

**Université du 8 mai 1945 – Guelma**  
**Faculté des Sciences et de la Technologie**  
**Département de Génie Mécanique**



**Recherche bibliographique**

Présenté par : AYAD Chems Eddine

Master 2

Option : Maintenance Industriel (MI)

=====

***Titre du mémoire :***

**Influence du vieillissement sur les propriétés  
Mécanique du polyamide(POMC)**

=====

Sous la Direction de :

➤ Dr. A. belbah

Année universitaire 2015/2016

**Remerciement**  
**Sommaire**  
**Introduction générale**  
**Partie bibliographie**

Généralité sur les polymères	
I.1. NTRODUCTION .....	1
I.2. Historique .....	1
I.3. Définition d'un polymère .....	2
<b>I.4. Fabrication et transformation .....</b>	<b>2</b>
I.4.1. Le raffinage et le vapocraquage .....	3
I.4.2. Les réactions de polymérisation .....	3
I.5. Structure des polymères .....	3
I.5.a. polymères linéaires .....	3
I.5.b. polymères ramifiés .....	4
I.5.c. polymères réticulés .....	4
I.5.d. polymères amorphes et polymères cristallisés .....	4
<b>I. 6. Structure Chimique .....</b>	<b>5</b>
I.7. Différentes familles de polymère .....	6
I.7.1. les homopolymères .....	6
I.7.2. les copolymères .....	6
I.8. Différents types de polymère .....	7
I.8.1. les thermoplastiques .....	7
I.8.2. Les thermodurcissables .....	8
I.8.3. Les élastomères .....	9
I.9. Propriétés des polymères .....	10
I.10. Les adjuvants .....	11
I.11. Les transformations ou mises en forme .....	12
I.12. Avantages des polymères .....	14
I.13. Inconvénients .....	14
I.14. Les Matières Plastiques .....	14
I.16. le Polyacétal pom c .....	15
1) définition .....	15
2) Propriétés .....	15
2-a) Propriétés physiques .....	16
2-b) Propriétés mécaniques .....	16
2-c) Caractéristiques de surface .....	17
2-d) Propriétés diélectriques .....	18
2-e) Propriétés chimiques .....	18
3) Principales applications .....	19
I.17. Le vieillissement des polymères .....	20
I.17.1. Définitions .....	20
I.17.2. Le vieillissement physique .....	20
I.17.3. Le vieillissement chimique .....	21
I.17.4. Conséquences .....	21
I.17.5. Tests de Vieillissement .....	22
I.17.1.a. Vieillissement Naturel .....	22
I.17.5.b. Vieillissement artificiel .....	22
I.18. État de L'art .....	23

## Référence

### Partie expérimentale

II.1 Introduction .....	31
II.2 .Matériau étudié.....	31
II.3. Essais mécaniques .....	31
II.4.Préparation et forme des éprouvettes .....	31
II.5. Protocole de vieillissement.....	33
II.6.Appareillage pour vieillissement.....	33
II.7. Vieillessement des échantillons .....	34
II.8.Essai de résilience.....	34
II.8.1. Machine d'essai de résilience.....	34
II.8.2. Résultats et discussion.....	36
II.8.2.a Calcul de la résilience .....	37
II.8.3.Conclusion .....	42
II.9. Frottement et Usure du POMC .....	42
II.9.1.introduction .....	42
II.9.2. Dispositif expérimental .....	43
II.9.3.Conditions tribologiques .....	44
II.9.4.Résultats et discussions .....	44
II.9.4.a. Etat vierge (non vieilli) .....	44
II.9.4.b. Etat vieilli .....	46

### Conclusion générale

### Référence

### **II.3. Essais de résilience :**

#### **II.3.1. Définition du principe de l'essai :**

L'essai de résilience ou (essai au choc) consiste à rompre, par un seul choc une éprouvette et à mesurer l'énergie  $U$  (en joules) absorbée par la rupture.

La résilience est définie par la lettre  $K$  (Joules/cm<sup>2</sup>).

L'essai se réalise sur une machine appelée mouton pendule Charpy. On mesure la résistance au choc du matériau.

#### **II.3.2. Les facteurs fragilisant sont :**

- La triaxialité des contraintes : pour provoquer cette concentration de contraintes sous une sollicitation simple, on introduit une entaille dans l'éprouvette.
- L'abaissement de la température.
- L'augmentation de la vitesse de déformation.
- L'augmentation de la dimension des pièces.

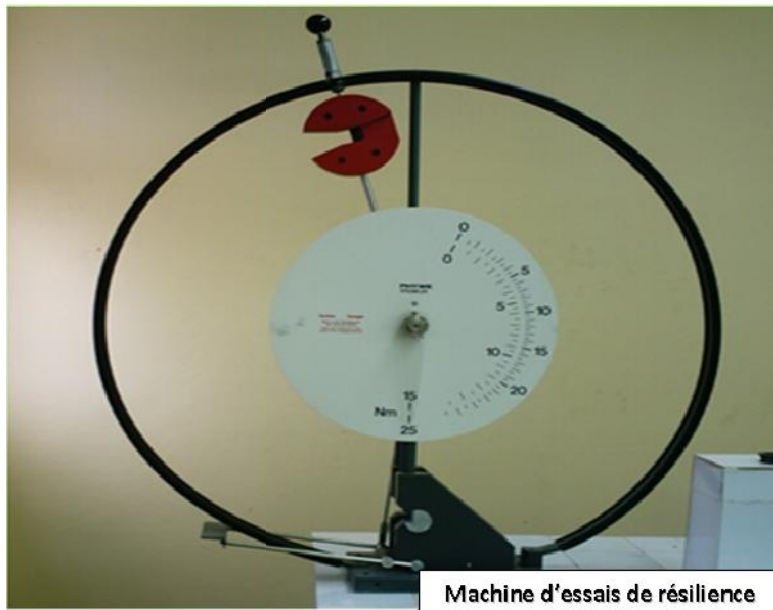
L'essai consiste à rompre, d'un seul de mouton pendule, une éprouvette entaillée en son milieu et reposant sur deux appuis. On détermine l'énergie  $U$  absorbée dont on déduit la résilience.

$\text{Résilience} = \text{énergie absorbée par la rupture } U \text{ ( J )} / \text{ section de l'entaille ( cm}^2\text{)}$
--

#### **II.3.3. Machine d'essai :**

Un couteau fixé sur un marteau oscille dans un plan vertical autour d'un axe 0.

Une partie de l'énergie emmagasinée dans la chute du pendule est utilisée pour rompre l'éprouvette. Le centre de gravité du pendule est toujours très voisin de l'arête du couteau du pendule.

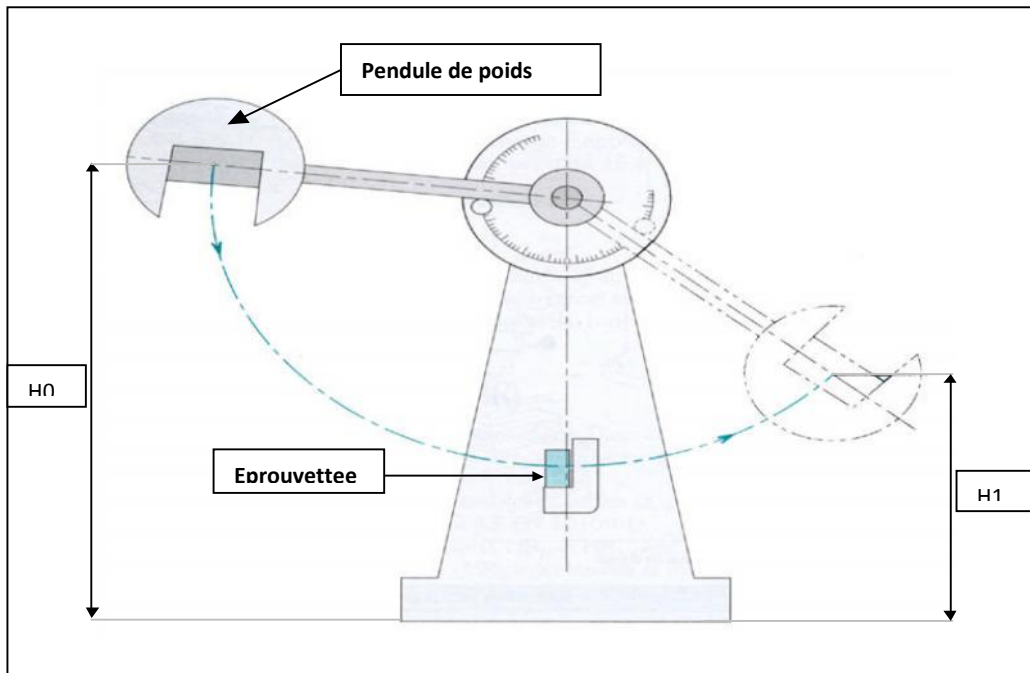


**Figure II.2. Machine d'essai de choc Charpy.**

#### **II.3.4. Exécution de l'essai :**

- Le couteau est écarté de la verticale à une hauteur correspondant a une énergie de départ  $U_0$ .
- On libère le couteau. Dans sa chute, en passant a la verticale, il brise l'éprouvette. On mesure la hauteur à laquelle remonte le pendule pour calculer l'énergie non absorbée  $U_1$ .
- On calcul la différence  $U_0 - U_1 = U$  (énergie absorbée).

Différents types d'éprouvettes ont été définis pour l'essai de résilience. Les plus classiques sont définis par la norme.



**Figure II.3.** Mouton de Charpy.

### Principe

Pour effectuer un essai, on écarte le bras jusqu'à ce que le marteau atteigne sa position initiale P et on le lâche. Quand le pendule vient frapper l'éprouvette, il a une énergie cinétique qui est égale à l'énergie potentielle qu'il avait à sa position de départ  $mgH_0$ , H étant la hauteur du marteau par rapport à sa position d'équilibre. Après la rupture, le marteau remonte. Dans son point culminant (hauteur  $H_1$ ), l'énergie cinétique résiduelle s'est de nouveau transformée en énergie potentielle  $mgH_1$ .

L'énergie U dépensée pour rompre l'éprouvette vaut alors  $U=mg(H_0-H_1)$

- m : masse du mouton pendule
- g : accélération de la pesanteur (environ  $9.81 \text{ M} \cdot \text{S}^{-2}$ )
- $H_0$  : hauteur du mouton pendule à sa position de départ
- $H_1$  : hauteur du mouton pendule à sa position d'arrivée

$$K = \frac{U}{B' W}$$

- K : Résilience en  $(\text{J}/\text{cm}^2)$
- B : l'épaisseur de l'éprouvette
- W: largeur de l'éprouvette

Comme l'énergie cinétique emportée par les débris après la rupture est négligeable, c'est l'énergie de rupture que l'on indique comme résultat de l'essai de résilience.

Norme des éprouvette :

Un très grand nombre de normes internationales décrit l'essai sur plaque en plastique, en conformité avec les domaines d'application correspondants et différents matériaux employés .

Les éprouvettes les plus fréquemment utilisées aujourd'hui sont les types ISO1791 , l'éprouvette standardisée est de dimension (80\*10\*4).

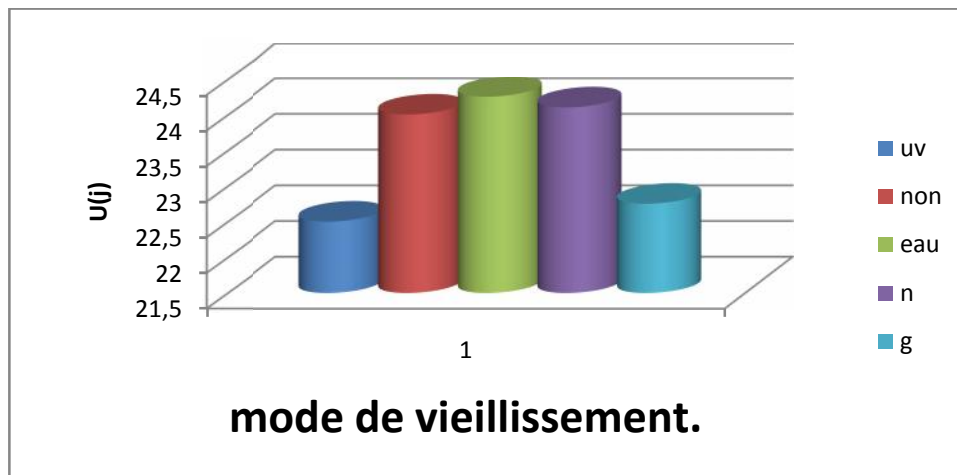
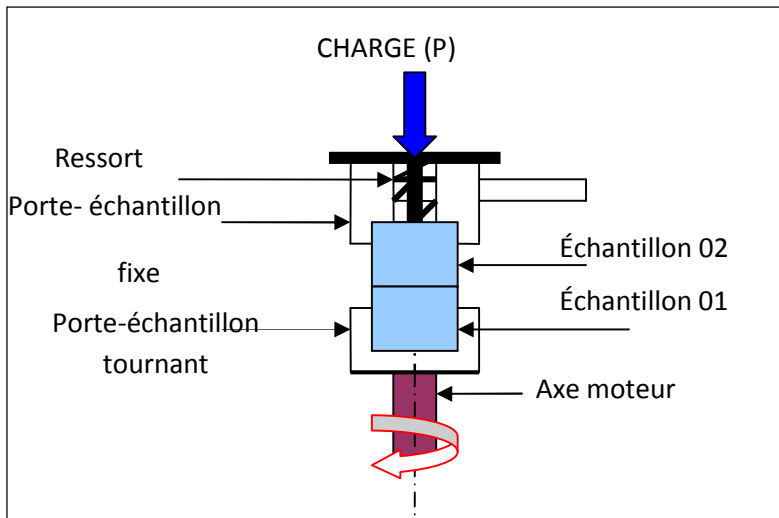


Fig :histogramme représente l'évolution de l'énergie absorbée en fonction du mode de vieillissement.

### III.7.3 Dispositif expérimental :

Afin d'identifier les mécanismes d'usure du Pomc dans des conditions de laboratoire et afin de déterminer les paramètres macroscopiques pertinents, un dispositif de frottement utilisant un contact plan/plan a été développé.

Le dispositif simulant l'abrasion réalise un contact plan/plan entre deux échantillons de la même nature (Pomc), l'un animé d'un mouvement de rotation, l'autre est fixe. Une représentation schématique du montage expérimental est représentée sur la .....



**Figure III.7.1 : Dispositif de frottement.**

**Conditions tribologiques :**

La quantification de l'usure est généralement réalisée à partir du volume de matière enlevée. Pour quantifier la perte de masse, les échantillons en POMC ont des dimensions (10.1 x10) mm, ensuite, elles ont été pesées avant et après chaque expérience à l'aide d'une balance électronique dotée d'une précision de  $10^{-4}$  g. Les essais ont été réalisés à deux vitesses de glissement  $V1=1.1 \text{ m.s}^{-1}$ ,  $V2=2.2 \text{ m.s}^{-1}$  et à un effort normal ( $N1 = 17 \text{ N}$ ) NF T 51-108.

L'ensemble des essais mécaniques a été réalisés selon la norme DIN 50321 à température ambiante  $25 \text{ }^\circ\text{C}$  [179].

Les valeurs paramétriques des différents paramètres tribologiques (charge, vitesse) et les diverses conditions de frottement possibles (température, environnement) sont indiquées dans le tableau,

<b>Charge</b>	<b>P1=17 N</b>
<b>Température</b>	<b>Ambiante</b>
<b>Lubrification</b>	<b>Sans</b>
<b>Vitesse</b>	<b><math>V1=1.1 \text{ m.s}^{-1}</math> ; <math>V2=2.2 \text{ m.s}^{-1}</math></b>

Le frottement du Pomc a été réalisé contre un polymère de même nature (Pomc).



Chaque deux heures de frottement les échantillons sont retirés, nettoyés pour être examinés et pesés.

Comme les polymères organiques sont auto-lubrifiants et peuvent donc être utilisés en tant que lubrifiants solides [180]. L'ensemble frotte dans un milieu non lubrifié (à sec).

En ce qui concerne la rugosité des polymères dans le cas d'une surface trop lisse, le coefficient de frottement est très faible; une surface trop rugueuse provoque la formation de rayures sur la pièce plastique, ce qui se traduit par un coefficient de frottement plus élevé.

Norme des éprouvettes :

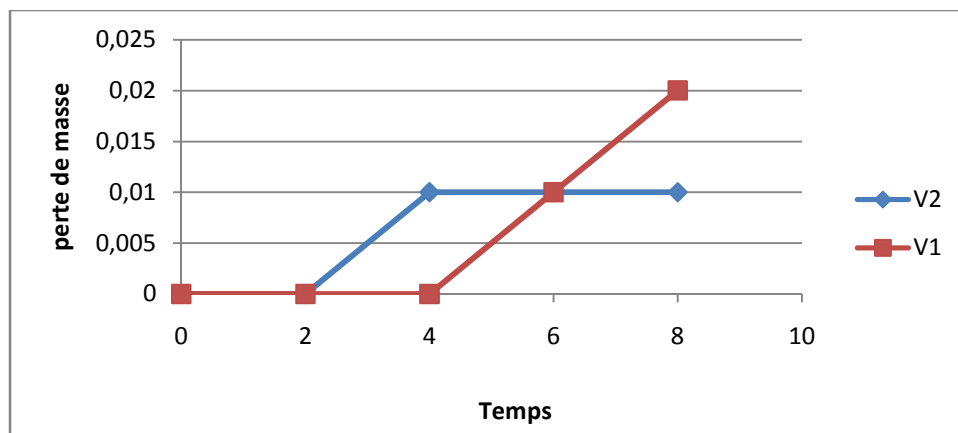


Fig : perte de masse en fonction du temps après un vieillissement sous l'effet d'UV avec des différentes vitesses

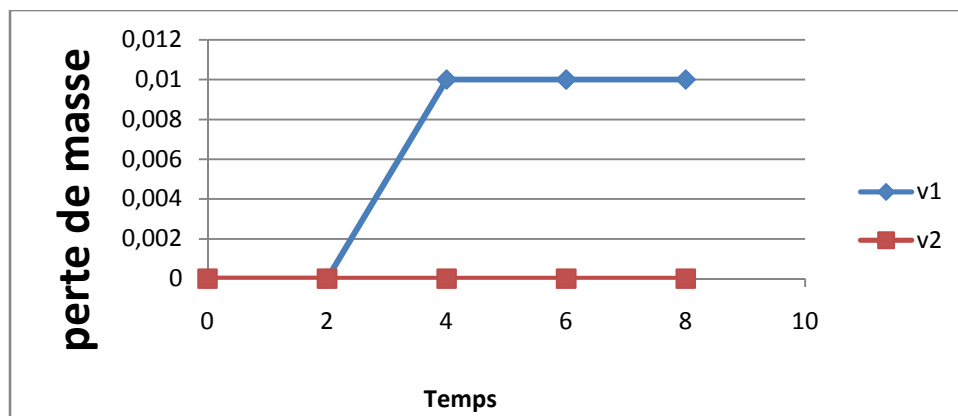


Fig : perte de masse en fonction du temps après un vieillissement sous naturel avec des différentes vitesses

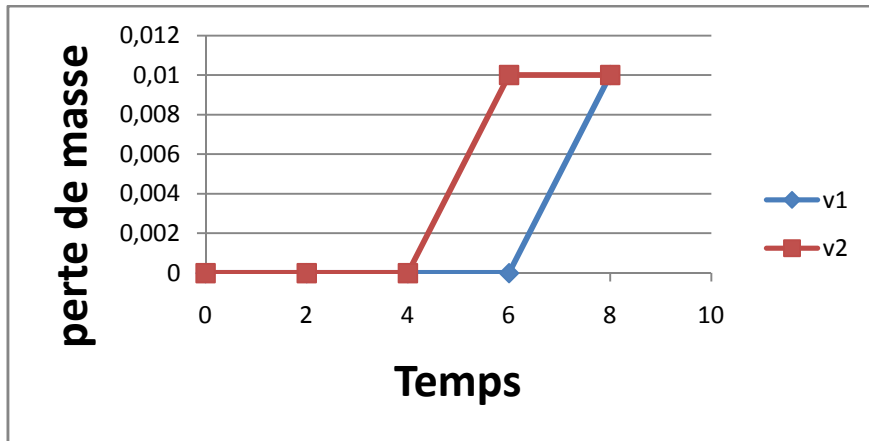


Fig : perte de masse en fonction du temps après un vieillissement sous gel et dégel avec des différentes vitesses

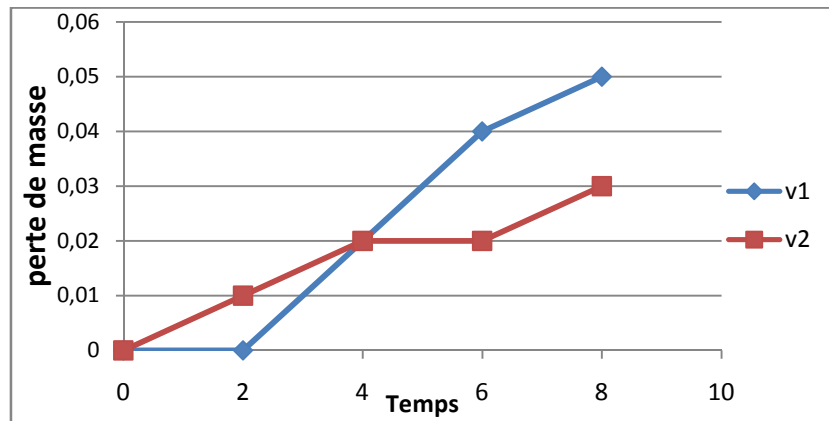


Fig : perte de masse en fonction du temps après un vieillissement sous l'eau de mer avec des différentes vitesses

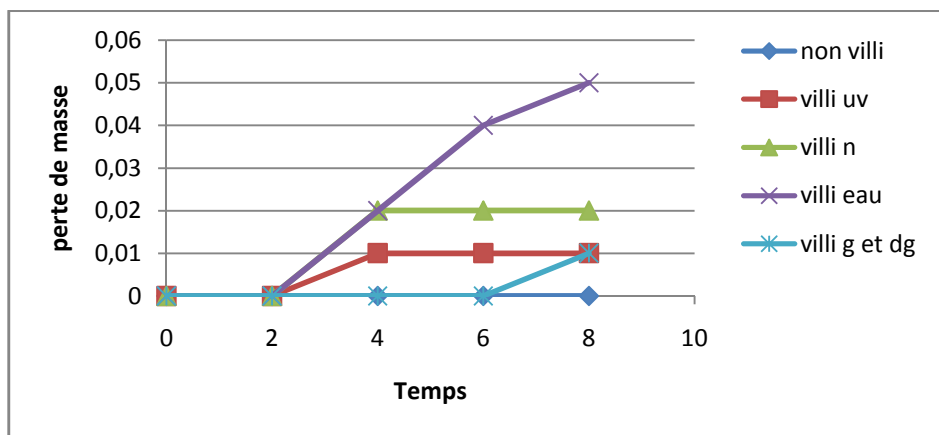


Fig : représentant les pertes de masses en fonction du temps pour tous les échantillons par la vitesse v1.

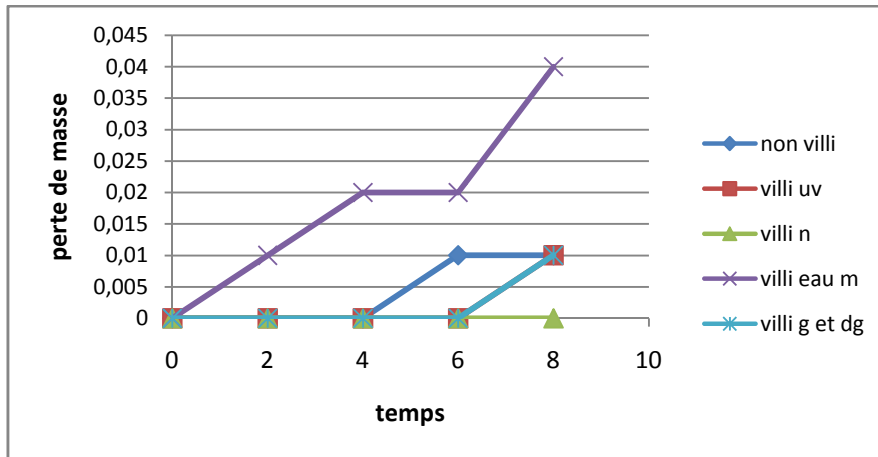


Fig : représentant les pertes de masses en fonction du temps pour tous les échantillons par la vitesse v2.

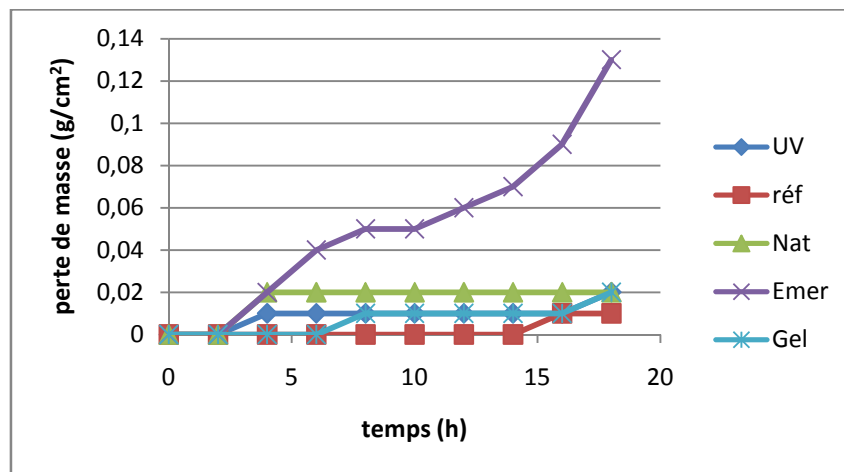


Fig : représentant les pertes de masses en fonction du temps pour tous les échantillons après 18h de frottement.

## 2 Etat vieilli :

Nous rappelons que pour chacune des états vieillis des échantillons, nous avons effectué des essais d'usure à deux vitesses de glissement (1.1 et 2.2 m/s) et à un efforts normaux (17 N). Nous signalons que tous les essais ont été réalisés à température ambiante de 25 °C.

### III.7.4.2.1 Vieillissement par irradiation UV :

#### A- Conditions douces :

Dans la première série d'essai, nous nous sommes placés dans des conditions douces c'est à dire une vitesse faible et une charge faible ( $P1=10\text{ N}$  et  $V1=1.1\text{ m.s}^{-1}$ ).

La figure III.7.6, indique la perte en poids en fonction du temps de frottement du PEHD80 à différentes durées d'irradiation pour P1 et V1. Les échantillons en PEHD80 vieillis 200 heures présentent la plus faible perte en poids pendant 8 heures de frottement. L'examen de l'échantillon après un essai de 8 heures montre quelques traces de frottement et par conséquent on a enregistré une faible dégradation du PEHD80.

Lorsque la vitesse et la charge sont faibles, le taux d'usure atteint des valeurs basses. Ceci se traduit par la viscoélasticité d'où l'apparition des micro-endommagements locaux ainsi la production de débris d'usure (3<sup>ème</sup> corps) [187].

La perte en poids a tendance à diminuer mais avec une usure plus faible.

#### **- Conditions sévères :**

Dans la deuxième série d'essai, nous nous sommes placés dans des conditions sévères c'est à dire une vitesse et une charge plus élevées ( $V2=2.2\text{ m.s}^{-1}$ ,  $N2=20\text{ N}$ ).

La figure III.7.7 montre la perte de masse en fonction du temps de frottement à différentes durées d'irradiation.

Cette figure montre clairement la très forte influence de la pression et de la vitesse sur la perte en poids.

Plus l'effort normale est important, plus la surface réelle de contact et l'adhésion augmente. La force nécessaire pour cisailer les jonctions devient plus importante, ce qui entraîne un coefficient de frottement et une perte de masse élevés.

Ainsi, quand les vitesses sont plus élevées, la perte de masse augmente ceci entraîne une augmentation de la température dans la zone de frottement et le matériau commence à perdre ses propriétés tribologiques, la déformation est due à la rupture des couches superficielles et la formation de débris persiste.

Il apparaît clairement que la perte de masse ne dépend pas seulement de la charge et de la vitesse de frottement mais aussi de la durée d'irradiation.

En effet, le vieillissement a provoqué une augmentation de la résistance mécanique du polymère et la dureté de la surface, ce qui diminue l'usure.

### Matériaux étudiés :

Pour notre étude les matériaux considérés sont des tubes en plaque pom c polyacétal, de diamètre extérieur 125 mm et intérieur 100 mm (Figure II.1). Ces tubes sont destinés à la distribution de gaz naturel supportant une pression nominale en service de 4 bars,



## II.1 Introduction :

L'objectif de ce chapitre est, d'une part de présenter notre matériau d'étude ainsi que les conditions de vieillissement auxquelles ce dernier a été soumis et de décrire les différentes techniques d'analyse utilisées pour caractériser les évolutions des caractéristiques physico-chimiques et mécaniques du POMC aux différentes échelles structurales. D'autre part, d'exposer les principales conclusions déduites des résultats expérimentaux.

## II.2 .Matériau étudié :

Le POM C est un copolymère semi-cristallin de couleur blanche, aujourd'hui deux fois plus utilisé par les usineurs que le polyamide. Il possède des caractéristiques mécaniques proches de celles du polyamide mais a l'avantage d'être plus stable en milieu humide et plus facile à usiner. C'est pour ces raisons que les usineurs le privilégient. Il est disponible également de différentes couleurs.



Fig II.1 : plaque POMC

## II.3. Essais mécaniques :

La connaissance des caractéristiques mécaniques déduites de l'essai de traction peut être insuffisante, puisque des ruptures peuvent être obtenues en dessous de la limite élastique dans des conditions particulières qui rendent le matériau fragile.

Les facteurs fragilisant sont :

- l'abaissement de la température.
- l'augmentation de la dimension des pièces
- l'augmentation de la vitesse de déformation.

Les essais mécaniques sont l'étape indispensable pour accéder aux grandeurs caractéristiques des matériaux. Le moyen le plus ancien pour caractériser la fragilité d'un matériau est l'essai de résilience sur une éprouvette entaillée ou non.

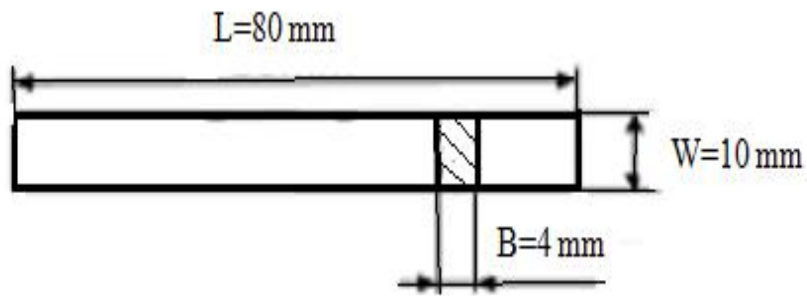
L'essai mécanique adapté est la résilience. Cet essai est destiné à caractériser la fragilisation du métal sous l'action d'un choc soit pour la mesure des propriétés mécaniques du matériau.

## II.4.Préparation et forme des éprouvettes :

Comme l'énergie cinétique emportée par les débris après la rupture est négligeable, c'est l'énergie de rupture que l'on indique comme résultat de l'essai de résilience.

Les éprouvettes les plus fréquemment utilisées pour l'essai de résilience aujourd'hui sont les types ISO179-1(figure II.2).

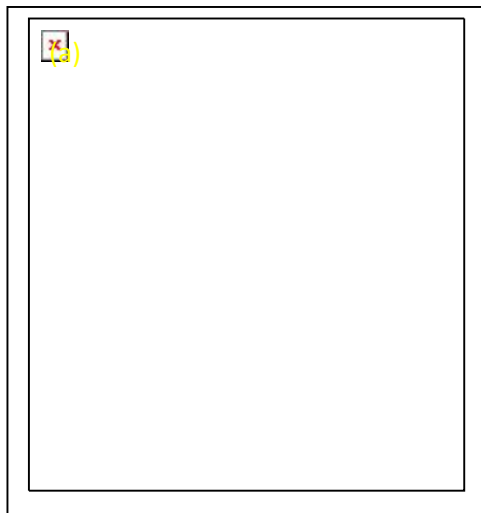
Les éprouvettes ont été découpées par usinage.



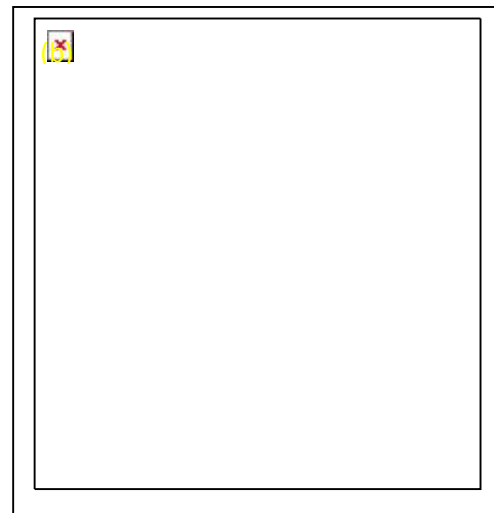
**Figure II.2:**éprouvettes standardisées ISO179-1

Les éprouvettes de résilience ne peuvent pas être redressées et doivent être usinées sur les quatre faces, mais seulement autant qu'il est nécessaire pour obtenir une surface plane.

La première étape consiste à réduire l'épaisseur jusqu'à 4 mm, cette opération est réalisée sur une machine de fraisage Figure (II.3).



(a) Machine de fraisage verticale



(b) Opération de l'usinage

**Figure II.3.** Préparation des éprouvettes de choc sur une machine de fraisage verticale.



**Figure II.4.** Éprouvettes avant essais.

## **II.5. Protocole de vieillissement**

Pour comprendre le vieillissement des polymères, il faut étudier le polymère tout au long de sa durée de vie. Cette durée de vie pouvant atteindre plusieurs dizaines d'années. Effectuer des essais de vieillissement dans des conditions contrôlées représentatives du vieillissement naturel ou artificiel, donc comparables à ce qui se produirait lors de l'utilisation du matériau à l'extérieur sur de très longues périodes. Pour simuler le vieillissement les échantillons ont été placés dans différents milieux et cinq modes de vieillissement ont été sélectionnés. En particulier, pour cette étude, les échantillons de POMC ont été vieillis dans l'eau de mer, gel et dégel, sous UV artificiel et enfin naturel. Des tests mécaniques sous choc et frottement permettront d'établir une corrélation entre l'évolution des propriétés mécaniques au cours du vieillissement et celle de la structure cristalline du polymère.

## **II.6.Appareillage pour vieillissement**

### **II.6.1. Lampe UV**

Ce type de lampe, utilisé dans les tests de solidité des teintures à la lumière artificielle (ISO105-B02) présente une réponse spectrale proche du rayonnement solaire dans les domaines de l'ultraviolet et de visible. L'utilisation de ce type de lampe, mimant les conditions réelles d'exposition, est donc favorable à la réalisation de vieillissements artificiels accélérés.



**Figure. II.6:** lampe d'ultraviolet

### **II.6.2.Caractéristique des lampes UV**

Solution économique pour vos analyses par fluorescence. Elle peut recevoir 1 ou 2 lampes manuelles UV type VL-6) et dans les trois longueurs d'onde suivantes : 254-312-365nm ou mixte.

## **II.7. Vieillissement des échantillons**

Afin d'étudier le vieillissement du POMC, les échantillons réalisés suivant la méthode décrite dans le précédent paragraphe sont irradiés dans une enceinte avec une longueur d'onde monochromatique dans la gamme des ultraviolet (365 nm ; correspondant



respectivement aux UVB) et une température ambiante. La longueur d'onde correspondant aux UVB va nous permettre de nous rapprocher d'un vieillissement naturel. L'irradiation des échantillons est réalisée sur une face de façon à avoir une dégradation la plus homogène possible.

Pour notre cas, une étude de vieillissement a été menée sur des éprouvettes confectionnées à partir de plaque de POMC. Plusieurs essais ont été effectués sur ces éprouvettes dont le but d'observer la différence de comportement dans les différents états de vieillissement a été effectué dans les conditions qui suivent.

Nous nous sommes intéressés à la dégradation du POMC vieilli et non vieilli. Pour cela des éprouvettes ont soumises à différents mode de vieillissement :

- Vieillissement naturel pendant 40 jours.
- Vieillissement sous la lampe ultraviolette pendant 40 heures avec une longueur d'onde 365nm .
- Vieillissement gel et dégel 40 jours
- Vieillissement dans l'eau de mer 40 jours

Ce chapitre a pour objectif de décrire le comportement mécanique du POMC ayant subi différents vieillissement.

## **II.8.Essai de résilience**

Le vieillissement des échantillons a été suivi par une caractérisation appelée résilience ou résistance au choc sur un mouton pendule Charpy. Pour chaque essai plusieurs éprouvettes ont été testées, éprouvettes en POMC sans entaille. Et à partir des valeurs mesurées on calcule l'énergie absorbée et on en déduit la résilience.

### **II.8.1. Machine d'essai de résilience**

Les essais de résilience ont été réalisés au laboratoire de Sciences des Matériaux.

#### **II.8.1.a. Principe de l'essai de résilience**

L'essai consiste à rompre d'un seul coup de mouton pendule (mouton de Charpy) une éprouvette non entaillée ou entaillée en son milieu et reposant sur deux appuis. On détermine l'énergie  $U$  absorbée dont on déduit la résilience est l'énergie nécessaire pour produire la rupture de l'éprouvette, exprimée en  $\text{Joules}/\text{cm}^2$  figure (III.3).

#### **II.8.1.b. Position de l'éprouvette pendant l'essai :**

L'éprouvette repose sur un support et se trouve au point le plus bas sur la trajectoire du marteau Figure (II.5).



**Figure II.5.** Support de l'éprouvette.



**Figure II.7 :** Machine d'essai de choc Charpy

Pour effectuer un essai, on écarte le bras jusqu'à ce que le marteau atteigne sa position initiale  $H$  et on le lâche. Quand le pendule vient frapper l'éprouvette, il a une énergie cinétique qui est égale à l'énergie potentielle qu'il avait à sa position de départ  $mgh_0$ ,  $H$  étant la hauteur du marteau par rapport à sa position d'équilibre. Après la rupture, le marteau remonte. Dans son point culminant (hauteur  $H_1$ ), l'énergie cinétique résiduelle s'est de nouveau transformée en énergie potentielle  $mgh_1$ .

L'énergie  $U$  dépensée pour rompre l'éprouvette vaut alors  $U = mg (H_0 - H_1)$

$m$  : masse du mouton pendule

$g$  : accélération de la pesanteur (environ  $9.81 \text{ M} \cdot \text{s}^{-2}$ )

$H_0$  : hauteur du mouton pendule à sa position de départ

$H_1$  : hauteur du mouton pendule à sa position d'arrivée

$K = U/B.W$

$K$  : Résilience en  $(\text{j}/\text{cm}^2)$

B : l'épaisseur de l'éprouvette

W : largeur de l'éprouvette

Comme l'énergie cinétique emportée par les débris après la rupture est négligeable, c'est l'énergie de rupture que l'on indique comme résultat de l'essai de résilience.

L'essai de résilience permet de mesurer la résistance au choc d'un matériau. La résilience correspond à l'énergie nécessaire pour provoquer la rupture d'une éprouvette de POMC l'essai Charpy permet de mesurer cette caractéristique.

Initialement développé pour les essais de choc sur les métaux, l'essai de Charpy est désormais très utilisé dans les laboratoires pour les caractérisations de routine des polymères et des matériaux composites.

## II.8.2. Résultats et discussion

Nous nous sommes intéressés à la dégradation du POMC exposés à un vieillissement naturel d'une part et à un vieillissement accéléré d'autre part.

Nous signalons que toutes les mesures de résilience ont été effectuées sur des éprouvettes rectangulaires de longueur  $L = 80$  mm, largeur  $b = 10$  mm et d'épaisseur  $e = 4$  mm, conforme à la norme NF. ISO179-1.

Pour chaque série, trois éprouvettes sont soumises au test de résilience.

A partir des valeurs mesurées on calcule l'énergie absorbée et on en déduit la résilience.

La valeur maximale de l'énergie se situe au niveau de 25 N.m

$U = H_{\max} - H_{\min}$ .

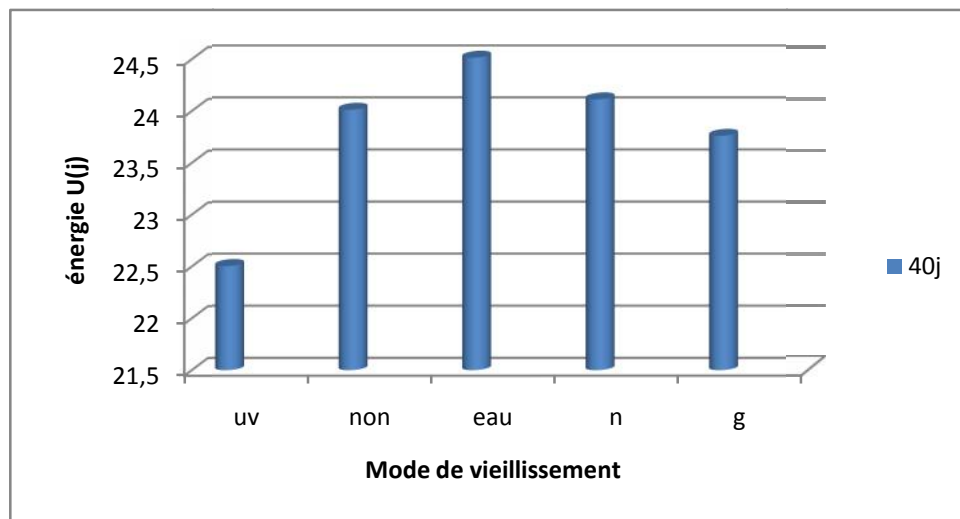
Afin de déterminer la variation de l'énergie et la résilience en fonction de la durée d'irradiation pour le POMC, nous avons représentés par des tableaux (II.1) et des figures (II 8) les résultats expérimentaux obtenus.

**Tableau II.1:** valeurs d'énergie(U) absorbé obtenues pour l'éprouvette sans entaille sous différents vieillissement après 40 jours.

Eprouvette	Non vieilli	Nat	Eau de mer	Gel et dégel	UV
Temps de vieillissement	-	40jours	40j	40j	40H
Energie U(j)	24	24.1	24.5	23.75	22.5

Le protocole expérimental visait à mesurer la résilience dans différents milieux.

Afin de déterminer la variation de l'énergie et la résilience en fonction de la durée d'irradiation pour le POMC, nous avons représentés par de tableau (II.1) et des figures(II.8) le résultat expérimentaux obtenus.



**Figure II.8 :** Histogramme représentant les valeurs d'énergie (U) obtenues pour l'échantillon de pomc.

Quel que soit le mode vieillissement, la symétrie entre vieillissement naturel et accéléré est très nette.

On remarque que le vieillissement UV artificiel est pénalisant que les autres vieillissements. Le vieillissement en eau de mer a apporté une nette différence. Toutes ces observations nous ont permis d'établir des prévisions sur le comportement du matériau POMC.

Les résultats obtenus mettent en évidence l'énergie après exposition à :

- en eau de mer le POMC a un comportement différent et le mieux résistant.
- en condition naturelle, le moins POMC a un comportement aussi résistant.
- en la lampe d'ultraviolet, le POMC présente un mauvais comportement et une énergie très faible.
- à -10°C le POMC est le moins résistant que le naturel.

La vitesse de dégradation du POMC est nettement remarquable pour l'UV et très peu d'influence dans l'eau de mer.

Ces résultats montrent le rôle clé de la représentativité du milieu dans la dégradation du matériau. Nous pouvons donc en conclure que les effets du vieillissement sur notre matériau influent différemment sur le comportement mécanique, laissant suggérer des mécanismes de dégradation différents.

### II.8.2.a. Calcul de la résilience :

Des essais comparatifs de résilience ont été réalisés sur des éprouvettes en POMC soumis à quatre modes de vieillissement.

La résilience est déterminée par l'équation suivante :

$$K = \frac{U}{Se}$$

OU :

K : Résilience en (J/mm<sup>2</sup>)

U : Energie perdue par le marteau au moment de l'impact N /mm<sup>2</sup>

Se: Section en (mm<sup>2</sup>).

Et  $Se = B.W$ .

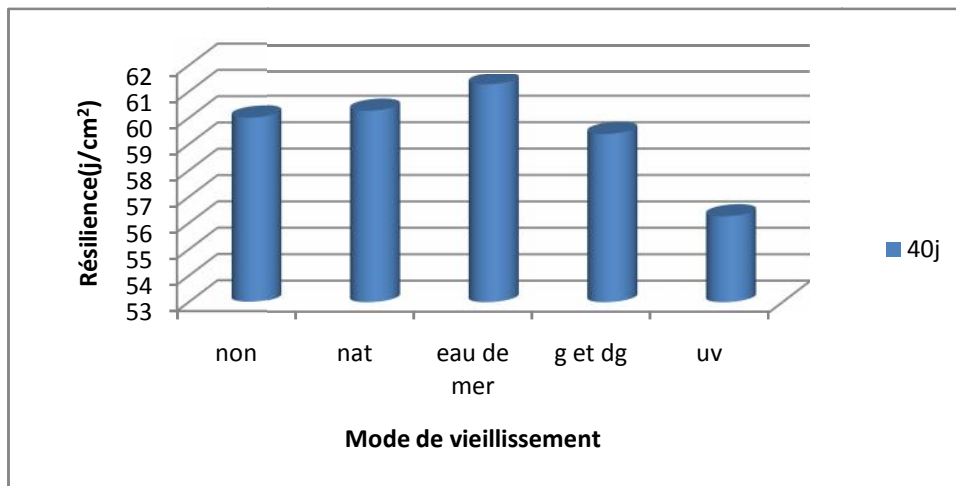
W: largeur de l'éprouvette (mm)

B : l'épaisseur de l'éprouvette (mm)

Le calcul de la résilience à partir des valeurs de l'énergie obtenues est représenté par Les tableaux(II.2) et les figures (II. 9).

**Tableaux II.2 :** les valeurs de résilience K obtenues pour l'échantillon sous différents vieillissements

Eprouvette	Non vieilli	T =-10°C	Eau de mer	Nat	UV
Temps de vieillissement	-	40j	40j	40j	40h
K (j/cm <sup>2</sup> )	60	59.37	61.25	60.25	56.25



**Fig .II.9 :** Histogramme représentant les valeurs de résilience K obtenues pour l'échantillon sous différents vieillissements

Les essais effectués à basse température sur le POMC (figure II.9) montrent que la résilience diminue lorsque la température diminue 59.37 j/cm<sup>2</sup> à -10 °C.

A l'inverse, l'essai réalisé naturellement montre bien que le comportement du matériau devient différent et la valeur de l'énergie mesurée est supérieure à celle des essais réalisés aux autres modes (60.25 j/cm<sup>2</sup>).

L'irradiation ultraviolette du POMC s'est montrée sensible au vieillissement à partir de 40 heures d'exposition aux rayons UV. La valeur de la résilience tend à diminuer avec la durée d'exposition ceci est confirmé par la littérature [1].A l'échelle macromoléculaire, l'irradiation par UV excite les doublets électroniques libres des atomes d'oxygène et les

liaisons de type  $\pi$ , conduisant ainsi à une perturbation irréversible des propriétés mécaniques du polymère. Cette perturbation se traduit par une dégradation rapide de la fissure [2].

Il y'a une autre explication complémentaire pour la dégradation du POMC après irradiation par UV où, la diminution de la résilience K provoque la dégradation du POMC par des coupures de chaînes macromoléculaires. Cette dernière donne naissance à des chaînes moins longues qui peuvent être par la suite intégrées plus facilement dans la phase cristalline du matériau provoquant ainsi le phénomène de cristallisation et conduisant à la fragilisation de l'échantillon [3].

### **Vieillissement naturel :**

Cette campagne d'essais, réalisée sur des échantillons vieillis naturellement nous a permis de connaître, après un certain temps de vieillissement l'influence du milieu. Ces résultats montrent qu'un vieillissement sous en température ne semble pas influencer clairement au cours du temps, A 40 jours de vieillissement, l'énergie on est quasi identique à celle d'origine (24.1J), D'autre part, nous savons que chaque énergie est reliée à un type de faciès de rupture particulier. Ce vieillissement n'a révélé qu'un seul type d'énergie.

### **Vieillissement en gel à -10°C et dégel:**

L'un des paramètres de vieillissement le plus fréquemment varié est la basse température.

Facilement contrôlable, elle permet de comparer des évolutions de comportement en fonction du temps, lorsqu'il est choisi loin des points de transition vitreuse.

La température et l'humidité absorbée peuvent affecter les propriétés mécaniques de la matrice et l'évaluation des effets de ces conditions environnementales. Le froid voit les valeurs des énergies augmentées (23.75 j/cm<sup>2</sup>) avec une chute de température, les effets sont beaucoup plus marqués, et la résilience est significativement affectée par la baisse de la température (59.37 j/cm<sup>2</sup>).

Les résultats des essais de résilience effectués offrent beaucoup d'information sur les effets à basse température. Les cycles de gel et dégel ont montré d'effets significatifs sur la résilience étudiée lors de l'essai. Les basses températures ont, quant à elles, provoqué un changement plus marqué des énergies mesurées. Le Tableau II.2 présente les énergies moyennes mesurées à -10 °C, normalisées par rapport à la même propriété mesurée à température ambiante. Ainsi, la basse température et l'humidité feront diminuer l'énergie.

### **Le milieu**

L'un des thèmes importants de cette étude est la compréhension des phénomènes de diffusion au sein du matériau. Le choix du milieu de vieillissement doit permettre de répondre à ce critère.

Tout d'abord dans l'eau de mer, milieu agressif par excellence et capable d'accélérer le vieillissement de façon importante pour la plupart des matériaux,

L'influence de l'exposition ultraviolette sur la résilience du POMC a été déterminée et les résultats obtenus, montrent une diminution progressive de l'énergie et de la résilience durant l'augmentation du temps d'irradiation ceci est traduit par la grande sensibilité du POMC face au vieillissement [4].

L'influence de la durée d'irradiation semble être importante [5,6,7]. Le rayonnement UV qui possède de moyennes longueurs d'onde et donc une énergie élevée est particulièrement néfaste [8].

Néanmoins de nombreux auteurs ont rapporté des dégradations après exposition du polyacétal sous rayonnements UV ( $\lambda > 300$  nm) [9].

Un rayon lumineux est porteur d'énergie, celle-ci dépendant de la longueur d'onde associée. Si elle est suffisamment élevée, elle peut être à l'origine de la dégradation du polymère.

A partir des histogrammes représentées, La valeur de la résilience tend à diminuer avec le mode d'exposition ceci est en accord avec un mécanisme de dégradation nécessitant un temps d'incubation avant de voir apparaître une modification plus prononcée du polymère.

Après 40 jours de vieillissement, l'énergie et la résilience sont nettement variées en fonction du mode de vieillissement.

Le rayonnement UV semble donc jouer un rôle majeur sur les chaînes macromoléculaires de notre polymère en limitant leur degré de mobilité.

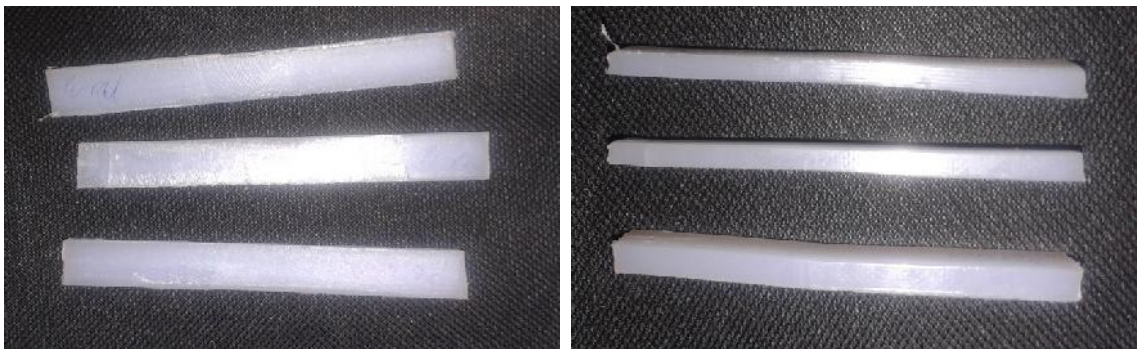
Cependant, ce polymère est fortement sensible au vieillissement à basse température correspond dans son cas à une relaxation des chaînes moléculaires de la partie amorphe, et son effet sur les propriétés mécaniques se manifeste surtout au niveau de la résistance au choc.

Les analyses macrographiques des faciès de rupture après choc ont été réalisées à différents temps de vieillissement pour mieux cerner les phénomènes de dégradation.

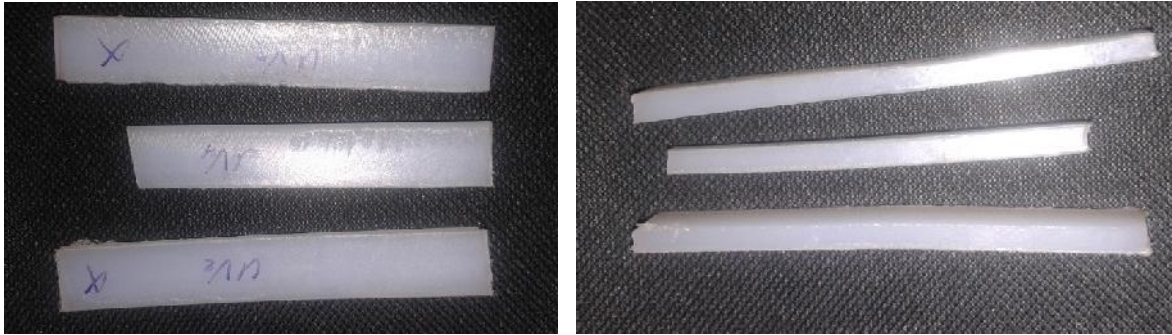
Cette analyse du faciès de rupture des testés en choc Charpy va nous permettre de comprendre l'influence du mode de vieillissement sur le POMC.

Ces photographies révèlent des faciès de rupture totalement différents en fonction du temps de vieillissement.

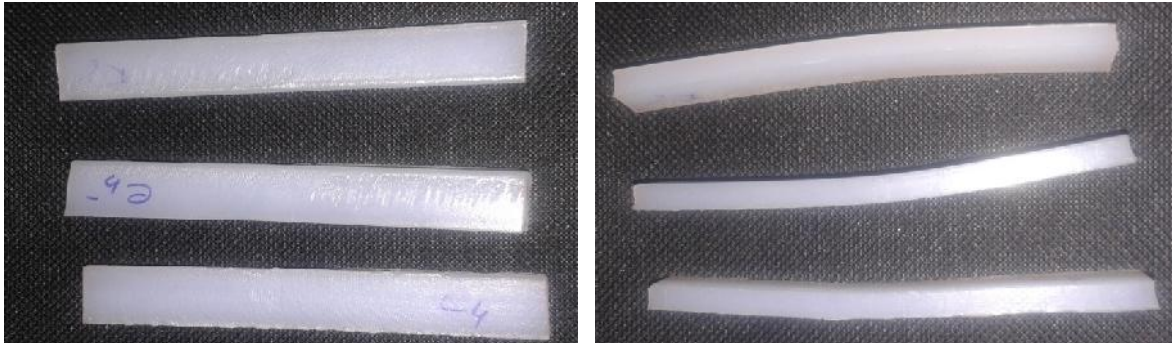
Les photographies ci-dessous présentent le résultat d'un essai de résilience des éprouvettes soumises à un vieillissement.



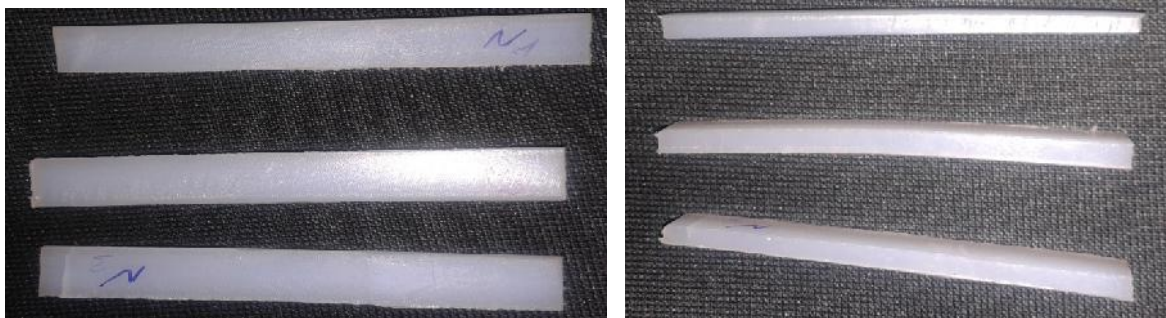
**Figure II.10.**photo échantillon non vieilli



**Figure II.11.** Photo échantillon vieilli par UV

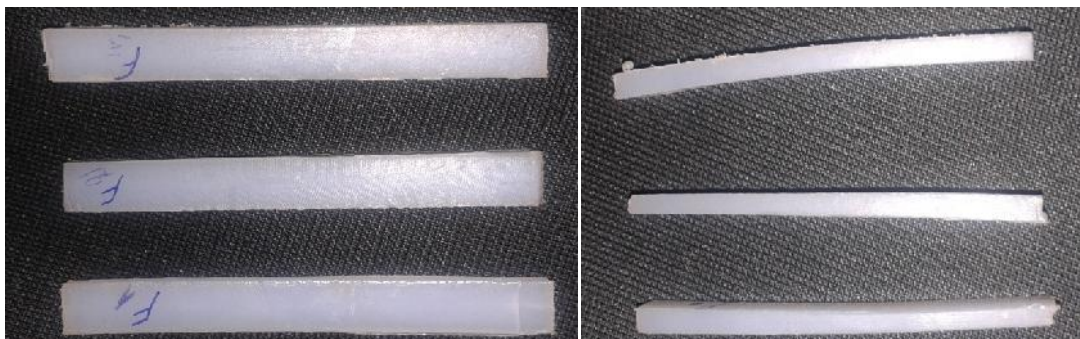


**Figure II.12 :** Photo échantillon vieilli par eau de mère



**Figure II.13 :** Photo échantillon vieilli naturel

De manière générale, cette rupture est reproductible quel que soit la durée de vieillissement des échantillons.



**Figure II.14 :** Photo échantillon vieilli par gel et dégel



Cette photographie (**Figure III.10, 11, 12, 13, 14**) Présente le résultat d'essai de résilience d'un POMC du déficient mode de vieillissement

Nous retrouvons ce type de faciès de rupture pour des durées de vieillissement plus long (à partir de 40 jours).

L'observation macrographique des faciès de rupture ne révèle pas de détérioration apparente entre échantillons vieillis et non vieillis. Les faciès sont identiques à ceux observés sur des échantillons non vieillis. L'agrandissement de la zone rompue montre l'état fibrillaire de cette partie cohésive dans le POMC, parfaitement identique à celui d'un échantillon non vieilli.

D'autre part, nous savons que chaque énergie est reliée à un type de faciès de rupture particulier. Ce vieillissement n'a révélé qu'un seul type d'énergie, associée à un faciès de rupture ductile.

On peut observer les différents faciès des surfaces de rupture pour différentes modes, et noter que :

- ✓ dans la zone de rupture fragile, où l'énergie de rupture (résilience) est faible, le faciès est à " grains " ou " cristallin "
- ✓ dans le domaine de rupture ductile, où l'énergie de rupture est élevée, le faciès est à nerfs.
- ✓ le faciès est mixte dans le gel et dégel.

Ces observations nous ont permis de mieux connaître l'évolution du vieillissement, cependant chacune semble réagir différemment.

### **II.8.3.Conclusion :**

La plupart des recherches scientifiques sur le vieillissement physique des polymères sont réalisées sur les polymères amorphes [10]. Par comparaison, il existe très peu de travaux sur le vieillissement physique des polymères semi cristallins. Néanmoins, les quelques études rapportées ont identifié les principaux effets du vieillissement physique du POMC à température ambiante [11] ; soit que le vieillissement physique influence peu la cristallinité, mais augmente légèrement la densité cristalline du polymère POMC.

Des processus de recristallisation peuvent se superposer au vieillissement physique et influencer sur la cristallinité du POMC à long terme [13]. Ainsi, dans son livre, Ferdinand Rodriguez [12] soutient que si un échantillon est refroidi rapidement à une température en dessous de sa transition vitreuse, une région métastable peut apparaître.

Le fait de chauffer cet échantillon au-dessus de sa transition vitreuse peut éventuellement augmenter sa cristallinité, rendant ainsi l'échantillon plus rigide. Ainsi, l'utilisation du polymère au-dessus de sa température de transition vitreuse peut entraîner des processus de recristallisation qui modifient sa structure initiale. Même à température ambiante, les chaînes amorphes distinctes des cristaux pourraient ainsi subir une recristallisation.

### **II.9.Frottement et Usure du POMC :**

#### **II.9.1.introduction :**

L'utilisation des polymères comme substituant des matériaux métalliques dans différentes applications industrielles s'est très largement développée ces dernières années.

Les pièces plastiques ainsi intégrées dans les systèmes mécaniques sont souvent le siège des phénomènes de frottement et d'usure.

Les polymères sont de plus en plus employés dans des applications mettant en jeu leurs propriétés tribologiques: paliers, engrenages, freins, joints, prothèses orthopédiques, semelles de ski...

L'optimisation de la pratique passe par une compréhension des phénomènes de résistance à l'abrasion et des mécanismes de déformation de la surface des matériaux subissant l'usure.

Chaque fois que deux surfaces glissent, roulent ou frottent l'une contre l'autre, divers problèmes peuvent survenir: usure, force de frottement élevée, chaleur de frottement ou bruit. Les polymères peuvent nous aider à résoudre ces problèmes.

Les conditions de frottement et les mécanismes d'endommagement dépendent d'une multitude de facteurs constituant le tribosystème [14] :

- Caractéristiques des « premiers corps », c'est-à-dire des deux pièces, des deux matériaux en contact,
- Caractéristiques du troisième corps (débris d'usure et/ou lubrifiant) situé à l'interface entre les premiers corps,
- Mouvements relatifs des corps en contact (cinématique), efforts appliqués et efforts transmis par le contact, environnement (atmosphère, température).

Dans cette étude expérimentale nous essayons de montrer dans un premier temps, l'influence de quelques paramètres tribologiques telles que la charge et la vitesse sur le comportement en frottement et à l'usure du POMC, et enfin, l'effet de vieillissement (par radiation UV, eau de mer, naturel et gel / dégel) sur le comportement tribologique.

### **II.9.2. Dispositif expérimental :**

Afin d'identifier les mécanismes d'usure du Pomc dans des conditions de laboratoire et afin de déterminer les paramètres macroscopiques pertinents, un dispositif de frottement utilisant un contact plan/plan a été développé.

Le dispositif simulant l'abrasion réalise un contact plan/plan entre deux échantillons de même nature (Pomc), l'un animé d'un mouvement de rotation, l'autre est fixe. Une représentation schématique du montage expérimental est représentée la figure II.15.

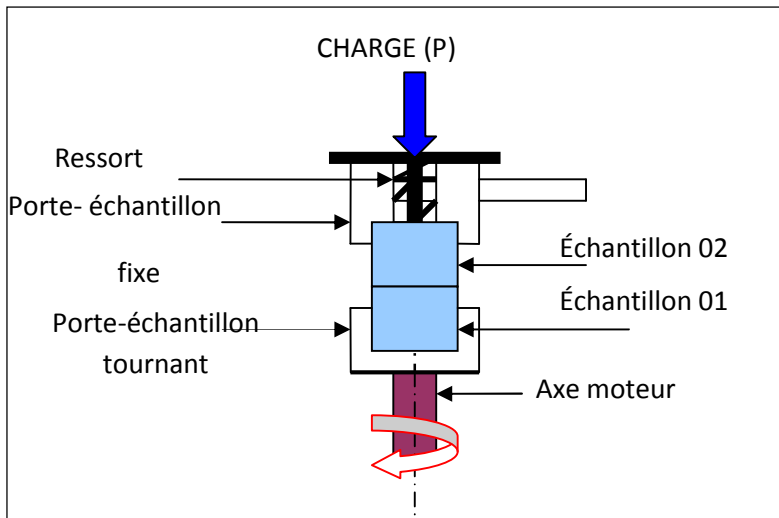


Figure II.15 : Dispositif de frottement.

### II.9.3. Conditions tribologiques :

La quantification de l'usure est généralement réalisée à partir du volume de matière enlevée. Pour quantifier la perte de masse, les échantillons en POMC ont des dimensions (10.1 x10) mm, ensuite, elles ont été pesées avant et après chaque expérience à l'aide d'une balance électronique KERN dotée d'une précision. Les essais ont été réalisés à deux vitesses de glissement  $V1=1.1 \text{ m.s}^{-1}$ ,  $V2=2.2 \text{ m.s}^{-1}$  et à un effort normal ( $N1 = 17 \text{ N}$ ) NF T 51-108. Les valeurs paramétriques des différents paramètres tribologiques (charge, vitesse) et les diverses conditions de frottement possibles (température, environnement) sont indiquées dans le tableau,

<b>Charge</b>	P1=17 N
<b>Température</b>	Ambiante
<b>Lubrification</b>	Sans
<b>Vitesse</b>	$V1=1.1\text{m.s}^{-1}$ ; $V2=2.2 \text{ m.s}^{-1}$

Le frottement du Pomc a été réalisé contre un polymère de même nature (Pomc). Chaque deux heures de frottement les échantillons sont retirés, nettoyés pour être examinés et.

Comme les polymères organiques sont auto-lubrifiants et peuvent donc être utilisés en tant que lubrifiants solides [15]. L'ensemble frotte dans un milieu non lubrifié (à sec). Les éprouvettes étaient référencées et pesées à l'aide de la balance, puis immergées dans le bain de vieillissement accéléré pendant une durée. Une fois la première période d'immersion passée, les éprouvettes étaient extraites, essuyées puis pesées avant d'être de nouveau soumises aux conditions de vieillissement.

### II.9.4. Résultats et discussions :

La quantification d'usure dans les conditions expérimentales de POMC non vieilli est nécessaire, il sert comme référence.

#### II.9.4.a. Etat vierge (non vieilli) :

On a représenté la perte de masse en fonction du temps du POMC à température ambiante 25 °C pour P, V1 et V2. Dans ces conditions les résultats obtenus sont présentés par la figure II.16

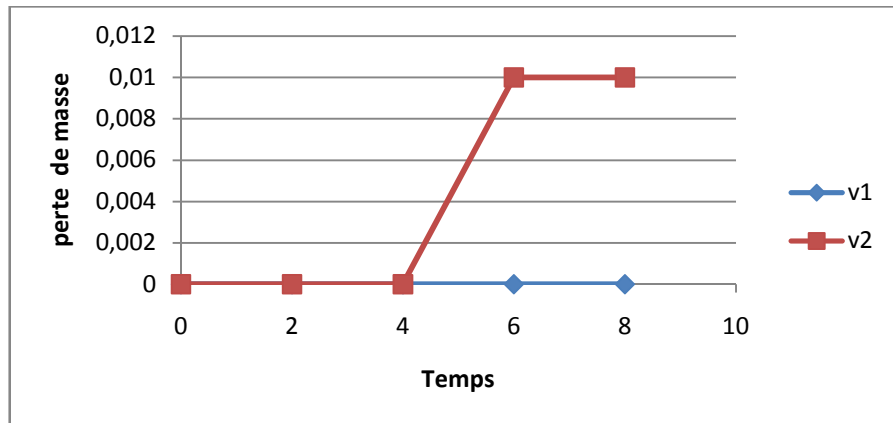


Fig.II.16. : perte de masse en fonction du temps de l'éprouvette non vieilli avec des différentes vitesses

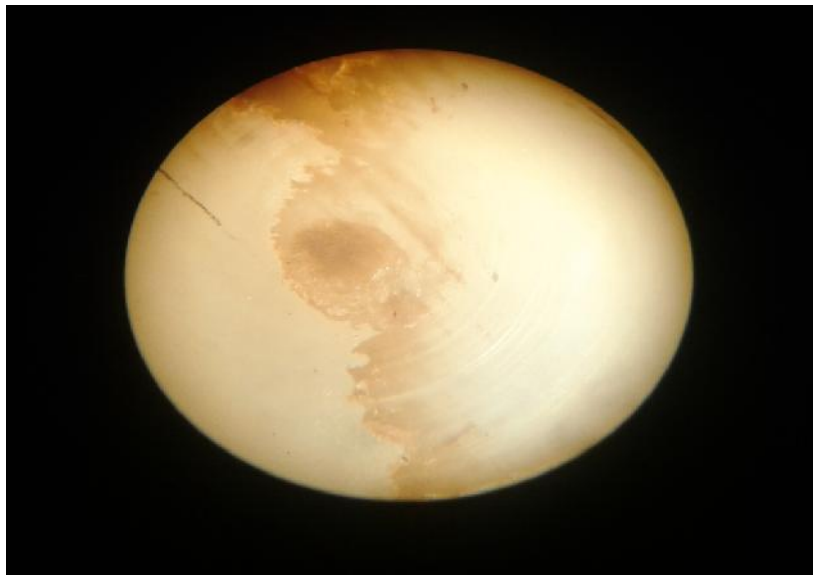


Fig II.17 : Photo échantillon non vieilli

Comme les polymères possèdent un comportement viscoélastique, la première observation qu'il faut indiquer est que la perte de masse du POMC est faible durant la période de frottement.

Après 8 heures de frottement sous  $P_1 = 17 \text{ N}$  et  $V_1 = 1.1 \text{ m.s}^{-1}$ , on remarque aucune variation de la perte de masse des échantillons, en augmentant les paramètres tribologiques ( $V_2 = 2.2 \text{ m.s}^{-1}$ ) elle devient  $0.01 \text{ g.cm}^{-2}$ .

La vitesse de glissement a pour principal effet d'agir sur la température de la zone de contact. L'augmentation de la température du contact avec la vitesse induit des transformations structurales et accroît la réactivité des surfaces vis-à-vis de l'environnement (oxydation en présence d'air).

Par ailleurs, l'élévation de la température des matériaux en contact influence leur résistance à l'usure, sachant qu'elle entraîne une dégradation de leurs propriétés mécaniques [16, 17, 18].

#### II.9.4.b. Etat vieilli :

##### Vieillessement par irradiation UV :

Dans la première série d'essai, nous nous sommes placés dans des conditions douces c'est à dire une vitesse faible et une charge ( $P_1=17\text{ N}$  et  $V_1=1.1\text{ m.s}^{-1}$ ).

Dans la deuxième série d'essai, nous nous sommes placés dans des conditions sévères c'est à dire une vitesse plus élevée ( $V_2=2.2\text{ m.s}^{-1}$ ).

La figure II.18. Montre la perte de masse en fonction du temps de frottement à différentes vitesses

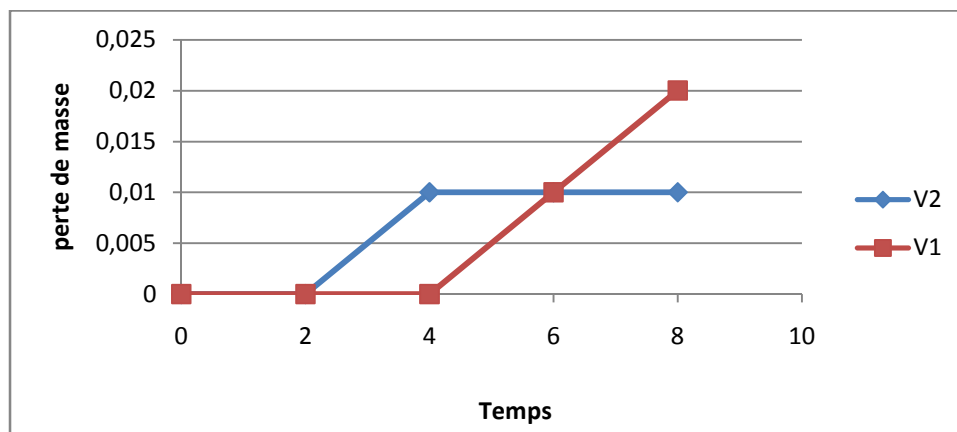


Fig II.18: perte de masse en fonction du temps après un vieillissement sous l'effet d'UV avec des différentes vitesses

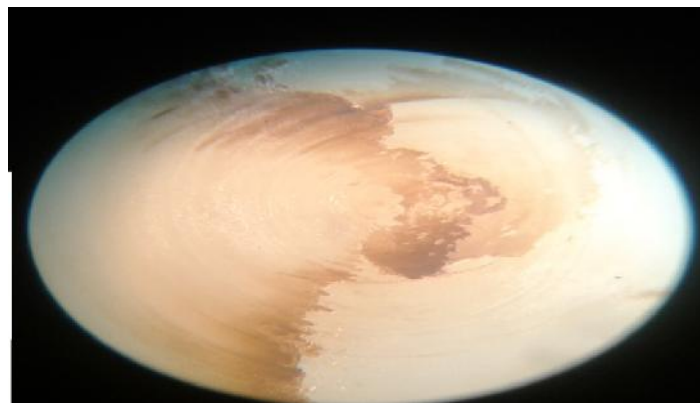


Fig .19. Photo échantillon vieilli par UV

La figure II.18. indique la perte en poids en fonction du temps de frottement du POMC à la vitesse V1. Les échantillons en POMC vieillis UV présentent la plus faible perte en poids pendant 4 heures de frottement.

L'examen de l'échantillon après un essai de 8 heures la perte en poids il augmente.

Cette figure montre clairement l'influence de la vitesse sur la perte en poids il augmente après 2h de frottement.

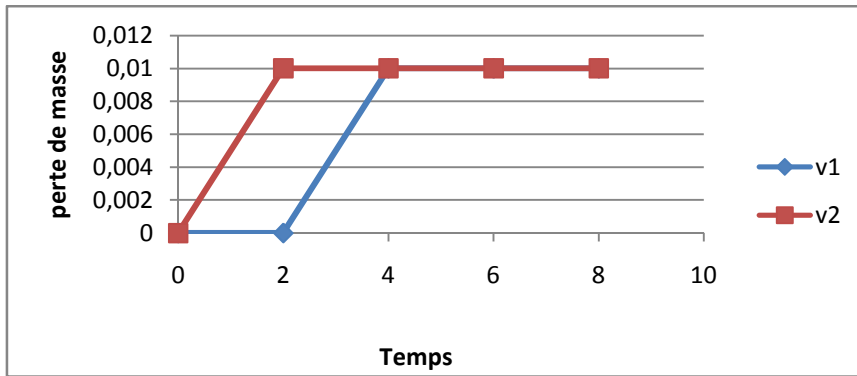


Fig .20 : perte de masse en fonction du temps après un vieillissement sous naturel avec des différentes vitesses

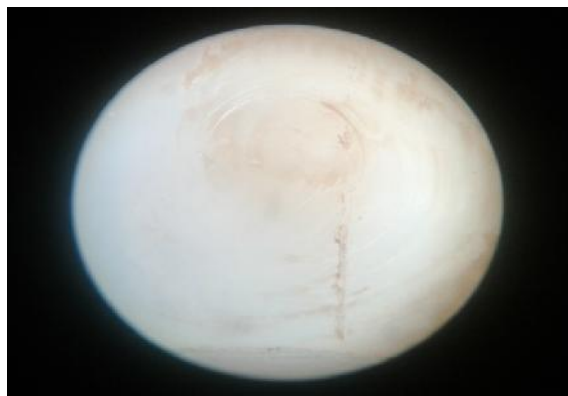


Fig .21.Photo échantillon vieilli naturellement

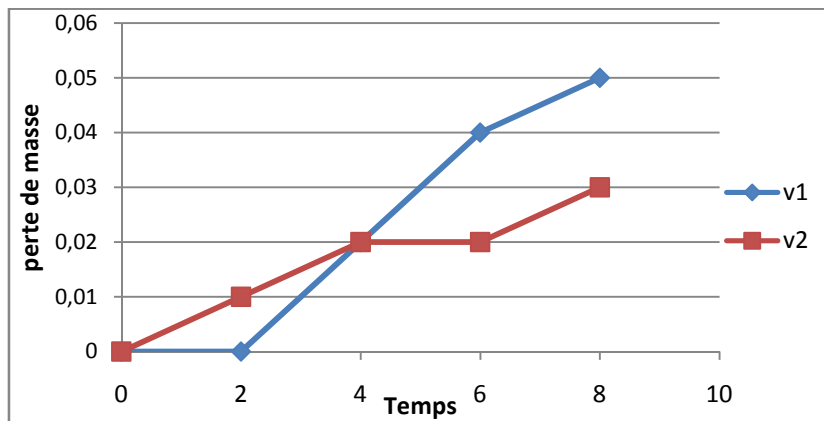


Fig : perte de masse en fonction du temps après un vieillissement sous l'eau de mer avec des différentes vitesses

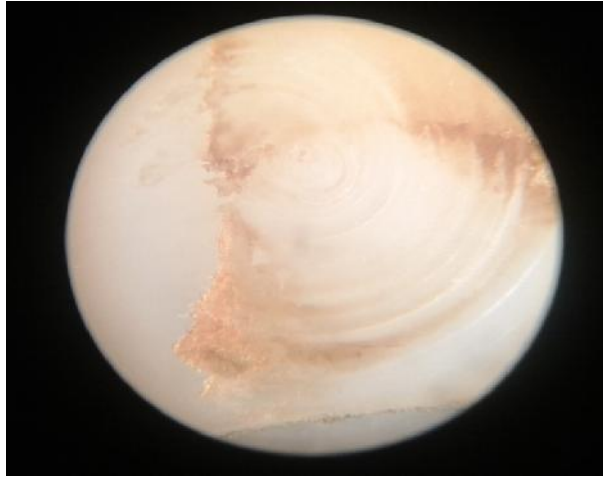


Fig .22.Photo échantillon vieilli par Léau de mère

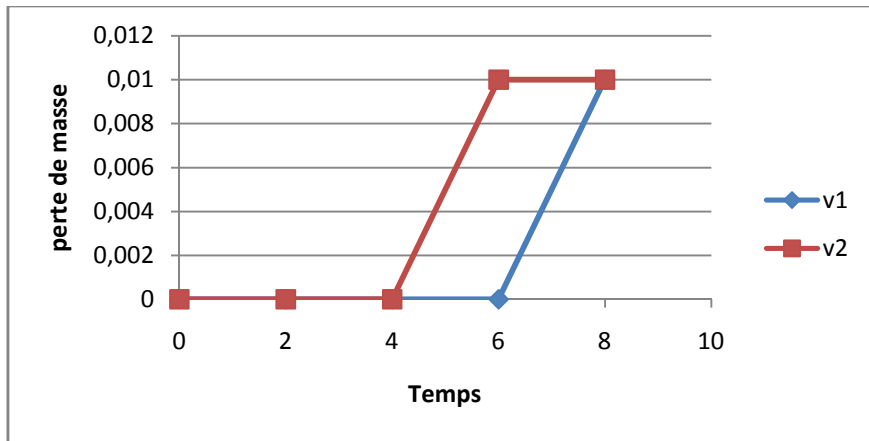


Fig .23 : perte de masse en fonction du temps après un vieillissement sous gel et dégel avec des différentes vitesses

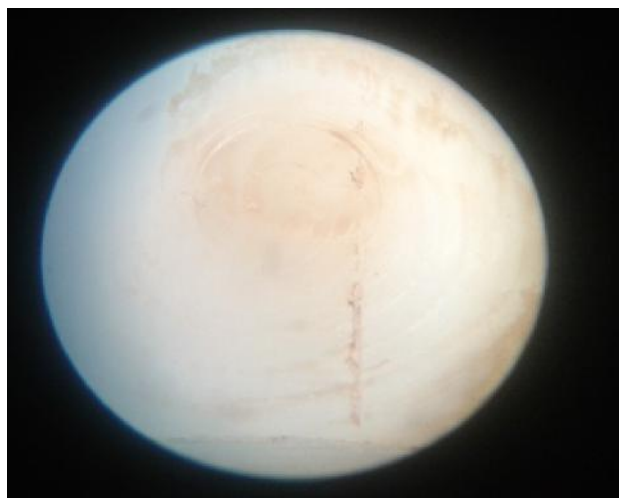


Fig .24.Photo échantillon vieilli par gel et dégel

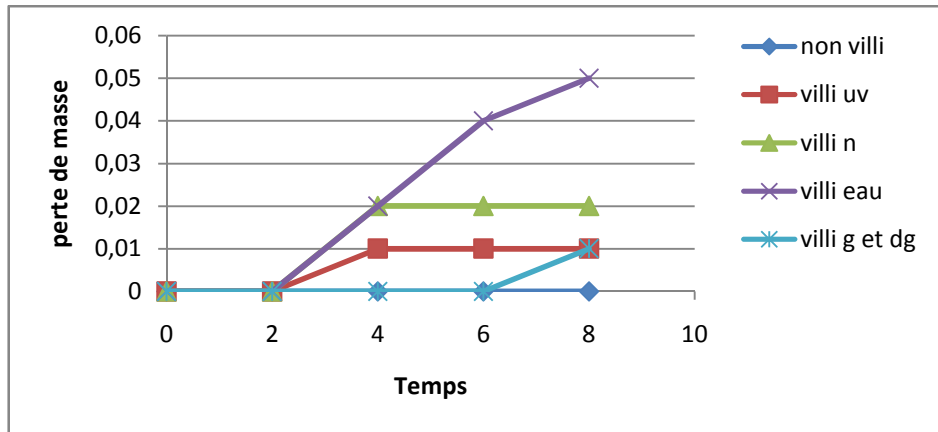


Fig .II.25 : représentant les pertes de masses en fonction du temps pour tous les échantillons par la vitesse v1.

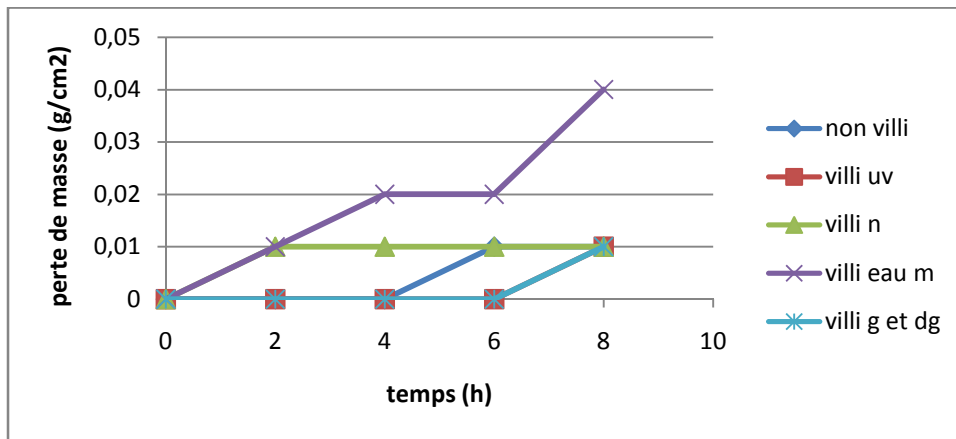


Fig .II.26: représentant les pertes de masses en fonction du temps pour tous les échantillons par la vitesse v2

En remarque donne tous les graphes les vitesses sont plus élevées, la perte de masse augmente ceci entraîne une augmentation de la température dans la zone de frottement et le matériau commence à perdre ses propriétés tribologiques, la déformation est due à la rupture des couches superficielles et la formation de débris persiste.

Les Photos des échantillons des traces de transfert de matière apparaissent sur la surface donnant naissance à un 3<sup>ème</sup> corps. Celui-ci joue un rôle très important dans le tribosystème.

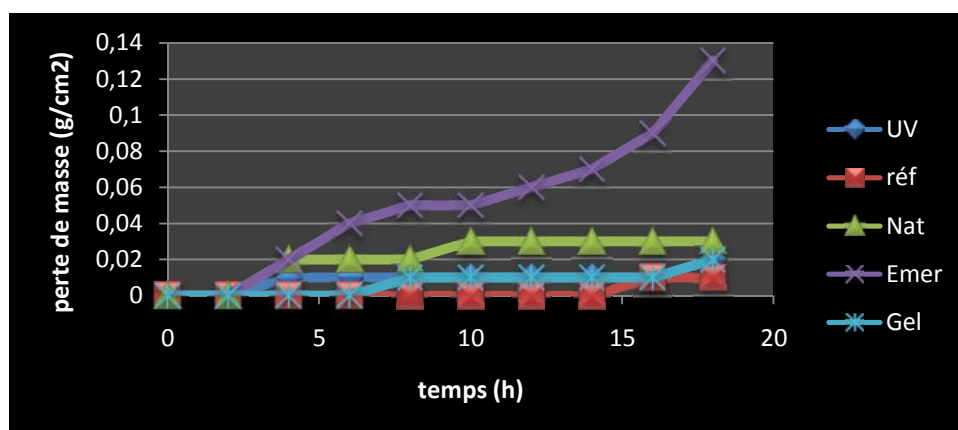




Fig .II.27: représentant les pertes de masses en fonction du temps pour tous les échantillons après 18h de frottement.

Le suivi de la perte en poids masses du POMC a différentes mode des vieillissements résultats sont en accord avec une augmentation de la perte de masse, pouvant être attribuée à des phénomènes de réticulation.

La perte de masse du POMC a été constatée par tous les modes du vieillissement.

Afin de discuter des conditions de vieillissement accéléré en laboratoire, la figure 27 présente l'évolution de la masse en fonction de mode de vieillissement. Des photographies des faces des éprouvettes sont introduites pour visualiser la dégradation au cours du vieillissement.

Le comportement à l'eau de mère est différent de ceux observés avec les autre condition de vieillissement et l'augmentation de perte de masse commence dès le début du vieillissement. Pour une immersion à l'eau de mère, la dégradation intervient très rapidement.

Par ailleurs, l'exposition aux UV conduit à une perte de la masse relevée au terme d'un vieillissement de la même période.

Au vu des résultats obtenus, il est très difficile de conclure sur les mécanismes de vieillissement qui engendrent les modifications de la perte de masse.

Afin de corréliser ces résultats avec le vieillissement des polymères, chacun des modes nous donnant accès à des résultats de différentes origines (chimique, physique ou mécanique).

Les résultats obtenus de la perte en poids nous ont donc apporté que très peu d'informations pouvant aider à l'interprétation des résultats.

Le vieillissement en immersion dans l'eau a conduit à une chute importante des propriétés mécaniques pour les POMC après 40 jours seulement. À l'inverse, le gel a -10C a montré une augmentation de leur propriété mécanique après 40 jours de vieillissement.

Dans le but de rendre compte des changements physiques ayant eu lieu sur les polymères ayant subi un une immersion dans l'eau, une analyse visuelle après vieillissement accéléré a été faite.

Dans les deux cas de polymères, la présence de cloques visibles peut être due à un gonflement du matériau. Ce type de gonflement différentiel peut entraîner d'importants gradients de contraintes [19].

Contrairement aux deux autres modes de vieillissement, les matériaux soumis à une irradiation UV sont restées intactes après vieillissement.

L'étude du photo-vieillissement du POMC mettre sur la piste d'une interprétation basée sur le comportement physique de nos échantillons.

## **II.10.Conclusion générale :**

Le rayonnement ultraviolet, les basses températures et l'humidité sont des facteurs prépondérants dans le processus de vieillissement. A l'échelle moléculaire, ce sont principalement les mécanismes d'oxydation et les modifications de structure de polymères qui provoquent le vieillissement.

Les résultats montrent que le vieillissement à la lumière et l'humidité pendant 40 jours fait baisser très peu la résilience.

Par contre après 40 jours de vieillissement UV et gel et dégel la diminution de la résilience.

Les résultats des tests de vieillissement artificiel doivent être interprétés avec prudence car les phénomènes observés lors du vieillissement naturel et ceux se produisant dans des conditions artificielles ne sont pas toujours concordants.

Par contre, les résultats des tests de vieillissement artificiel ne peuvent pas être utilisés pour connaître le comportement au vieillissement naturel.

La dégradation de la résistance au choc des polymères après une exposition de l'ordre de 40 jours est peu significative. Il est donc nécessaire de caractériser son comportement après un vieillissement prolongé et par d'autres essais mécaniques.

Afin d'évaluer le comportement aux chocs du POMC, l'étude a été effectuée par des essais de résilience. Ces essais après vieillissement accéléré du POMC par irradiation ultraviolette ont bien montré que la durée d'exposition joue un rôle important dans la fragilisation du matériau et provoque une diminution remarquable de la résilience.

Le vieillissement par UV et le gel-dégel avait accru la rigidité et par conséquent la résilience a diminué.

La présence de l'humidité a modifié le comportement du matériau en générant des valeurs de résilience plus élevée pour provoquer une déformation plastique.

Comme les pièces plastiques peuvent être intégrées dans les systèmes mécaniques, elles sont soumises souvent à des phénomènes de dégradation et d'usure mettant en jeu leurs propriétés tribologiques.

Les résultats obtenus ont montré que :

- L'influence du vieillissement par immersion dans l'eau de mer sur la perte en poids en fonction du temps est plus significative que celle du vieillissement par température.
- L'augmentation de la charge et de la vitesse accroît l'usure.

En conclusion, l'exposition inévitable des POMC à l'irradiation UV ou à la variation de la température, provoque une évolution généralement irréversible de leurs propriétés d'usage.

Au-delà de la prévision de la durée de vie du matériau, la connaissance des mécanismes de vieillissement permet également de mettre au point des stratégies de stabilisation du matériau et d'optimiser sa formulation en vue de son application.