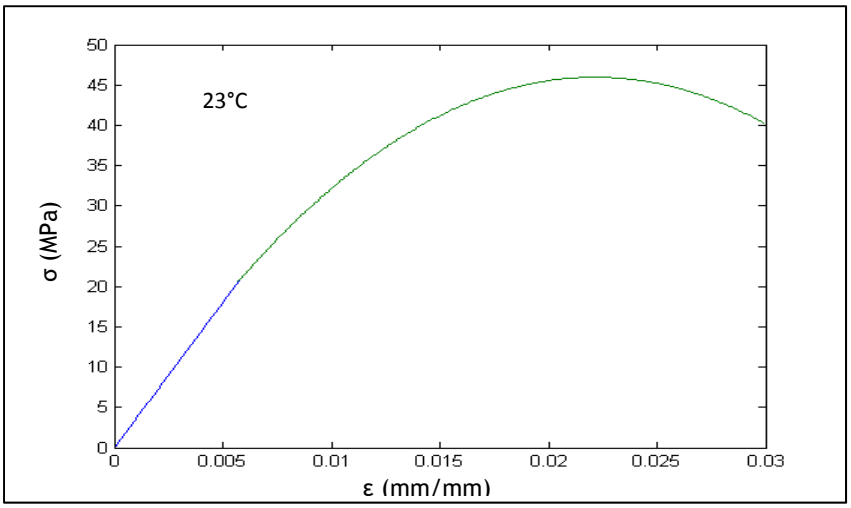

Figure 4.5 : Théorie de l'endommagement
Courbe contrainte déformation

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

De la même façon, les courbes contrainte-déformation théoriques du PLA à 31, 44 et 52°C sont tracées. Les contraintes maximales relevées sur ces courbes sont regroupées dans le Tableau 4.4.

Tableau 4.4 : Théorie de l'endommagement
Contraintes maximales

	23°C	**31°C**	**44°C**	**52°C**
Valeur théorique (MPa)	**45,9**	**37,7**	**34,5**	**22,9**
Valeur expérimentale (MPa)	**64,5**	**56,2**	**43,6**	**19,6**
Ecart	**+29%**	**+33%**	**+20%**	**-16%**

L'écart entre la valeur obtenue par la théorie de l'endommagement et celle relevée sur les courbes expérimentales varie de 15 à 35% environ. La théorie de l'endommagement n'est donc pas suffisamment fiable dans notre cas. Cet écart important peut notamment s'expliquer par l'absence de précision et de méthode donnée par la théorie de l'endommagement pour la position du point (ε_0, F_0). En effet, celui-ci, marquant le début de l'endommagement, c'est-à-dire le passage du domaine élastique linéaire au domaine plastique, est obtenu visuellement. Un manque de précision sur ces données est donc certain, conduisant à des valeurs théoriques imprécises également.

4.2 Essais de fatigue

Les résultats des essais de fatigue apparaissent sur la courbe de Wöhler en Figure 4.6 : Courbe de Wöhler du PLAFigure 4.6. Des essais ont également étés réalisés à des taux de charge de 40 et 50% comme annoncé dans la méthodologie mais ce sont révélés non concluants. En effet, les éprouvettes testées à ces taux de charge ont systématiquement rompues dans les mors. Ceci s'explique par la forte pression dans les mors hydrauliques de serrage de l'éprouvette. Celle-ci étant déjà à son minimum, il n'est pas possible de la

diminuer pour éviter la rupture fragile dans les mors. Au-delà de 60%, ce phénomène n'apparait plus et les éprouvettes se rompent dans la longueur de jauge.

La courbe de Wöhler se limite donc à 5 taux de charge : 60, 65, 70, 75 et 80% de la contrainte maximale en traction monotone. Les essais sont réalisés à un taux d'humidité de 25±3 %.

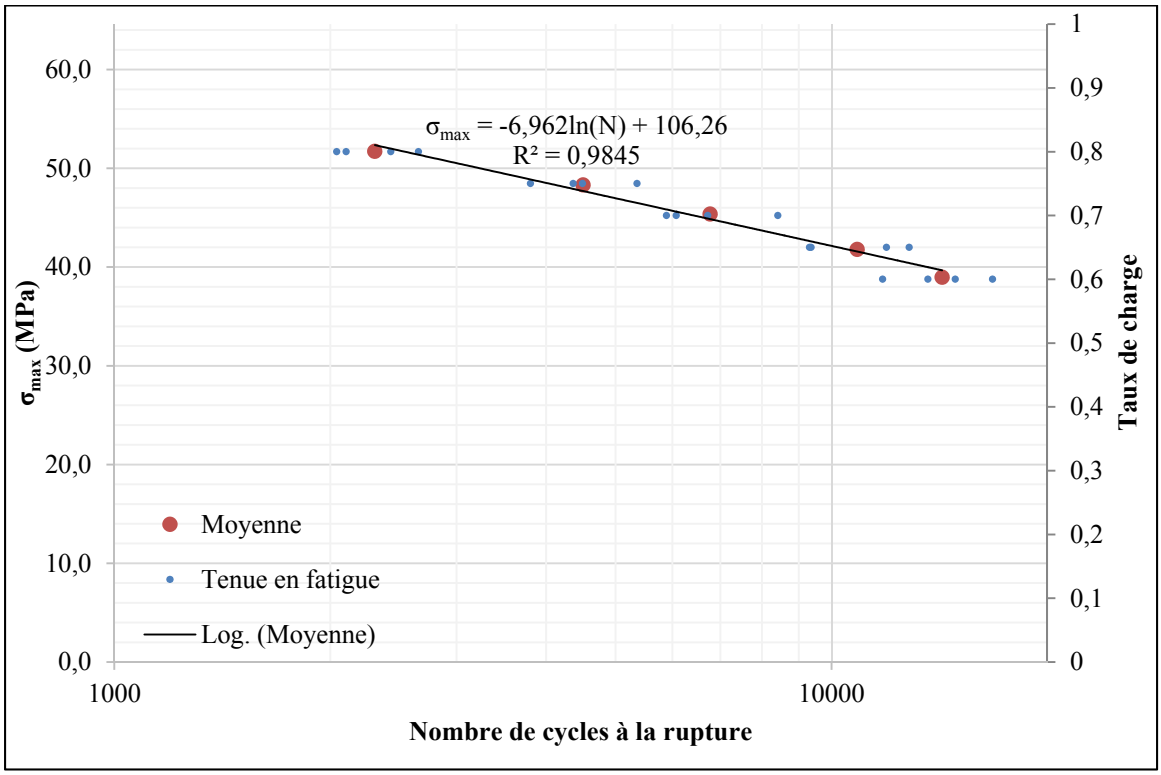

Figure 4.6 : Courbe de Wöhler du PLA

La moyenne du nombre de cycles à la rupture est calculée pour chaque taux de charge à partir des quatre résultats obtenus lors des essais. Les résultats et les écart-types sont synthétisés dans le Tableau 4.5. Encore une fois, l'écart-type relatif ne dépasse pas 15%, indiquant une dispersion des résultats relativement faible.

Tableau 4.5 : Résultats des essais de fatigue du PLA par taux de charge en % de σ_m

80%			75%			70%			65%			60%		
Id éprouvette	**N**	**σ_{max}**	**Id**	**N**	**σ_{max}**	**Id**	**N**	**σ_{max}**	**Id**	**N**	**σ_{max}**	**Id**	**N**	**σ_{max}**
20	2042	51,7	**24**	4496	48,7	**28**	5888	45,3	**32**	12833	41,8	**36**	11784	39,0
21	2655	51,7	**25**	5356	48,2	**29**	8418	45,4	**33**	11930	41,6	**37**	16771	39,0
22	2105	51,7	**26**	4363	48,1	**30**	6721	45,4	**34**	9365	41,7	**38**	13628	38,9
23	2430	51,8	**27**	3804	48,1	**31**	6074	45,3	**35**	9320	42,1	**39**	14877	39,0
Moyenne	**2308**	**51,7**		**4505**	**48,3**		**6775**	**45,4**		**10862**	**41,8**		**14265**	**39,0**
Écart-type	249			556			998			1553			1818	
s%	**10,8**			**12,3**			**14,7**			**14,3**			**12,7**	

La loi de Basquin du PLA est extraite à partir des valeurs moyennes de chaque taux de charge et est donnée par l'équation (4.3).

$$\sigma_m = -6.96 \ln(N) + 106 \qquad \text{(MPa)} \qquad (4.3)$$

Celle-ci n'est pas semblable à la loi logarithmique mise en évidence par Averett et al. (2011) (équation (1.11)). En effet, les films de PLA étudiées par ces auteurs ont une tenue en fatigue moins élevée que les éprouvettes de PLA étudiées ici. Par exemple, pour un taux de charge de 60%, les éprouvettes ont une durée de vie moyenne en fatigue de 14265 cycles contre 3041 pour les films de PLA. Ceci peut s'expliquer par la géométrie des échantillons testés. En effet, une hétérogénéité a un impact plus important sur la surface très étroite d'un film que sur la surface plus grande des éprouvettes de type I. De plus, une fois la fissure initiée, la rupture survient plus rapidement sur un film que sur une pièce massive. La différence entre les deux équations peut également trouver son origine dans la méthode de fabrication et la matière première qui diffèrent.

Du fait de n'avoir pu descendre sous 60% de taux de charge, aucune asymptote horizontale n'est mise en évidence lors de cette étude. Comme Averett et al. (2011), le PLA ne présente pas de limite d'endurance dans la plage de contraintes étudiée.

Les faciès de rupture du PLA sont observés au MEB. Celui de l'éprouvette 26, testée à 75% est donné en Figure 4.7.

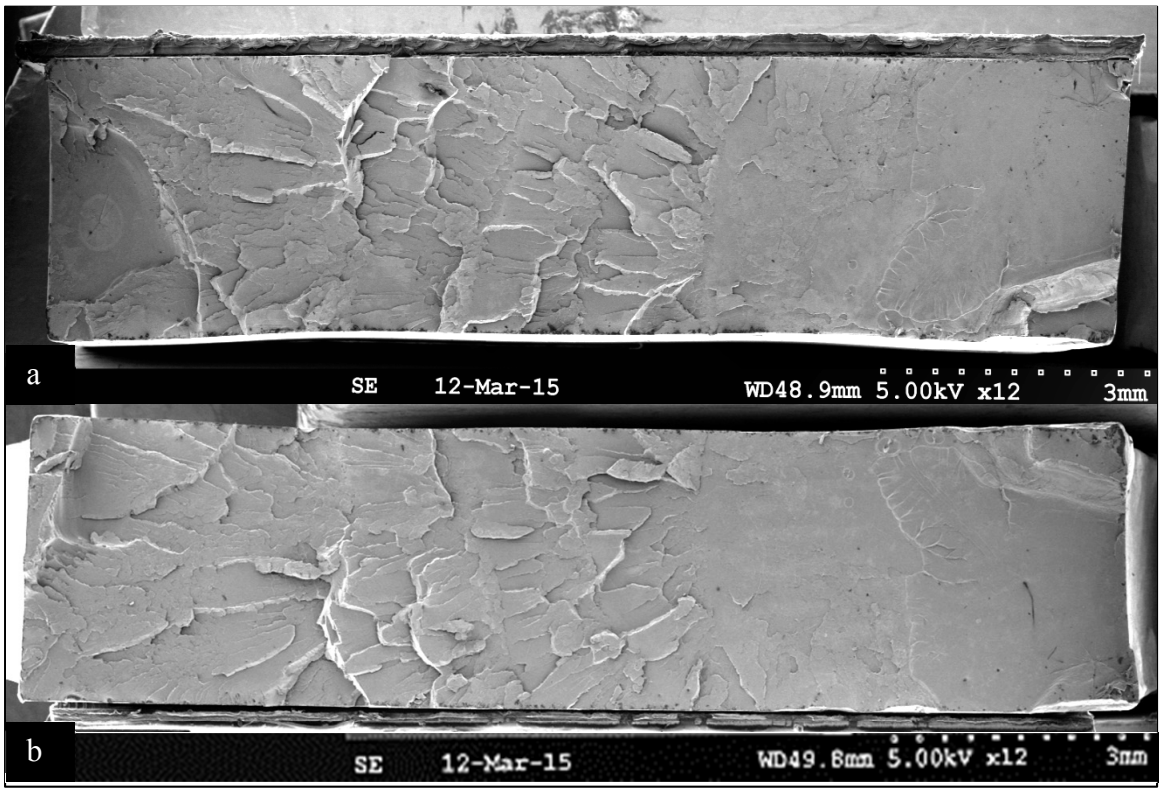

Figure 4.7 : Faciès de rupture du PLA à 75% (MEB)
a. Face 1; b. Face 2

Sur cette image, deux zones distinctes peuvent être distinguées, correspondant chacune à un mécanisme de rupture. La première zone, apparaissant à un plus fort grossissement sur la Figure 4.8, est lisse. Selon Hertzberg, elle correspond à la propagation lente de la fissure. Le point d'initiation de la fissure n'est pas visible sur cette photo. Contrairement à ce qui se trouve dans la littérature, aucun cercle n'est visible dans cette zone, même à très fort grossissement. La propagation lente de la fissure est suivie par la rupture fragile et rapide de l'éprouvette. Cette zone (Figure 4.9) est beaucoup plus rugueuse et occupe environ 2/3 de la surface de l'éprouvette. Des portions de cercles concentriques sont présents dans cette zone et comparables à ceux cités par Hertzberg, Vinci et Hertzberg (2012) (Figure 1.16 a), bien

que dans le cas du PLA, ces cercles sont plus espacés, laissant pensé que la fissure ce propage plus rapidement.

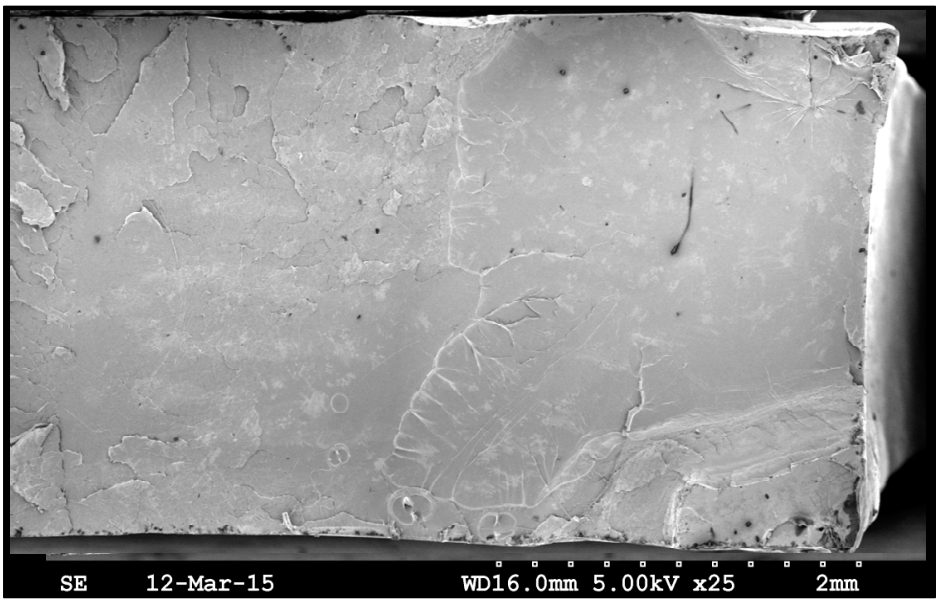

Figure 4.8 : Zone lisse du faciès de rupture du PLA

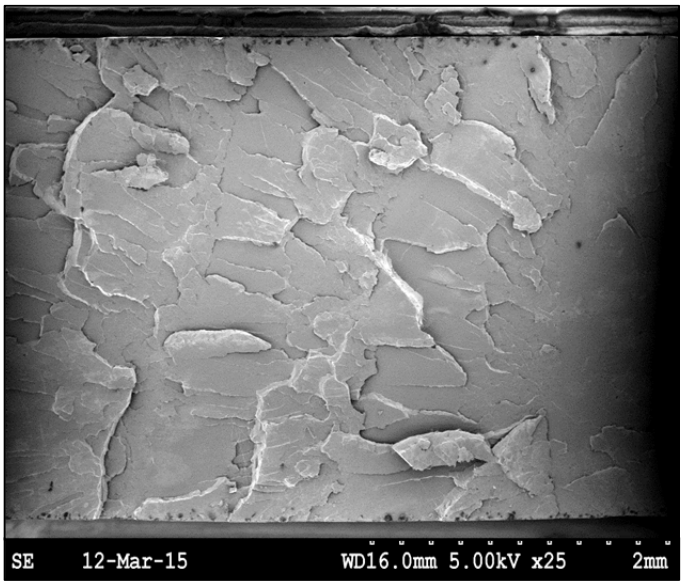

Figure 4.9 : Zone rugueuse du faciès de rupture du PLA

Les faciès de rupture sont identiques pour chaque taux de charge (Voir ANNEXE V). Les mécanismes de ruptures sont donc les mêmes.

De plus, afin de confirmer que les éprouvettes à 40 et 50% n'ont pas rompu en fatigue en traction, leurs faciès de rupture sont également observés. Un de ceux-ci est visible sur la Figure 4.10. L'ensemble de la surface est nettement plus accidenté et aucun mécanisme de rupture expliqué précédemment ne peut être relevé. Cette image confirme donc qu'il ne s'agit pas d'une rupture en fatigue en traction.

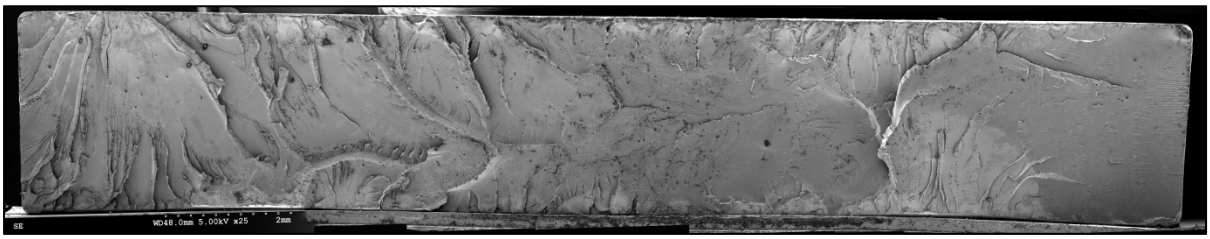

Figure 4.10 : Faciès de rupture en torsion du PLA

L'observation des faciès de rupture permet donc de confirmer le mode de rupture et d'analyser les mécanismes qui en sont à l'origine. Ainsi, les mécanismes mis en jeu dans la rupture du PLA en fatigue à température ambiante sont l'initialisation de la fissure puis sa propagation lente faisant apparaitre un faciès très lisse, suivie de la rupture rapide et fragile représentée par une surface rugueuse sur laquelle il est possible de distinguer des cercles concentriques

CONCLUSION

La possibilité de remplacer les polymères fossiles par des biopolymères exige des connaissances approfondies des propriétés de ces derniers. Dans cette optique, ce mémoire s'est proposé d'étudier les propriétés mécaniques de l'acide poly-lactique, polymère biosourcé et biodégradable très prometteur, et plus particulièrement de répondre à deux questions à propos de ce biopolymère :

1) Quel est l'effet de la température sur les propriétés en traction du PLA ?
2) Quel est le comportement en fatigue du PLA ?

Cette étude a montré que l'augmentation de la température au sein du PLA implique une diminution importante de ses propriétés en traction. Le module d'élasticité et la résistance à la traction montrent une chute importante lorsque la température d'essai est proche de la température de transition vitreuse. De plus une décroissance linéaire a été mise en évidence en ce qui concerne la résistance à la traction pour une plage de température restreinte.

L'étude de la tenue en fatigue du PLA a permis de tracer la courbe de Wöhler de ce matériau. La durée de vie en fatigue du PLA est donc maintenant connue pour des taux de charge compris entre 60 et 80% de la résistance à la traction. Les faciès de rupture ont également été observés afin de tirer des conclusions quant aux mécanismes de rupture en fatigue uniaxiale. Ces mécanismes se sont révélés semblables à ceux mentionnés dans la littérature, à savoir une propagation lente de la fissure caractérisée par une surface lisse, suivie d'une rupture fragile et rapide révélée par une surface très rugueuse.

Rapport-Gratuit.com

RECOMMANDATIONS

Bien que le travail mené dans cette recherche ait mené à des résultats concluants, ceux-ci pourraient être complétés par les études suivantes :

- Étude des propriétés en traction du PLA à des températures inférieures à la température ambiante;
- Étude des propriétés en traction du PLA à un plus grand nombre de températures comprises entre la température ambiante et la température de transition vitreuse afin de confirmer l'existence d'un domaine linéaire de la résistance à la traction;
- Étude de la tenue en fatigue en traction à des taux de charge inférieurs à 60% sur une machine empêchant d'avoir un couple de torsion au sein de l'éprouvette;
- Étude de la tenue en fatigue du PLA à différentes températures;
- Étude de la tenue en fatigue du PLA à différents taux de charge;
- Vérification de l'hypothèse que la surface lisse correspond à la propagation lente de la fissure;
- Étude de l'influence de la structure cristalline sur les mécanismes de rupture.

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

ANNEXE I

FACIÈS DE RUPTURE – 1ÈRE SÉRIE D'ESSAIS

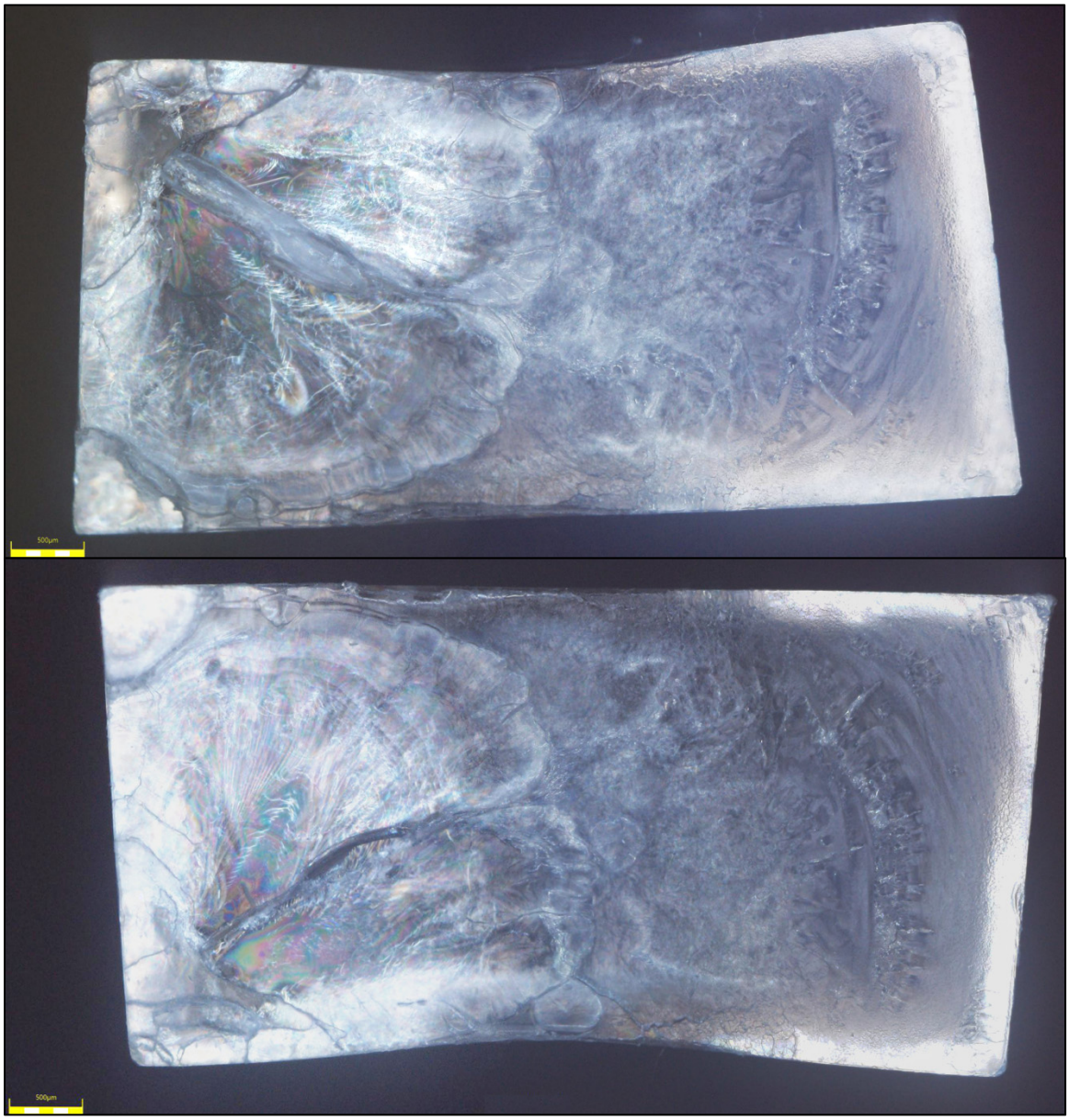

Figure-A I-1 : Éprouvette 002 - Microscopie optique

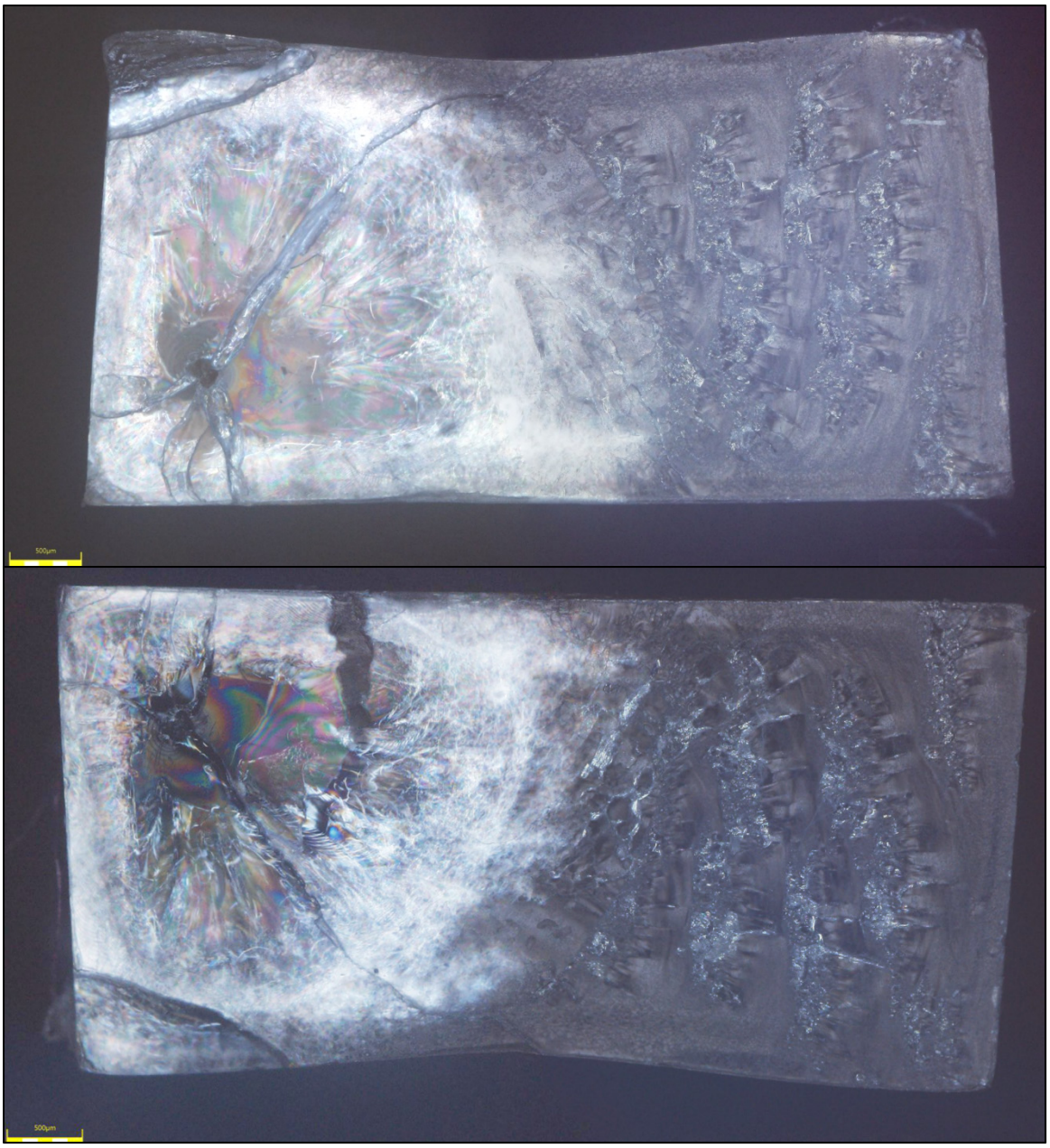

Figure-A I-2 : Éprouvette 003 - Microscopie optique

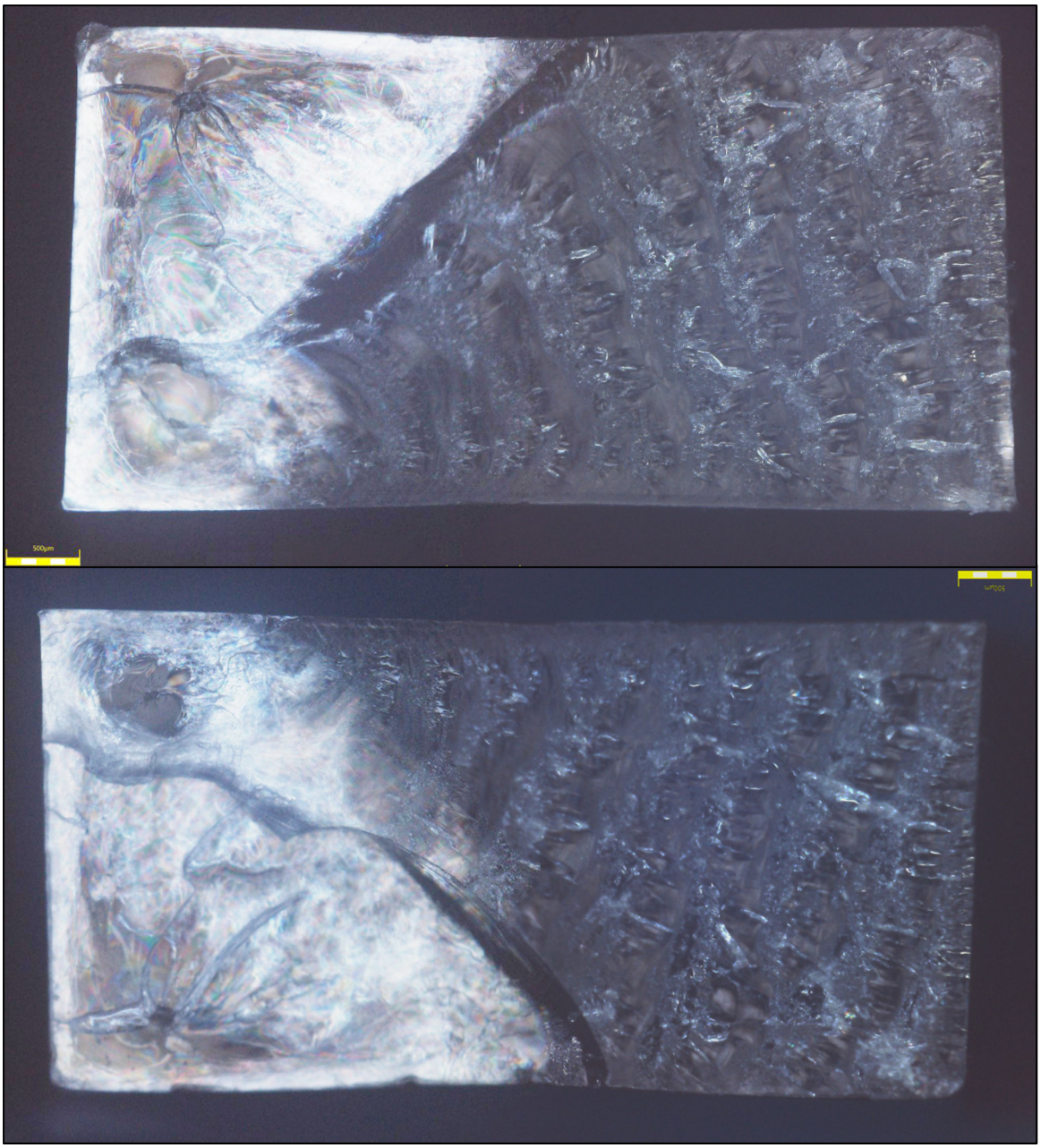

Figure-A I-3 : Éprouvette 004 - Microscopie optique

ANNEXE II

FICHE TECHNIQUE DU PLA INGEO™ 2500HP DE NATUREWORKS

NatureWorks

Ingeo™ Biopolymer 2500HP Technical Data Sheet

Extrusion Applications

Ingeo 2500HP is a high viscosity product from NatureWorks LLC, designed for extrusion applications. It is designed to crystallize during processing, leading to higher heat deflection temperatures in opaque applications. See table at right for properties.

Applications

The variety of products made with 2500HP is widely varied and growing. Applications include crystalline sheet for cards, graphic arts and signage.

Processing Information

2500HP is intended for use in crystalline engineered formulations; however it is sold as neat resin. The formulator or compounder will need to add nucleating agents, impact modifiers, reinforcing agents, etc. to meet the requirements of their application (consult with your NatureWorks technical representative for recommendations and masterbatch suppliers). 2500HP biopolymer can be processed on most conventional extrusion equipment. The material is stable in the molten state, provided that the drying procedures are followed. A heated roller or heated press in the range of 80-130°C can be used to induce crystallization, depending on the formulation characteristics.

Machine Configuration

Ingeo biopolymer 2500HP will process on conventional extrusion machinery with the following equipment: General purpose screw with L/D ratios from 24:1 to 32:1 and compression ratio of 2.5:1 to 3:1. Smooth feed barrels are recommended.

Typical Material & Application Properties [1]

Physical Properties	Ingeo Resin	ASTM Method
Specific Gravity	1.24	D792
MFR, g/10 min (210°C, 2.16kg)	8	D1238
Relative viscosity[2]	4.0	D5225
Mechanical Properties, molded amorphous with 26°C mold temperature		
Tensile Yield Strength, psi (MPa)	9,300 (64)	D638
Tensile Elongation, %	3.6	D638
Notched Izod Impact, ft-lb/in (J/m)	0.35 (18.7)	D256
Flexural Strength, psi (MPa)	16,400 (113)	D790
Flexural Modulus, psi (MPa)	528,000 (3640)	D790
Heat Distortion Temperature (°C) 66 psi (0.45 MPa)	54	E2092
Molded Linear Shrinkage, %	0.3-0.4	
Clarity	Transparent	
Mechanical Properties, molded crystalline with 120°C mold temperature[3]		
Tensile Yield Strength, psi (MPa)	9,500 (65.5)	D638
Tensile Elongation, %	4.3	D638
Notched Izod Impact, ft-lb/in (J/m)	0.75 (40)	D256
Flexural Strength, psi (MPa)	18,300 (126)	D790
Flexural Modulus, psi (MPa)	646,000 (4357)	D790
Heat Distortion Temperature (°C) 66 psi (0.45 MPa)	144	E2092
Molded Linear Shrinkage, %	1.7-1.8	
Clarity	Opaque	
Peak crystalline melting point (°C)	165-180	

(1) Typical properties; not to be construed as specifications
(2) RV measured at 1.0 g/dL in chloroform at 30°C
(3) Formula included 1wt% nucleating agent (LAK-301 from Takemoto Oil & Fat)

Process Details

Startup and Shutdown

1. 2500HP is not compatible with a wide variety of resins and special purging sequences should be followed:
2. Clean extruder and bring temperatures to steady state with low-viscosity, general-purpose polystyrene or polypropylene.
3. Vacuum out hopper system to avoid contamination.

Processing Temperature Profile [4]

Melt Temperature	410°F	210°C
Feed Throat	113°F	45°C
Feed Temperature	375°F	190°C
Compression Section	390°F	200°C
Metering Section	410°F	210°C
Adapter	410°F	210°C
Die	410°F	210°C
Screw Speed	20-150 rpm	

(4) These are starting points and may need to be optimized. For thin walled parts temperatures up to 450F may be needed.

Ingeo and the Ingeo logo are trademarks or registered trademarks in the USA and other countries.

ANNEXE III

MESURE DES EPROUVETTES

Tableau-A III-1: Dimensions des éprouvettes de statique
en mm ou mm²

Id	largeur 1	largeur 2	largeur 3	largeur moyenne	épaisseur 1	épaisseur 2	épaisseur 3	épaisseur moyenne	Section
1	12,73	12,72	12,72	**12,72**	3,11	3,11	3,11	**3,11**	**39,57**
2	12,71	12,72	12,73	**12,72**	3,12	3,11	3,11	**3,11**	**39,60**
3	12,72	12,71	12,70	**12,71**	3,10	3,10	3,10	**3,10**	**39,40**
4	12,72	12,72	12,74	**12,73**	3,11	3,11	3,10	**3,11**	**39,54**
5	12,72	12,74	12,72	**12,73**	3,12	3,12	3,12	**3,12**	**39,71**
6	12,74	12,74	12,73	**12,74**	3,13	3,13	3,13	**3,13**	**39,87**
7	12,68	12,67	12,71	**12,69**	3,14	3,13	3,14	**3,14**	**39,79**
8	12,72	12,73	12,71	**12,72**	3,12	3,12	3,12	**3,12**	**39,69**
9	12,71	12,73	12,72	**12,72**	3,12	3,12	3,12	**3,12**	**39,69**
10	12,71	12,72	12,73	**12,72**	3,12	3,12	3,11	**3,12**	**39,64**
11	12,69	12,67	12,71	**12,69**	3,14	3,14	3,14	**3,14**	**39,85**
12	12,71	12,71	12,73	**12,72**	3,12	3,12	3,12	**3,12**	**39,68**
13	12,73	12,73	12,75	**12,74**	3,14	3,13	3,13	**3,13**	**39,91**
14	12,72	12,72	12,74	**12,73**	3,13	3,13	3,13	**3,13**	**39,83**
15	12,73	12,72	12,74	**12,73**	3,12	3,13	3,12	**3,12**	**39,76**
16	12,72	12,70	12,72	**12,71**	3,12	3,11	3,12	**3,12**	**39,62**
17	12,73	12,73	12,75	**12,74**	3,13	3,14	3,15	**3,14**	**39,99**
18	12,69	12,72	12,72	**12,71**	3,13	3,14	3,14	**3,14**	**39,87**
19	12,72	12,73	12,72	**12,72**	3,12	3,12	3,12	**3,12**	**39,70**

Tableau-A III-2 : Mesure des éprouvettes de fatigue
en mm ou mm²

Id	largeur 1	largeur 2	largeur 3	largeur moyenne	épaisseur 1	épaisseur 2	épaisseur 3	épaisseur moyenne	Section
20	12,72	12,71	12,72	**12,72**	3,12	3,12	3,11	**3,12**	**39,63**
21	12,74	12,72	12,72	**12,73**	3,12	3,11	3,12	**3,12**	**39,66**
22	12,72	12,72	12,72	**12,72**	3,12	3,13	3,11	**3,12**	**39,69**
23	12,73	12,72	12,71	**12,72**	3,11	3,11	3,11	**3,11**	**39,56**
24	12,73	12,71	12,71	**12,72**	3,09	3,09	3,09	**3,09**	**39,29**
25	12,72	12,72	12,71	**12,72**	3,12	3,12	3,13	**3,12**	**39,72**
26	12,73	12,72	12,72	**12,72**	3,13	3,12	3,13	**3,13**	**39,78**
27	12,72	12,73	12,73	**12,73**	3,13	3,12	3,13	**3,13**	**39,79**
28	12,71	12,72	12,73	**12,72**	3,11	3,11	3,11	**3,11**	**39,56**
29	12,72	12,71	12,71	**12,71**	3,10	3,11	3,11	**3,11**	**39,50**
30	12,72	12,72	12,73	**12,72**	3,11	3,10	3,10	**3,10**	**39,48**
31	12,72	12,69	12,69	**12,70**	3,11	3,11	3,12	**3,11**	**39,54**
32	12,73	12,73	12,73	**12,73**	3,12	3,12	3,13	**3,12**	**39,76**
33	12,70	12,70	12,73	**12,71**	3,14	3,14	3,14	**3,14**	**39,91**
34	12,72	12,74	12,72	**12,73**	3,13	3,13	3,12	**3,13**	**39,79**
35	12,72	12,68	12,69	**12,70**	3,11	3,10	3,11	**3,11**	**39,44**
36	12,72	12,72	12,72	**12,72**	3,10	3,10	3,10	**3,10**	**39,43**
37	12,71	12,72	12,73	**12,72**	3,10	3,10	3,10	**3,10**	**39,43**
38	12,73	12,72	12,71	**12,72**	3,11	3,11	3,11	**3,11**	**39,56**
39	12,72	12,71	12,70	**12,71**	3,10	3,10	3,10	**3,10**	**39,40**

RapportGratuit.com

ANNEXE IV

PROGRAMME MATLAB

```
clear all; close all;

%Données
E = 3608;
ecr=0.022038456;

Fr=2*E*ecr;

e0=0.005812839;
F0=20.30087516;

%Equation
e1=0:0.0001:e0;
s1=E*e1;

e2 = e0-0.0001:0.0001:0.03;
s2 =E*e2-e2.^2*E^2/(Fr-F0)+E^2*e0*e2/(Fr-F0);

%Figure
plot(e1,s1,e2,s2);
```

ANNEXE V

FACIÈS DE RUPTURE – MEB

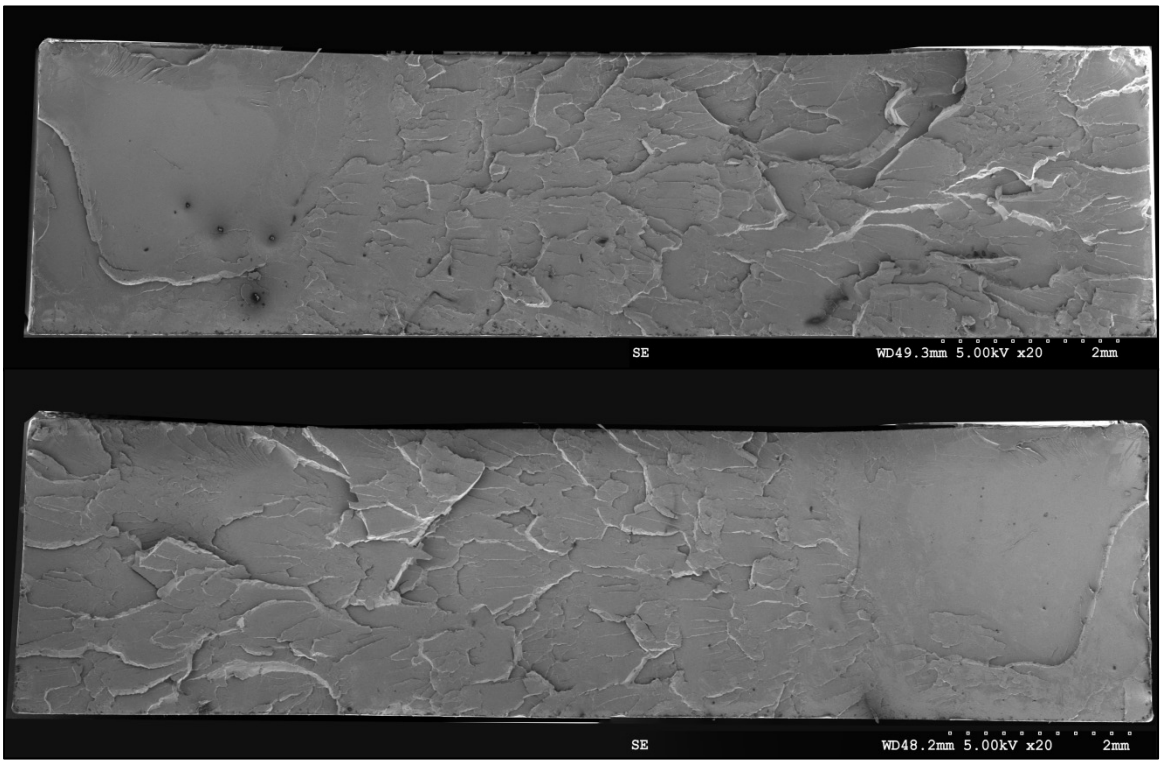

Figure-A V-1 : Éprouvette 37 (60%) – MEB

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

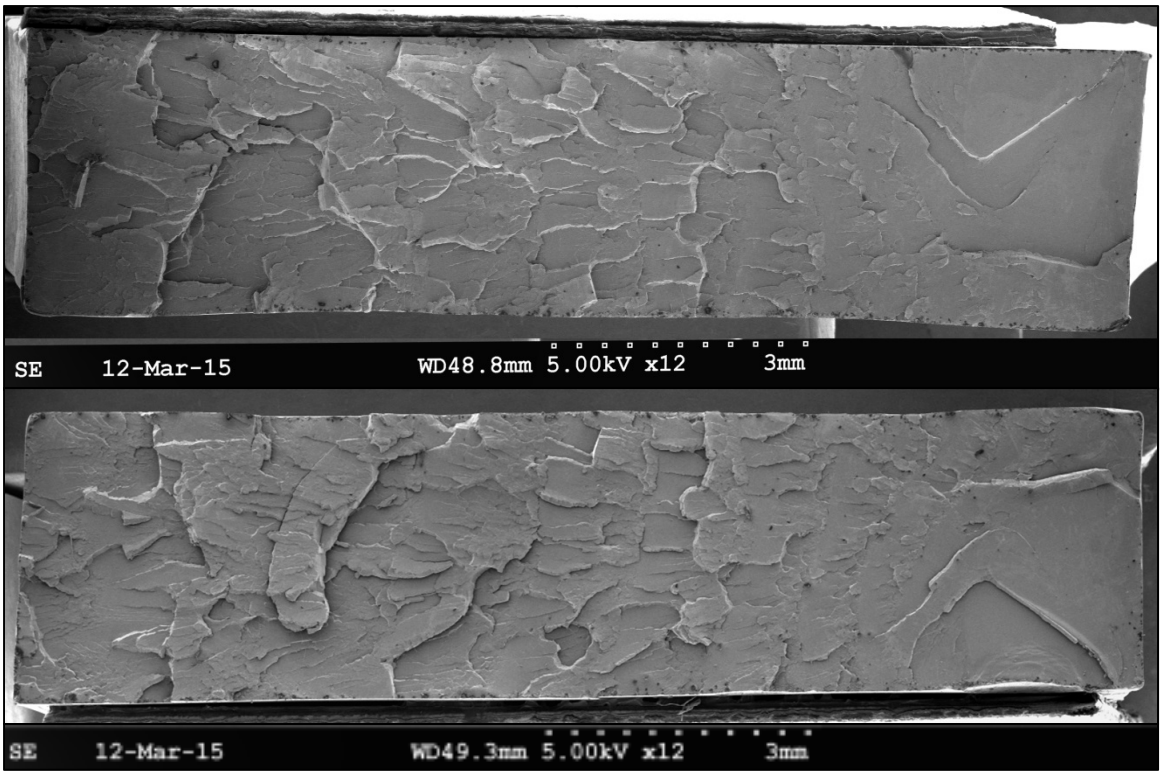

Figure-A V-2 : Éprouvette 34 (65%) – MEB

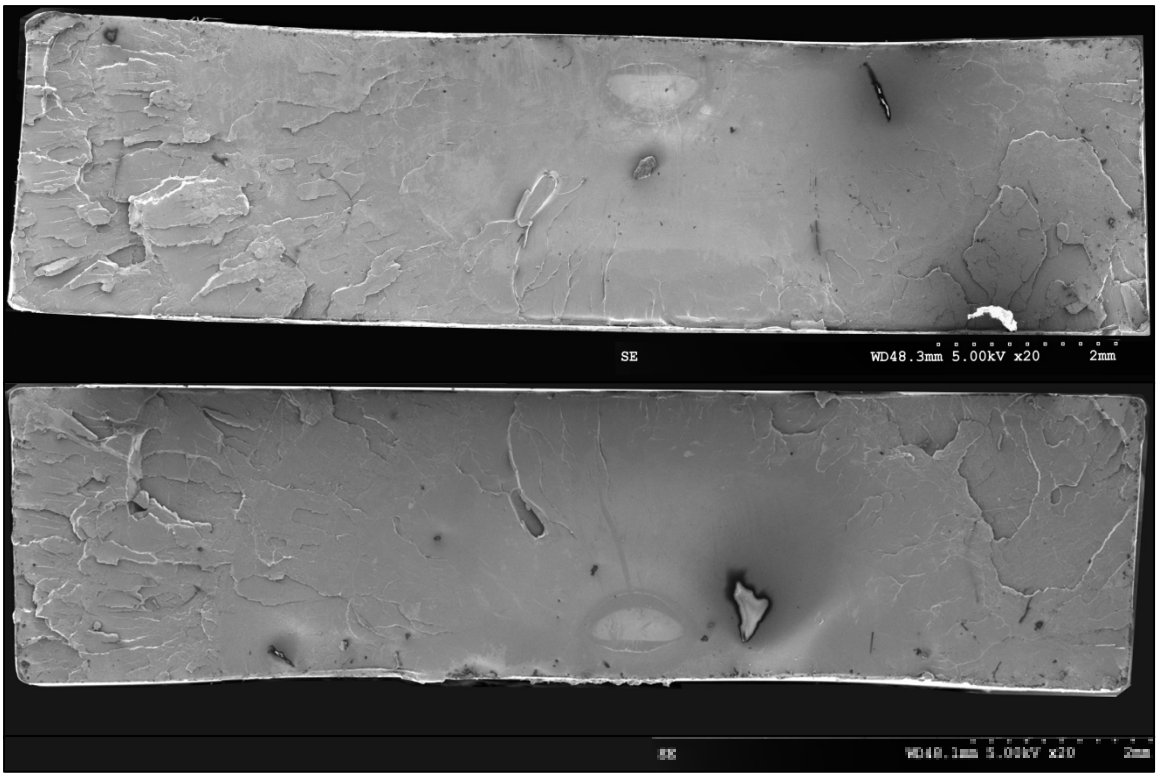

Figure-A V-3 : Éprouvette 31 (70%) – MEB

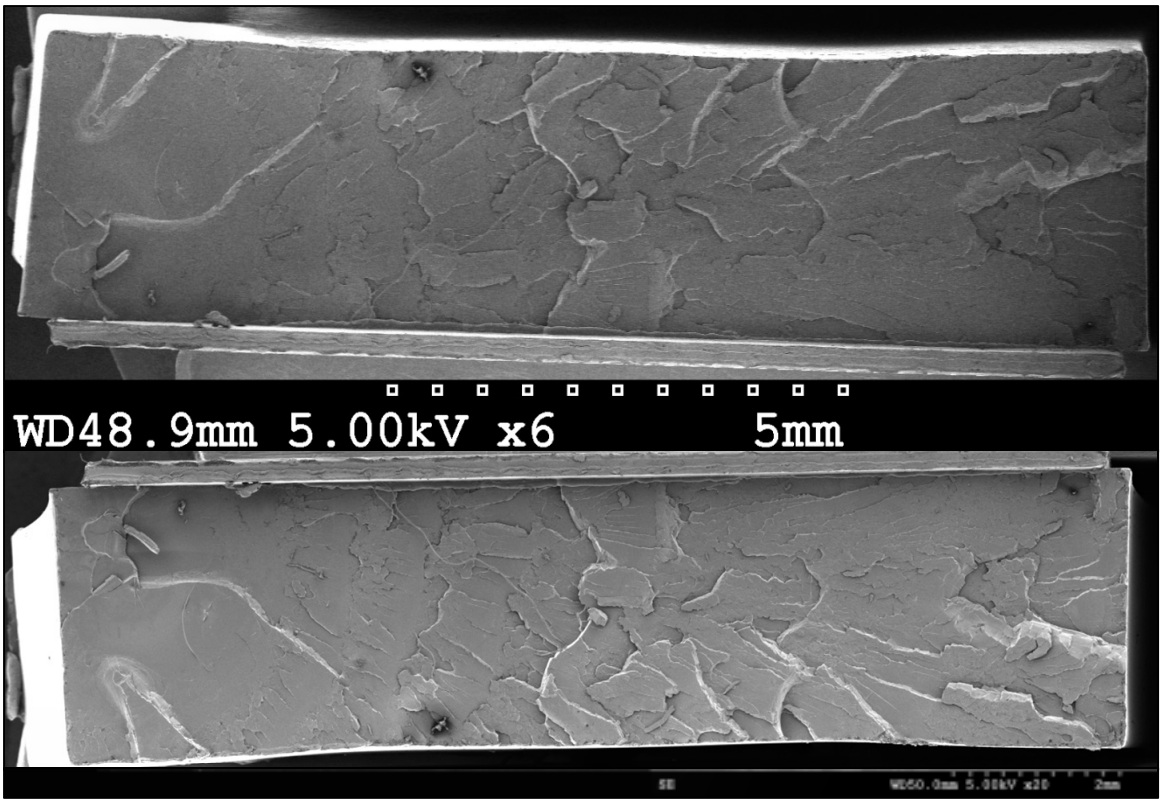

Figure-A V-4 : Éprouvette 21 (80%) - MEB

BIBLIOGRAPHIE

Anderson, Kelly S., Kathleen M. Schreck et Marc A. Hillmyer. 2008. « Toughening Polylactide ». *Polymer Reviews,* vol. 48, n° 1, p. 85-108.

American Society for Testing and Materials. 2010. *Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics*. Norme internationale, ASTM D638-10. West Conshohocken, PA (É.-U.): ASTM International, 16 p.

American Society for Testing and Materials. 2012. *Standard Test Method for Uniaxial Fatigue Properties of Plastics.* Norme internationale, ASTM D7791-12. West Conshohocken, PA (É.-U.): ASTM International, 4 p.

Auras, Rafael A., Bruce Harte, Susan Selke et Ruben Hernandez. 2003. « Mechanical, Physical, and Barrier Properties of Poly(Lactide) Films ». *Journal of Plastic Film and Sheeting,* vol. 19, n° 2, p. 123-135.

Averett, Rodney D., Mary L. Realff, Karl Jacob, Mukerrem Cakmak et Baris Yalcin. 2011. « The mechanical behavior of poly(lactic acid) unreinforced and nanocomposite films subjected to monotonic and fatigue loading conditions ». *Journal of Composite Materials,* vol. 45, n° 26, p. 2717-2726.

Becker, William T., et Roch J. Shipley. *ASM Handbook, Volume 11 - Failure Analysis and Prevention*. ASM International.

Biron, M. 2007. *Thermoplastics and Thermoplastic Composites: Technical Information for Plastics Users*. Elsevier Science.

Bucknall, C. B., et W. W. Stevens. 1980. « Rubber toughening of plastics ». *Journal of Materials Science,* vol. 15, n° 12, p. 2950-2958.

Carrasco, F., P. Pagès, J. Gámez-Pérez, O. O. Santana et M. L. Maspoch. 2010. « Processing of poly(lactic acid): Characterization of chemical structure, thermal stability and mechanical properties ». *Polymer Degradation and Stability,* vol. 95, n° 2, p. 116-125.

Carswell, T. S. , et H. K. Nason. 1944. « Effects of environmental conditions on the mechanical properties of organic plastics ». In *Symposium of plastic*. (Philadelphia, 1944), sous la dir. de Materials, American Society for Testing.

Dao, Kim C., et Dennis J. Dicken. 1987. « Fatigue failure mechanisms in polymers ». *Polymer Engineering & Science,* vol. 27, n° 4, p. 271-276.

Etienne, S., et L. David. 2012. *Introduction à la physique des polymères - 2e éd*. Dunod.

European-Bioplastics, IfBB et Nova-Institute. 2014. « Bioplastics : Materials ». < http://en.european-bioplastics.org/technologymaterials/materials/ >.

Garlotta, Donald. 2001. « A literature review of poly (lactic acid) ». *Journal of Polymers and the Environment,* vol. 9, n° 2, p. 63-84.

Hertzberg, R.W., R.P. Vinci et J.L. Hertzberg. 2012. *Deformation and Fracture Mechanics of Engineering Materials, 5th Edition*. John Wiley & Sons, Incorporated.

Ho, Kai-LaiG, AnthonyL Pometto, III et PaulN Hinz. 1999. « Effects of Temperature and Relative Humidity on Polylactic Acid Plastic Degradation ». *Journal of environmental polymer degradation,* vol. 7, n° 2, p. 83-92.

Lesser, Alan J. 1995. « Changes in mechanical behavior during fatigue of semicrystalline thermoplastics ». *Journal of Applied Polymer Science,* vol. 58, n° 5, p. 869-879.

Mackay, M. E., T. G. Teng et J. M. Schultz. 1979. « Craze roles in the fatigue of polycarbonate ». *Journal of Materials Science,* vol. 14, n° 1, p. 221-227.

Mercier, J.P., G. Zambelli et W. Kurz. 1999. *Introduction à la science des matériaux*. Presses polytechniques et universitaires romandes.

Quinson, R., J. Perez, M. Rink et A. Pavan. 1997. « Yield criteria for amorphous glassy polymers ». *Journal of Materials Science,* vol. 32, n° 5, p. 1371-1379.

Sauer, J. A., et G. C. Richardson. 1980. « Fatigue of polymers ». *International Journal of Fracture,* vol. 16, n° 6, p. 499-532.

Sin, Lee Tin, A. R. Rahmat et W. A. W. A. Rahman. « 5. Mechanical Properties of Poly(Lactic Acid) ». In *Polylactic Acid - PLA Biopolymer Technology and Applications*. Elsevier.

Sin, Lee Tin, A. R. Rahmat et W. A. W. A. Rahman. 2012. *Polylactic Acid - PLA Biopolymer Technology and Applications*. Elsevier.

Van de Velde, K., et P. Kiekens. 2002. « Biopolymers: overview of several properties and consequences on their applications ». *Polymer Testing,* vol. 21, n° 4, p. 433-442.

Zumbiehl, G. 2003. « Les Plastiques : Chimie ». In *Plasturgie*. En ligne. < http://encyclo.plasturgie.free.fr/chimie.htm >. Consulté le 13 janvier 2015.