UNIVERSITE YAHIA FARES DE MEDEA

FACULTE DES SCIENCES

DEPARTEMENT DES SCIENCES DE LA MATIERE

Mémoire

Présenté pour obtenir le diplôme de Master

En Chimie

Spécialité : Chimie des matériaux

Par :

MAMMERI Yasmin
MAKHLOUF Abir

Thème :

CARACTERISATION THERMOPHYSIQUE DES FILMS INDUSTRIELS DE CONDITIONNEMENT

Soutenu publiquement le : 15/06/2026, Devant le jury composé de :

FARCH Sabrina	MCA.	Université de Médéa	Présidente
TURKMAN Meriem	MCA.	Université de Médéa	Examinatrice
ARRACHE Salah Amine	Directeur Général	Soexplast	Invité
BENGHARBIA Aboubakr	Résponsable Exploitation	Soexplast	Invitée
EULDJI Amel	MCB.	Université de Médéa	Encadrant

Année Universitaire 2025/2026

الكشف الحراري الفيزيائي لأغشية التعبئة الصناعية

ملخص

يركز هذا المشروع البحثي على دراسة معمقة لنوعين من أغشية التغليف الصناعية: أغشية الانكماش الحراري وأغشية التمدد. تم تحليل هذه المواد من حيث خصائصها الميكانيكية والبنيوية والحرارية، بهدف تحسين عمليات الإنتاج. يُعد تحديد معايير المعالجة الحرجة - مثل معدل التمدد، ونسبة السحب، وارتفاع خط التجميد - أمرًا أساسيًا لتحديد ظروف التصنيع المثالية التي تضمن جودة وكفاءة عاليتين. كشفت الاختبارات الميكانيكية عن سلوكيات متباينة لكل غشاء. بالنسبة لغشاء الانكماش الحراري، أظهرت اختبارات الانكماش أن دمج البولي إيثيلين الخطي منخفض الكثافة (LLDPE) إلى البولي إيثيلين المتفرع (LDPE) يوفر مرونة ملحوظة، مما يسهل استخدامه في آلات التغليف بالانكماش. تبقى الاستعادة محدودًة لكلا الغشائين، مما يشير إلى انخفاض المرونة في الاتجاهين الطولي والعرضي. في المقابل، يكون الاستطالة عند الكسر أكثر وضوحًا في الاتجاه العرضي منه في الاتجاه الطولي، مما يشير إلى سلوك لزج مرن متأثر بالإجهادات الديناميكية. تم تقييم معامل الاحتكاك لقياس انزلاق الأغشية على أسطح التلامس المختلفة، وبالتالي تحسين أدائها التشغيلي. يؤكد التحليل الطيفي بالأشعة تحت الحمراء (FTIR) وجود مجموعات وظيفية خاصة بالبوليمرات المُصنّعة. ويكشف حيود الأشعة السينية عن درجة تبلور عالية بنظام معيني قائم، حيث تبقى وحدة الخلية مستقرة بغض النظر عن تركيبة الغشاء. ويؤكد المجهر الإلكتروني الماسح (SEM) البنية الليفية البلورية. وأخيرًا، مكّنت التقنيات الحرارية، مثل التحليل الحراري الوزني (TGA) والمسعر التفاضلي الماسح (DSC)، من استخلاص خصائص رئيسية كدرجة حرارة التحلل، ودرجة حرارة التحول الزجاجي (Tg=400)، والحرارة الكامنة للانصهار(Tf=450)، ودرجة التبلور، مما يوفر أساسًا متينًا للتنبؤ بسلوك الأغشية تحت تأثير الإجهادات الحرارية الصناعية.

الكلمات المفتاحية: التغليف، الأغشية البوليمرية، الانكماش الحراري، التمدد، درجة حرارة التحول، الحرارة الكامنة، التبلور، الخواص الميكانيكية.

CARACTERISATION THERMOPHYSIQUE DES FILMS INDUSTRIELS DE CONDITIONNEMENT

RÉSUMÉ

Ce projet de recherche se consacre à l'étude approfondie de deux types de films de conditionnement industriel : le film thermorétractable et le film étirable. Ces matériaux ont été analysés sous l'angle de leurs propriétés mécaniques, structurales et thermiques, dans le but d'optimiser les processus de production. L'identification des paramètres de transformation critiques – tels que le taux de gonflage, le rapport de tirage et la hauteur de la ligne de figeage – s'avère essentielle pour définir des conditions de fabrication idéales, garantissant une qualité et une efficacité supérieures. Les essais mécaniques ont révélé des comportements distincts pour chaque film. Pour le film thermorétractable, les tests de rétraction démontrent que l'incorporation de polyéthylène linéaire basse densité (LLDPE) au PEBD radicalaire confère une élasticité remarquable, facilitant son déploiement sur les machines de fardelage. La recouvrance reste limitée pour les deux films, indiquant une faible élasticité dans les directions longitudinale et transversale. En revanche, l'allongement à la rupture est nettement plus prononcé dans le sens transversal que longitudinal, témoignant d'un comportement viscoélastique influencé par les contraintes dynamiques. Le coefficient de friction a été évalué

pour mesurer le glissement des films contre divers supports de contact, améliorant ainsi leur performance opérationnelle. Sur le plan structural, la spectroscopie infrarouge (FTIR) confirme la présence des groupements fonctionnels propres aux polymères formulés. La diffractométrie des rayons X révèle une cristallinité élevée avec un système orthorhombique, dont la maille élémentaire reste stable indépendamment de la formulation du film, la microscopie électronique à balayage (MEB) confirme la structure fibrillaire cristalline. Enfin, les techniques thermiques, telles que la thermogravimétrie (ATG), la calorimétrie différentielle à balayage (DSC), ont permis d'extraire des propriétés clés comme, la température de dégradation, la température de transition vitreuse (Tg=400), la chaleur latente de fusion(Tf=450) et le degré de cristallinité, fournissant une base solide pour prédire le comportement des films sous contraintes thermiques industrielles.

Mots-clés : Conditionnement, films polymériques, thermorétractable, étirable, température de transition, chaleur latente, cristallinité, propriétés mécaniques.

THERMOPHYSICAL CHARACTERIZATION OF INDUSTRIAL PACKAGING FILMS

ABSTRACT

This research project focuses on the in-depth study of two types of industrial packaging films: heat-shrink film and stretch film. These materials were analyzed in terms of their mechanical, structural, and thermal properties, with the aim of optimizing production processes. Identifying critical processing parameters—such as the inflation rate, the draw ratio, and the height of the freeze line—is essential for defining ideal manufacturing conditions that guarantee superior quality and efficiency. Mechanical tests revealed distinct behaviors for each film. For heat-shrink film, shrinkage tests demonstrate that incorporating linear low-density polyethylene (LLDPE) into the core LDPE provides remarkable elasticity, facilitating its deployment on shrink-wrapping machines. Recovery remains limited for both films, indicating low elasticity in the longitudinal and transverse directions. Conversely, the elongation at break is significantly more pronounced in the transverse direction than in the longitudinal direction, indicating viscoelastic behavior influenced by dynamic stresses. The coefficient of friction was evaluated to measure the sliding of the films against various contact surfaces, thus improving their operational performance. Structurally, FTIR spectroscopy confirms the presence of functional groups specific to the formulated polymers. X-ray diffractometer reveals high crystallinity with an orthorhombic system, whose unit cell remains stable regardless of the film formulation. Scanning electron microscopy (SEM) confirms the crystalline fibrillar structure. Finally, thermal techniques, such as thermogravimetric analysis (TGA) and differential scanning calorimetry (DSC), have made it possible to extract key properties such as degradation temperature, glass transition temperature (Tg-400), latent heat of fusion(Tf=450), and degree of crystallinity, providing a solid basis for predicting the behavior of the films under industrial thermal stresses.

Keywords: Packaging, polymeric films, heat shrinkable, stretchable, transition temperature, latent heat, crystallinity, mechanical properties.

REMERCIEMENTS

Nous tenons tout d'abord à remercier, le bon DIEU, pour nous avoir donné le courage et la détermination nécessaire pour finaliser ce travail de recherche qui compte tant pour notre avenir intellectuel et professionnel.

Nous tenons tout particulièrement à adresser nos vifs remerciements à notre directrice de mémoire, Madame EULDJI Amel, pour nous avoir proposé ce sujet de recherche et surtout pour ses orientations et remarques fructueuses. Qu'elle trouve ici l'expression de notre profond respect.

Ce serait manquer à un devoir très important que de ne pas remercier Monsieur BEKKAR Yassine, Carde technique à SONATRACH et notre collègue à l'Université, pour son agréable aide, ainsi que notre co-promoteur le Chef de Département TCF BENSAIAH Youcef, pour son accompagnement lors de notre stage à SONATRACH.

C'est avec une certaine sincérité que nous voudrions remercier l'Ex-Directeur Général de la filiale SEOXPLAST du groupe ENPC, Monsieur ADJA Abdelkader, qui nous a accueilli au sein de sa société, ainsi qu'à l'ensemble d'équipe, spécialement Monsieur BENAIMACHE Zakaria, le Responsable Technique, Monsieur BENGHARBIA Aboubakr, Directeur de l'Exploitation et Madame KAROUCHE Hafidha, la Responsable Contrôle de qualité de la société, qui ont sacrifié de leurs temps pour nous suivre, et pour tout ce qu'ils nous ont appris sur le domaine des films. Qu'ils trouvent ici l'expression de notre sincère reconnaissance.

Nous sommes très sensibles à l'honneur que nous a fait Madame FARCH Sabrina, pour l'intérêt qu'elle a accordé à ce travail en acceptant de présider le jury.

Nos remerciements s'adressent également à Madame TURKMAN Meriem, pour nous avoir honoré de sa présence en acceptant de juger ce travail. Ses critiques et suggestions seront certainement constructives.

Et à la fin, Nous remercions toutes les personnes qui nous ont soutenu, de près ou de loin, tout au long de notre cursus universit

Dédicaces

A mon très cher papa

Je tiens à te remercier du fond du cœur pour tous les sacrifices que tu as faits pour moi, pour ton soutien constant et pour ta présence dans chaque étape de ma vie. Grâce à toi, j'ai appris la patience, la force et la persévérance.

Aujourd'hui, si j'ai atteint ce succès, c'est avant tout grâce à tes efforts, à tes conseils et à ton amour inconditionnel. Aucun mot ne pourra exprimer toute ma gratitude et mon respect envers toi.

Merci d'avoir toujours cru en moi, même dans les moments difficiles. Je suis fière de t'avoir comme père.

A ma chère maman,

Femme de cœur et de courage, tu es ma plus grande force au quotidien. Tes sacrifices, ton amour et patience ont façonné la personne que je suis aujourd'hui. Tu as toujours été là, dans les moments difficiles comme dans les plus beaux, sans jamais faiblir. Grace à toi, j'ai appris la persévérance, la tendresse et la valeur de la famille. Merci pour tout ce que tu fais pour moi, pour ton soutien sans limites et ton amour inconditionnel. Je ferai toujours de mon mieux pour te rendre fière.

À ma famille

À mes chères sœurs : Samira, Nadjwa, Nadia, Ahlam, Amira, Iman, Ikram, Fella et Meriam, à mon cher frère Abdou, à son épouse Razika, ainsi qu'à tous nos adorables petits-enfants,

Je vous adresse mes plus sincères remerciements pour votre soutien, votre amour et votre présence constante à mes côtés. Votre affection et vos encouragements m'ont donné la force d'avancer et de réussir.

Vous avez toujours été une source de joie, de réconfort et de motivation dans les moments difficiles comme dans les plus beaux instants de ma vie. Je suis profondément reconnaissante de vous avoir dans ma vie et fière d'appartenir à une famille aussi unie et précieuse.

Merci pour chaque geste, chaque parole et chaque moment partagé. Que notre lien familial reste toujours fort et rempli d'amour.

À moi-même,

Je me remercie pour tout ce que j'ai traversé, pour ma patience et ma force malgré les difficultés. Je suis fière du chemin que j'ai parcouru et de tout ce que j'ai accompli jusqu'à présent.

Ce n'est que le début, et je continuerai à croire en moi et à avancer vers mes objectifs.

À mes chers amis : Samiha, Abdelhak ,Yasin, Ayoub, Abir, Rania, Ferial, Marwa, Aya et Hodi Manal, Ahmed,……..

Je vous adresse mes plus sincères remerciements pour votre amitié, votre soutien et votre présence à mes côtés. Vous avez rendu mon parcours plus beau, plus facile et rempli de joie grâce à votre encouragement et votre gentillesse. Je suis vraiment reconnaissante de vous avo

Yassmine

Dédicaces

À ceux qui furent ma lumière quand les chemins s'obscurcissaient, et l'épaule sur laquelle je m'appuyais quand les fardeaux pesaient, je dédie le fruit de ce combat :

À mon père (Que son âme repose en paix)

À celui qui nous a quittés à mi-chemin, mais qui n'a jamais quitté mon cœur un seul instant. Aujourd'hui, je porte mon diplôme en espérant que tu sois là pour me voir, mais je sais que ton âme plane fièrement autour de moi. Tu as semé l'ambition en moi avant ton départ, et aujourd'hui je la récolte pour toi. Demeure en paix au paradis, toi mon tout premier maître.

À ma mère (Source de lutte)

À celle qui a veillé pour me faciliter les épreuves, et dont les prières étaient le secret caché derrière chaque succès. Toi qui m'as offert ta vie et ta patience pour que je puisse aujourd'hui me tenir debout avec fierté. Sans tes sacrifices et ton soutien infaillible, cette réussite n'aurait aucun goût. Ce diplôme est d'abord le tien.

À mon frère (Mon soutien et ma fierté)

À celui par qui ma force s'est affirmée, et qui fut pour moi comme une montagne face aux adversités. Toi qui as comblé le vide de l'absence et qui as su remplacer mon père par ta tendresse, ta fermeté et ta protection. Tu es une grâce que les mots ne sauraient remercier, et le trésor dont je m'enorgueillis.

À mes sœurs (Le pouls de mon cœur)

À mes compagnes de vie qui partageaient mon anxiété et ma fatigue avant mes joies. Vous êtes l'âme qui anime cette maison, et grâce à votre soutien, le chemin a été plus beau et plus facile.

À ma grand-mère (Disparue) et à ma grand-mère (Longue vie à elle)

À l'âme de ma grand-mère qui nous a quittés, tes anciennes prières habitent toujours mon cœur. Et à ma chère grand-mère qui nous couvre de sa bénédiction, que Dieu te garde pour nous comme une lumière et une joie qui complètent ma réussite.

À mes petits anges (Mes neveux et nièces)

À vos visages innocents qui me donnaient l'énergie de l'espoir. Vous êtes la joie qui emplit mes jours, et ce succès est pour moi une façon d'être un modèle dont vous serez fiers dans votre avenir.

À mes oncles maternels, mon oncle paternel et les épouse de mes sœurs

À ma famille et mes piliers, vous qui n'avez ménagé aucun effort pour m'offrir conseils et affection. Merci d'être ce rempart inébranlable et ce grand cœur qui nous enveloppe toujours de sa chaleur. Merci d'avoir été pour moi les meilleurs frères et le plus fidèle des soutiens tout au long de mon parcours.

À mes amies (Compagnes de route)

À celles qui ont partagé mes jours d'études, avec leurs hauts et leurs bas, et qui ont été pour moi des sœurs que ma mère n'a pas enfantées. Merci pour chaque instant d'encouragement et pour chaque beau souvenir que nous avons créé ensemble sur le chemin de l'accomplissement.

"Aujourd'hui, je ne fête pas seulement mon diplôme, mais je célèbre votre présence à tous dans ma vie... Louange à Dieu, une louange infinie." **ABIR**

Liste abréviation et symbole

LISTE DES ABREVIATIONS	
PE	Polyéthylène
PP	*Polypropylène*
PEHD	Polyéthylène haut densité
PEBD	Polyéthylène basse densité
, LDPE	Polyéthylène basse densité radicalaire
LLDPE	Polyéthylène basse densité radicalaire linéaire
EVA	Éthylène vinyle acétate
SCB	Short Chaine Branching
LCB	Long Chaine Branching
FLH	Frost Line Height
PCI	Polyisobutylène
PVC	Polychlorure de vinyle
PET	Polyéthylène téréphtalate
PIB	Polyisobutylène
MFR	Melt flow rate
TPO	Thermoplastique Polyoléfine
mLLDPE	Metallocene Linear Low-Density Polyethylene
ULDPE	Ultra low densite polyéthylène
EPE	Expanded Polyéthylène
AEP	Alimentation en Eau Potable
EDI	Echange de données informatisé

Liste abréviation et symbole

MDO	Machine Direction Orientation
PVDC	Polychlorure de vinylidene
GRV	Grands récipients pour vrac
POP	Polluant organique persistant
TG	Taux de gonflage
TT	Taux de tirage
SL	*Sens longitudinale*
ST	*Sens transversale*
PLA	Acide polylactique
TMA	Analyse Thermomécanique
MD	Sens Machine
TD	Direction Transversale
LCB	Long Chain Branching
IR-TF	*Spectroscopie Infrarouge a Transformée de Fourrier*
DRX	Diffraction Des Rayons X
MEB	Microscopie Électronique a Balayage
MFI	Melt Flow Index
H	Enthalpie
G	Énergie de fracture
S	Entropie
DP_i	Degré de polymérisation
L_0	Longueur initiale du côté (100 mm)
L_f	Longueur du côté après rétrécissement
D_e	Nombre de Deborah

Liste abréviation et symbole

t_c	Le temps caractéristique de relaxation du polymère
t_p	Le temps caractéristique du processus de déformation
DMA	Analyse mécanique dynamique
ATR	Réflectance totale atténuée
NOMENCLATURES ET SYMBOLES	
NOMENCLATURES	
FT	**Couche01 :**90% LLDPE + 10% LDPE + 0% EVA **Couche02 :** 90% LLDPE + 10% LDPE + 0% EVA **Couche03 :** 90% LLDPE + 10% LDPE + 0% EVA
FE	**Couche01 :** 5% LLDPE + 95% LDPE + 0% EVA **Couche02 :** 0% LLDPE + 68% LDPE + 32% EVA **Couche03 :** 5% LLDPE + 95% LDPE + 0% EVA
SYMBOLES	
Tg	*Température de transition vitreuse*
°C	Temperature
INDICES	
G	Vitreux

SOMMAIRE

Abstract/Résumés/ملخص	
Remerciements	
Dédicaces	
Glossaire	
Sommaire	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Liste des schémas	
Liste des annexes	
INTRODUCTION GENERALE	
1. Contexte de l'étude	a
2. Objectifs du mémoire et organisation du manuscrit	b
PARTIE 1 : synthèse bibliographie	
CHAPITRE I : EMBALLAGE FLEXIBLE	
Introduction	1
2. PROCÉDÉS DE FABRICATION, L'EXTRUSION DE FILM	1
2.1. L'EXTRUSION-SOUFFLAGE	2
2.1.1. PRÉSENTATION DU SYSTÈME	2
2.1.2. IMPACT DES VARIABLES DE FABRICATION	3
2.1.3. STRUCTURES MULTICOUCHES	6
2.2. COMPOSITION ET RÔLE DE LA FORMULATION	7
2.2.1. RESSOURCES MATÉRIELLES	7
2.2.2. ÉLABORATION DE LA FORMULATION	8

SOMMAIRE

2.2.3. ADJUVANTS DE MISE EN ŒUVRE	9
2.2.4. ADJUVANTS DÉDIÉS AUX PROPRIÉTÉS FONCTIONNELLES	9
2.3. SOLUTIONS DE CONDITIONNEMENT PELLICULAIRES	11
2.3.1. FILMS ETIRABLES	12
a. DÉFINITION ET PROPRIÉTÉS	12
b. FORMULATION ET ARCHITECTURE DES FILMS	13
c. PHÉNOMÈNES D'ADHÉSION	16
d. PROPRIÉTÉS DES FILMS ÉTIRABLES	17
2.3.2. FILMS RETRACTABLES	19
a. DÉFINITION ET PROPIÉTÉS	19
b. ORIENTATION DU FILM	20
c. PROPRIÉTÉS DE RÉTRACTION	21
d. FILMS PSEUDO-RÉTRACTABLES	22
e. CARACTÉRISATION DU RÉTRÉCISSEMENT	22
f. COMPARAISON DES FILMS RÉTRACTABLES	24
2.3.3. Le module de Young	24
2.3.4. PROBLÉMATIQUES RENCONTRÉES ET CONCEPTS PHYSIQUES ASSOCIÉS	24
2.3.4.1. Caractéristiques MÉCANIQUES	24
a. ÉLASTICITÉ, VISCOSITÉ ET VISCOÉLASTICITÉ	25
b. DÉFORMATION ÉLASTIQUE	25
c. ÉTIRABILITÉ	27
d. DÉFORMATION PERMANENTE	30
e. INFLUENCE DE L'ORIENTATION MACROMOLÉCULAIRE	32
2.3.2. PROPRIÉTÉS OPTIQUES	35

SOMMAIRE

a. BRILLANCE	35
b. VOILE ET TRANSPARENCE	35
c. CRISTALINITÉ	36
d. CAVITATION	36
3. CONCLUSION	37
Référence bibliographique	42
PARTIE2:PARTIE EXPERIMENTALE	
CHAPITRE II. Matériel et méthodes	
INTRODUCTION	48
2. Produits élaborés et matériaux utilisés	48
2.1. Produits élaborés	48
2.1.1. Films thermorétractables	49
2.1.2. Film étirable	49
2.2. Matériaux utilisés	50
2.2.1. Éthylène vinyle acétate (EVA)	51
2.2.2. Polyéthylène basse densité radicalaire (LDPE	52
2.2.3. Polyéthylène basse densité radicalaire linéaire (LLDPE)	53
2.2.4. Agent de glissemunt	54
2.2.5. Agent Anti -blocage	54
3. Élaboration des échantillons	56
3.1. Le procédé de l'extrusion gonflage	56
3.2. Le mode opératoire du procédé	56
3.3.1. Emmagasination de la matière première	57
3.3.2. Formulation des différents échantillons	57

3.3.3. Alimentation et dosage de la matière première	58
3.3.4. Extrusion de la matière première	60
3.3.5. Gonflement de l'extrudât	60
3.3.6. Contrôle du film	62
3.3.7. Traitement corona	62
3.3.8. Enroulement et bobinage	63
3.3.9. Impression du film	63
3.4. Fabrication du film étirable (grade 0,5)	64
3.5. Fabrication du film thermo rétractable (grade 0,7)	65
4. Caractérisation des films	65
4.1. Identification des plastiques à l'aide de la spectrophotométrie IR	65
4.2. Propriétés mécaniques des films	67
4.2.1. Propriétés de traction	68
4.2.2. Résistance à la déchirure	70
4.3. Diffraction des Rayons X (DRX)	71
4.4. Définition La calorimétrie à balayage différentiel	72
4.5 Analyse Thermogravimétrique (ATG)	74
4. 6. Microscopie électronique à balayage (MEB)	74
5. Conclusion	75
Référence bibliographique	
CHAPITRE III. RESULTATS & DISCUSSION	
INTRODUCTION	79
2. DÉTERMINATION DES PARAMÈTRES OPTIMAUX DU PROCÉDÉ	79
2.1. TAUX DE GONFLAGE (TG)	79

SOMMAIRE

2.2. TAUX DE TIRAGE (TT)	81
2.2. HAUTEUR DE LA LIGNE DE FIGEAGE (FLH)	82
3. ANALYSE DES SPECTRES infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)	83
4. PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES DES DEUX FILMS	87
4.1. TEST DE RÉTRACTION	87
4.2. TESTS DE TRACTION	90
4.3. TESTS DE FRICTION	95
5.Interprétation des données d'analyse ATG	100
5.1. ANALYSE film étirable	100
6.Interprétation des données d'analyse DSC	102
6.1. ANALYSE film étirable	102
6.2. ANALYSE film thermorétractable	104
7. Caractérisation microstructurale par MEB	105
7.1. Film thermorétractable.	105
7.2 FILM étirable	107
8. ANALYSE DE LA MICROSTRUCTURE DES FILMS PAR DRX	108
8.1. Analyse du film thermorétractable	109
8.2. Analyse du film étirable	111
9. CONCLUSION	113
Référence bibliographique	
CONCLUSION GENERALE	
Conclusions	121
ANNEXES	

LISTE DES FIGURES

CHAP I		
1	Schéma de principe d'une installation d'extrusion-soufflage	2
2	Schématisation de la zone de cristallisation (ligne de figeage)	5
3	Schématisation de la géométrie de la bulle à l'approche de la ligne de gel	6
4	Représentation schématique d'une bulle tri-couche A/B/A	7
5	Structure chimique du PE	7
6	Évolution de la viscosité des alliages LLDPE/LDPE selon la température	8
7	Évolution de la force d'adhérence (cling) de films LLDPE à 6 % de PIB selon le procédé et le vieillissement	9
8	Banderoleuse de palettes à pré-étirage électrique	12
9	Diagramme de Pareto isolant les propriétés macroscopiques prioritaires	17
10	Schéma du besoin d'étirabilité sur machine (a) film maintenu (b) pré-étirage transversal	17
11	Représentation des modèles analogiques des propriétés élastiques viscoélastiques et visqueuses	25
12	Comportement en traction uniaxiale des trois catégories de polymères	27
13	Évolution du module en fonction de la température et des transitions de phase	27
14	Représentation schématique d'une rupture ductile	29
15	Representation schématique d'une craquelure	30
16	Représentation schématique de la déformation (a) d'un polymère linéaire et (b) d'un polymère présentant des enchevêtrements nœuds de réticulation	30
17	Représentation schématique du développement de la morphologie cristalline pour le LDPE, LLDPE et HDPE	32
18	Représentation schématique du voile et de la transparence	34

LISTE DES FIGURES

	CHAP II	
1	Éthylène vinyle acétate (EVA)	52
2	Polyéthylène basse densité radicalaire (LDPE)	53
3	Polyéthylène basse densité linéaire (LLDPE)	55
4	Les silos d'emmagasinassion de la matière première	58
5	Trémies et système de dosage	59
6	Les zones de la vis	60
7	Parties de l'extrudeuse (vis + fourreau)	61
8	La bulle de gonflage	62
9	Les auvents pincés	62
10	Caméra contrôleur	62
11	Traitement corona de la surface du film	63
12	Enroulement du film	63
13	Bobinage du film	63
14	Système de contrôle de l'impression	64
15	Caméra de contrôle de l'impression	64
16	Un exemple de courbe contrainte-déformation	68
17	Éprouvette de traction (Haltère)	69
18	Courbe conventionnelle de traction (efforts-allongements)	70
19	Machine d'essais universelle	71
20	Famille de plans cristallins en condition de Bragg	72
21	Principe de DSC	73
22	Principe de mesure et de fonctionnement du MEB	75
23	Microscope électronique à balayage « JEOL JSM-IT100 (SONATRACH)	75

LISTE DES FIGURES

	CHAPIII	
1	Représentation schématique de la forme de la bulle avant la ligne de figeage	85
2	Spectres FTIR du film thermorétractable	86
3	Spectres FTIR du film étirable	87
4	Acétate d'éthylène-vinyle EVA	88
5	Test de rétraction du film thermorétractable	90
6	Eprouvettes du films thermorétractable après rétraction	91
7	Courbes contrainte-déformation longitudinale du film thermorétractable	93
8	Courbes contrainte-déformation transversale du film thermorétractable	94
9	Courbes contrainte-déformation longitudinale du film étirable	95
10	Courbes contrainte-déformation transversale du film étirable	96
11	Courbes de friction du film thermorétractable	98
12	Courbes de friction du film étirable	99
13	thermo gram me ATG-DTG du film étirable	100
14	Thermo gramme DSC du film étirable.	102
15	analyse supplémentaire thermogramme DSC du film étirable.	106
16	thermo gramme DSC du film thermorétractable	104
17	analyse supplémentaire Thermogramme DSC du film thermorétractable	107
18	Image MEB de la morphologie de surface du film thermorétractable a plusieurs grandissement (800 x, 1500 x, 3000 x, 7000 x, 13000 x, 50000 x)	108
19	Image MEB de la morphologie de surface du film Étirable a plusieurs grandissement (1200 x, 3000 x, 24000 x)	109
20	Spectre DRX du film thermorétractable	112
21	Spectre DRX du film étirable	115

LISTE DES TABLEAUX

CHAP I		
1	Film étirable pour palettes	
2	Liste des propriétés macroscopiques des films étirables à étudier	
CHAP II		
1	Exigences techniques d'un film tri-couche thermorétractable	47
2	Exigences techniques et physiques d'un film tri-couche étirable	48
3	Propriétés physiques, thermiques et mécaniques du « MARPOL EVA 1802»	49
4	Différentes propriétés de LDPE sous le grade « DOW LDPE 310E »	49
5	Propriétés physico-mécaniques Thermique EFDC-7087	50
6	Différents échantillons élaborés	53
7	Fréquences infrarouges des composés chimiques et exemples de polymères les contenant	59
8	Types des polymères en fonction des propriétés de résistance à la traction	61
CHAP III		
1	Calcul des taux de gonflage des deux matériaux FT et FE	82
2	Calcul des taux de tirage des deux matériaux FT et FE	83
3	Calcul des taux de variation dimensionnelle du film thermorétractable	91
4	Tableau récapitulatif des tests de traction longitudinale du film thermorétractable	93
5	Tableau récapitulatif des tests de traction transversale du film thermorétractable	94
6	Tableau récapitulatif des tests de traction longitudinale du film étirable	95
7	Tableau récapitulatif des tests de traction transversale du film étirable	97

LISTE DES TABLEAUX

8	Tableau récapitulatif des tests de friction du film thermorétractable	98
9	Tableau récapitulatif des tests de friction du film étirable	99
10	Valeurs des distances inter-réticulaire	113

INTRODUCTION GENERAL

INTRODUCTION GENERALE

Le rôle essentiel du conditionnement consiste à préserver la marchandise. C'est par cette mission que la collectivité profite au mieux de ses atouts, car il limite les pertes tout en autorisant des gains de productivité dans la fabrication et le transit des produits. Le packaging s'est transformé pour s'ajuster aux nécessités mouvantes de la filière ; ainsi, à notre ère, il devient un support d'information majeur, transmettant des détails techniques, des modes d'emploi ou des arguments publicitaires. Les solutions souples répondent idéalement aux problématiques commerciales actuelles et représentent le segment dont la progression est la plus fulgurante. L'innovation des films multicouches porte cette dynamique en autorisant l'assemblage de strates techniques dotées de capacités de scellage, d'imperméabilité ou de robustesse, afin de satisfaire les besoins industriels au meilleur prix possible.

S'y adjoint la diversité des méthodes industrielles exploitables pour concevoir ces édifices polymères. Les orientations à venir favoriseront une expertise accrue, ce qui renforce l'exigence d'une maîtrise théorique et pratique de l'ingénierie des contenants flexibles. Ce secteur a progressé plus intensément que les formats rigides durant les dernières époques. Le moteur principal fut la rentabilité. Un format souple consomme globalement moins de matière, à masse égale, que les structures classiques, engendrant une réduction du gaspillage matériel et des dépenses logistiques. Si les contenants rigides possédaient jadis la suprématie concernant l'étanchéité après ouverture (bouchons) ou la résistance thermique (autoclave), les versions flexibles ont rattrapé ce retard grâce à des ruptures technologiques majeures.

Le présent travail s'attarde précisément sur les films rétractables et étirables dédiées au suremballage et à la palettisation. L'objectif est d'analyser les caractéristiques de ces deux films en polyéthylène basse densité, puis d'établir une corrélation entre ces dispositifs selon leurs paramètres mécaniques, calorimétriques et financiers. Le document s'articule autour de quatre sections :

CHAPITRE I : EMBALLAGE SOUPLE, qui récapitule les fondements théoriques sur les films plastiques et cible particulièrement nos deux objets d'étude. Nous y détaillons le film thermo rétractable et ses variables descriptives essentielles, ainsi que le film étirable, auquel une sous-section entière est dédiée pour définir sa nature et ses spécificités propres. **CHAPITRE II :** MATERIEL ET METHODES, visant à introduire les résines employées, la confection des éprouvettes par extrusion-gonflage pour des films tri-couches, en explicitant chaque phase du procédé de transformation. Ce volet expose également les instruments de

mesure ayant servi à la caractérisation des matériaux élaborés.

CHAPITRE III : RÉSULTATS ET INTERPRÉTATIONS, dévolu à l'exposition des données recueillies lors des tests et à leur analyse approfondie pour résoudre les questions soulevées. Les concepts théoriques abordés initialement seront ici mobilisés pour étayer et valoriser la pertinence des discussion

PARTIE 1 :

synthèse bibliographie

CHAPITRE I :

EMBALLAGE FLEXIBLE

1. INTRODUCTION

Le conditionnement (packaging ou emballage) définit l'ensemble des composants vendus avec un produit pour en permettre l'exposition, la protection ou la logistique. En 2026, la répartition mondiale de la consommation d'emballages s'est ajustée autour de cinq catégories clés : le papier-carton (32,1 %), les polymères (souples 26,2 % et rigides 21,4 %), les métaux (11,8 %), le verre (6,2 %) et d'autres matériaux comme le bois (2,3 %). [1] Ces proportions s'expliquent par les atouts intrinsèques des plastiques : facilité de mise en œuvre, résistance aux impacts et légèreté. Les structures pelliculaires sont particulièrement prisées car elles remplissent le cahier des charges avec une masse minimale et une consommation de ressources très réduite. Il existe une vaste gamme de polymères naturels et synthétiques aptes à être transformés en films protecteurs. Les exemples les plus notables incluent les dérivés cellulosiques, les polyoléfines, les polyesters, les vinyles et les polyamides. Ces matériaux peuvent être étirés en feuilles extrêmement minces (0,0076 cm ou moins), constituant ainsi la famille technique des films. [2]

Les films en polyéthylène sont des solutions dominantes dans le secteur du packaging flexible. Elles sont massivement utilisées pour conditionner une grande variété de produits grâce à un équilibre optimal entre propriétés physiques et mécaniques, répondant ainsi aux exigences rigoureuses de l'industrie. [3] Toutefois, seule une sélection de ces polymères peut être manufacturée de sorte que, sous l'action de la chaleur, ils se rétractent de manière contrôlée ou, par étirement manuel ou mécanique, génèrent une tension résiduelle épousant parfaitement les contours de la marchandise.

Ce chapitre a pour objet d'analyser les méthodes de production de ces films et de comparer les caractéristiques des types fondamentaux (thermorétractables et étirables). Enfin, nous corrélerons ces performances techniques aux applications finales observées dans le paysage industriel contemporain.

2. PROCÉDÉS DE FABRICATION, L'EXTRUSION DE FILMS

Les matériaux polymères sont susceptibles d'être façonnés via diverses méthodes industrielles, chacune étant ajustée selon les propriétés des résines et les spécificités visées pour les objets finaux. Les systèmes de transformation des thermoplastiques comprennent, entre autres : l'injection, l'extrusion, le calandrage ainsi que le thermoformage. L'extrusion s'impose comme l'un des dispositifs les plus répandus pour le traitement des résines thermoplastiques (cf. Annexe A), se distinguant principalement par son caractère de production continue. [4] La fabrication des films polymères de faible épaisseur s'appuie généralement sur deux techniques

majeures : le procédé par gonflage (extrusion-gonflage) ou la méthode d'extrusion par filière plate (appelée cast).

2.1. L'EXTRUSION-GONFLAGE

2.1.1. PRÉSENTATION DU SYSTÈME

La production de films par gonflage repose sur l'expulsion du flux fondu via une filière circulaire, suivie d'une expansion et d'un étirage concomitants de la gaine polymère. Ce processus se poursuit jusqu'à l'atteinte des cotes visées, à savoir le diamètre de la bulle et l'épaisseur du film.

Une unité d'extrusion-gonflage (Figure 1) comprend une extrudeuse, une tête annulaire, un dispositif de refroidissement, une injection d'air, des guides de maintien, des volets d'aplatissement ainsi qu'une station de tirage et de bobinage.

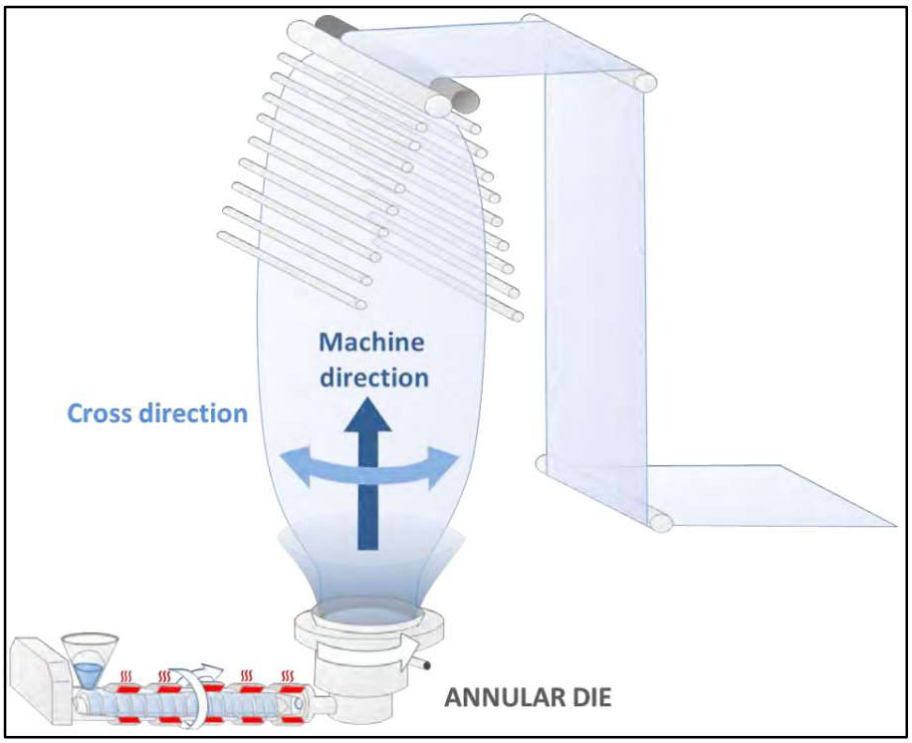


Figure 1. Schéma de principe d'une installation d'extrusion-soufflage [5]

L'extrudeuse se compose d'un cylindre chauffant, régulé par diverses zones thermiques, et d'une vis sans fin. Ce binôme assure la plastification, le cisaillement du polymère et son transport vers la tête de filière. La vis se définit par son ratio L/D et son taux de compression. Sa géométrie idéale (âme cylindrique ou conique, pas constant ou variable, etc.) est dictée par la résine traitée et la filière employée. Les filières circulaires se caractérisent par leur diamètre nominal et l'entrefer (gap), représentant l'espace de passage du flux fondu. Ce bloc est stabilisé

en température par des colliers chauffants. La gaine émergeant de la tête est étirée par un groupe de tirage à vitesse ajustable, permettant de calibrer l'épaisseur du film. De l'air est insufflé via un orifice central. Cette pression induit le gonflement de la bulle. Une poussée stable et continue garantit l'homogénéité du film. La gaine est ensuite aplatie, ses bords sont sectionnés et elle est habituellement scindée pour être bobinée sur deux enrouleurs indépendants. Le refroidissement de la paroi s'effectue par des systèmes internes ou externes. Le refroidissement extérieur utilise souvent un anneau d'air.

Au-delà de la solidification du flux, cet anneau stabilise la bulle et affine la maîtrise dimensionnelle. Il est crucial d'avoir un débit d'air élevé sous faible pression pour refroidir sans déformer la gaine malléable. Un refroidissement performant évite le phénomène de « blocking », soit l'adhérence des faces internes lors du pincement.

Les films issus de l'extrusion-gonflage sont systématiquement bi-orientés. En règle générale, ils affichent une orientation prédominante dans le sens machine (direction de l'écoulement). [5]

2.1.2. IMPACT DES VARIABLES DE FABRICATION

Divers réglages modulables sur les chaînes de production de films soufflés influencent de manière déterminante les performances des produits finis, en particulier leurs caractéristiques mécaniques et optiques. [6] Les paramètres fondamentaux à considérer sont : le taux de gonflage, le taux de tirage, le débit massique, la hauteur de la ligne de gel (cristallisation) et la température du flux fondu.

Le taux de gonflage (TG) correspond au ratio entre le diamètre de la bulle et celui de la filière (éq. (1)).

$$TG = \frac{D}{D_0} \quad \text{..... (1)}$$

Il quantifie l'étirage transversal appliqué au film. En milieu industriel, les films sont souvent définis par la largeur de la gaine à plat (L) plutôt que par le diamètre ; le TG s'exprime alors par l'équation (2).

$$TG = \frac{2L}{\pi D_0} \quad \text{..... (2)}$$

L'élévation du taux de gonflage accroît l'orientation macromoléculaire transversale au détriment de la direction longitudinale. L'extrusion-soufflage permet ainsi d'obtenir un équilibre optimal des propriétés sens long/sens travers (SL/ST), offrant une anisotropie plus faible que l'extrusion à plat.

Le taux de tirage (TT) est défini par le rapport entre la vitesse de défilement du film et la vitesse de sortie du polymère à la filière (éq. (3)).

$$TT = \frac{V}{V_0} \text{ …….. (3)}$$

Il représente l'extension longitudinale imposée au matériau durant l'extrusion. Des modèles relient la géométrie de la filière, les paramètres process (TG et le TT) et l'épaisseur finale (e) du film, notamment via l'équation (4).

$$\frac{V}{V_0} = k.\frac{e_0}{e}.\frac{D}{D_0} \text{ …….. (4)}$$

Ainsi,

$$TT = k.\frac{e_0}{e}.\frac{1}{TG} \text{ …….. (5)}$$

Ici, k est le ratio entre la masse volumique à l'état fondu (T_{ext}) et celle à l'état solide (23 °C), soit environ 0,82 pour le polyéthylène. e_0 Désigne l'entrefer de la tête de filière. Plus l'entrefer est ouvert, plus l'étirage longitudinal requis est intense pour atteindre une épaisseur cible à TG constant. Le TG est généralement contraint par la configuration matérielle et la stabilité de la bulle. Un entrefer large autorise un débit supérieur (la vitesse de tirage étant rarement limitante), mais cela peut nuire à l'équilibre des propriétés mécaniques.

Selon l'usage prévu, le degré d'orientation moléculaire est crucial. Lors du soufflage, cette orientation résulte des sollicitations imposées au fondu. On distingue trois sources de contraintes aux effets distincts : [7]

- **La contrainte de cisaillement** générée par l'écoulement dans la filière, orientant les chaînes longitudinalement.
- **La contrainte d'étirage** provoquée par la rotation des rouleaux pinceurs, accentuant également l'orientation dans le sens machine.
- **La contrainte circonférentielle** issue de la pression de gonflage. Contrairement aux précédentes, elle oriente les chaînes dans le sens transverse.

Ordinairement, l'orientation induite par la filière reste marginale face à celle générée par le groupe de tirage.

Bien que le TT et le TG soient déterminants dans l'établissement de l'orientation moléculaire, il est impératif d'intégrer la hauteur de la ligne de figeage (FLH pour *Frost Line Height*), illustrée en Figure 2, ainsi que la géométrie de la bulle à ce niveau précis (Figure 3). Cette ligne marque la transition de la gaine de l'état visqueux à l'état solide, correspondant à la réduction drastique de la mobilité des chaînes polymères. En conséquence, c'est la configuration

de la bulle immédiatement avant ce figeage qui fixe le degré d'orientation définitif des macromolécules.

La position de la ligne de figeage est tributaire du refroidissement de la paroi. Elle fluctue donc selon le débit de l'extrudeuse, la vitesse d'appel du film ou la puissance du flux d'air émis par l'anneau de refroidissement. Elle est également liée aux caractéristiques thermiques et à la rhéologie du matériau [8]. Habituellement, pour un tirage et un flux d'air constants, l'élévation du taux de gonflage accroît naturellement le diamètre de la bulle, offrant ainsi une surface d'échange thermique plus vaste. Parallèlement, la paroi s'affine plus vite, ce qui conduit la matière à se solidifier à une hauteur plus basse.

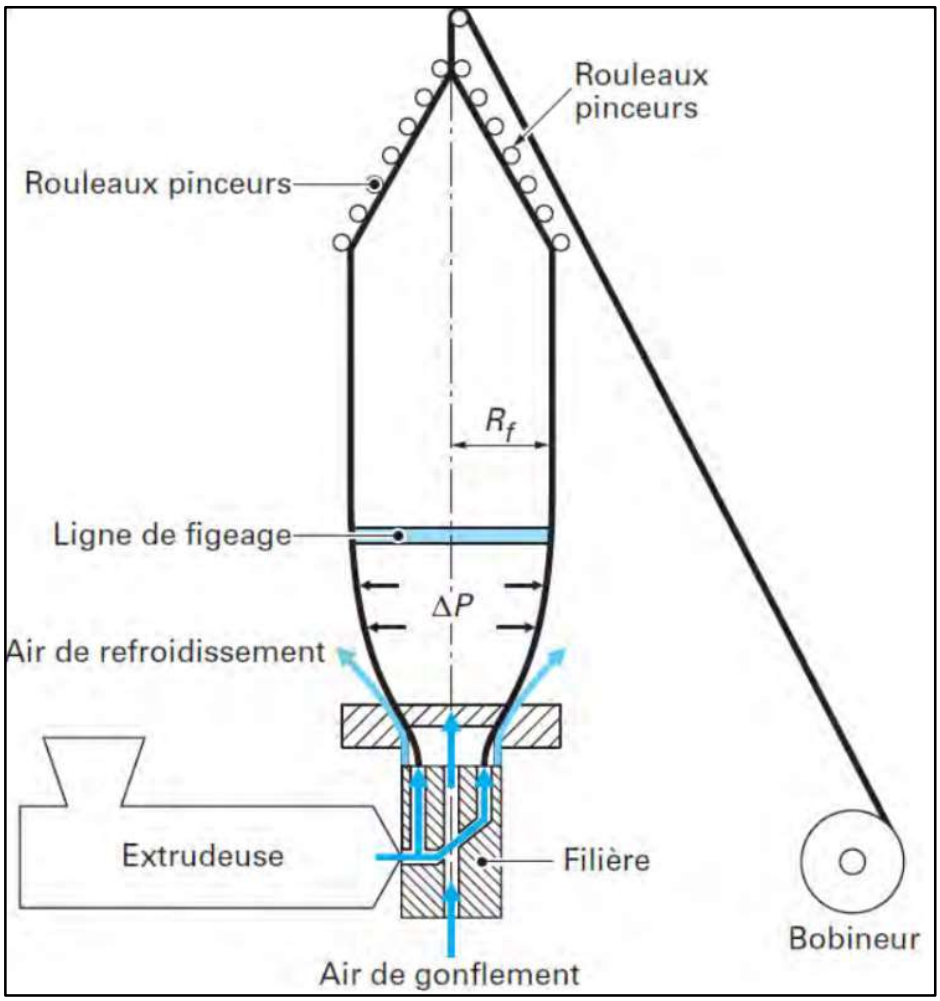


Figure 2. Schématisation de la zone de cristallisation (ligne de figeage) [8]

À l'inverse, une augmentation du taux de tirage tend à élever la ligne de figeage. La bulle s'expanse alors moins brusquement, favorisant la déformation élongationnelle ; le film atteint donc son point de solidification à une altitude plus importante. De la même manière, le volume ou la température de l'air de soufflage modulent cette zone. En définitive, la nature plus

ou moins viscoélastique des résines guide le réglage de la ligne de production. L'objectif final est de stabiliser la bulle au maximum tout en maximisant la productivité du procédé.

La configuration de la bulle immédiatement avant sa solidification détermine la cinématique de l'étirage et, par extension, l'orientation moléculaire qui sera figée. Ce phénomène est analogue au processus de bi-étirage synchrone ou séquentiel. Puisque les chaînes polymères possèdent une capacité de relaxation des contraintes, l'orientation générée au passage de la filière peut se dissiper avant d'atteindre la zone de cristallisation.

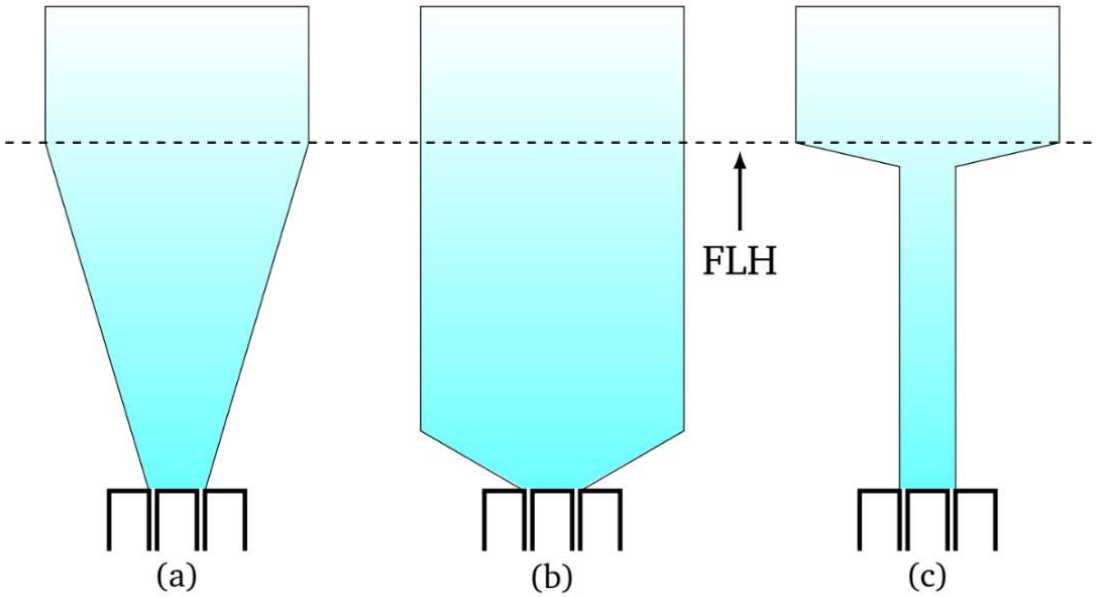


Figure 3. Schématisation de la géométrie de la bulle à l'approche de la ligne de gel [7]

Il est donc primordial d'analyser l'allure de la bulle ainsi que le ratio entre tirage et gonflage juste avant le figeage (au niveau de la FLH). Comme l'illustre la Figure 3, la géométrie favorise sélectivement l'orientation longitudinale ou transversale. Dans le cas (a), la bulle subit un étirage simultané en SL et ST ; c'est la configuration offrant l'équilibre le plus marqué entre ces deux axes. Pour la bulle (b), l'extension dans le sens machine prévaut nettement avant la FLH, induisant une orientation majoritaire en SL. Enfin, pour le profil (c) (*high stalk bubble*), un étirage transversal prédomine juste avant le gel, ce qui privilégie l'alignement des chaînes en ST.

2.1.3. STRUCTURES MULTICOUCHES

La coextrusion autorise la confection de films à strates multiples. Ce procédé permet de fusionner les atouts de diverses couches pour compenser les faiblesses qu'elles présenteraient individuellement. Certaines unités de coextrusion sont capables de produire des films soufflés excédant onze épaisseurs. Toutefois, les films étirables en polyoléfines se composent

classiquement de trois (ou cinq) couches, issues soit de deux extrudeuses (A et B) pour une configuration de type A/B/A (Figure 4), soit de trois dispositifs distincts pour une structure A/B/C. Généralement, la strate centrale assure la résistance mécanique, tandis que les parois externes définissent l'aspect optique et l'état de surface. C'est précisément dans ces enveloppes périphériques que sont incorporés les additifs destinés à migrer vers l'extérieur, à l'image des agents antibuée ou des promoteurs d'adhérence (agents collants). [5]

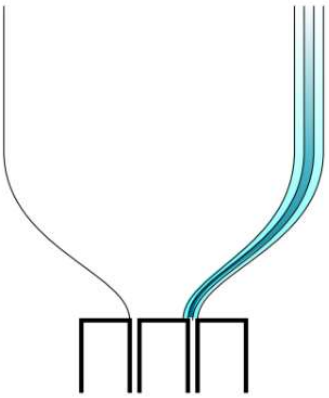


Figure 4. Représentation schématique d'une bulle tri-couche A/B/A [5]

2.2. COMPOSITION ET RÔLE DE LA FORMULATION

2.2.1. RESSOURCES MATÉRIELLES

Les polyoléfines, et singulièrement le polyéthylène, figurent parmi les polymères prédominants dans le secteur de l'emballage, notamment pour la production pelliculaire. Cette famille compte aussi parmi les plus documentées scientifiquement. Les PE reposent sur une unité répétitive élémentaire (-CH_2_ CH_2-) (Figure 5) et offrent une vaste palette de propriétés physiques et mécaniques. Celles-ci découlent d'un contrôle rigoureux de l'architecture moléculaire lors de la polymérisation (densité, masse molaire et sa distribution, ramifications courtes ou longues (SCB et LCB), etc.).

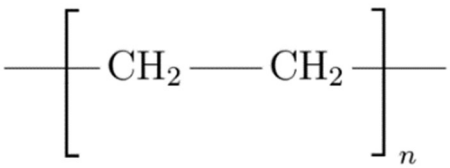


Figure 5. Structure chimique du PE

Leur coût très compétitif favorise leur emploi dans des applications variées, de la plaque rigide au film soufflé, ou encore les films bi-orientées. Les performances des produits finis dépendent conjointement des spécificités de la résine et des paramètres de mise en œuvre. Ces

derniers permettent de moduler la structure, l'orientation des chaînes et le taux de cristallinité, impactant directement la résistance mécanique ou la clarté optique des films.

Selon le procédé de synthèse, diverses variantes de polyéthylène voient le jour. Ils sont classiquement catégorisés par leur densité, leur linéarité (nombre et longueur des branchements) et leur poids moléculaire. Les grades les plus courants en packaging sont le HDPE, le LDPE et le LLDPE. La classe des polyoléfines inclut également les polypropylènes, disponibles en homopolymères ou en copolymères (propylène associé à une autre oléfine, souvent l'éthylène). Enfin, les copolymères EVA, avec des teneurs variables en acétate de vinyle, sont très répandus pour la confection de films techniques. [5]

2.2.2. ÉLABORATION DE LA FORMULATION

La formulation s'apparente à l'art du mélange scientifique. Appliquée aux polymères, elle consiste à incorporer des adjuvants aux résines ou à réaliser des alliages polymère/polymère. L'objectif est de conférer des caractéristiques spécifiques au produit fini ou d'optimiser son aptitude à la transformation industrielle.

Les polymères se présentent usuellement en granulés ou en poudre, tandis que les additifs adoptent des formes liquides ou pulvérulentes. Bien qu'une incorporation directe soit possible quelle que soit la phase, l'usage de mélanges-maîtres est fréquent. Ces derniers sont des granulés renfermant une concentration élevée d'additifs dispersés de façon homogène dans une résine liante. Ils garantissent un dosage pondéral plus rigoureux. Pour les films étirables en polyoléfines, les granulés de polymères et les mélanges-maîtres sont généralement combinés selon des ratios précis via des doseurs avant d'alimenter l'extrudeuse.

On peut segmenter les additifs intégrés aux films étirables en deux groupes distincts : ceux destinés à fluidifier la mise en œuvre du matériau et ceux visant à apporter une fonctionnalité d'usage spécifique au film final.

2.2.3. ADJUVANTS DE MISE EN ŒUVRE

Concernant l'extrusion des polyoléfines, les résines en granulés sont habituellement pré-additivées par le producteur. Divers grades sont proposés avec ou sans agents glissants, lubrifiants ou antioxydants. Toutefois, la majorité des références incluent nativement des stabilisants thermiques pour supporter la transformation.

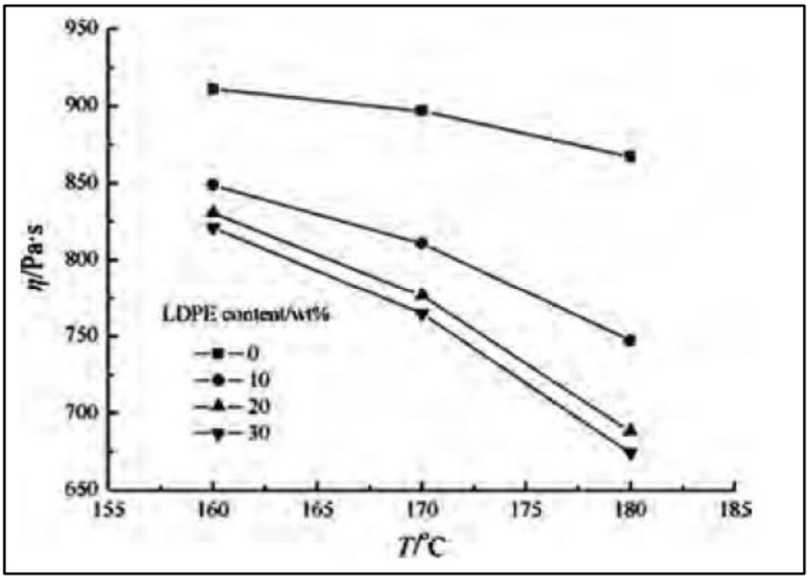


Figure 6. Évolution de la viscosité des alliages LLDPE/LDPE selon la température [9]

Outre l'usage d'additifs, l'association de différents polymères constitue un levier majeur. Cette approche élargit l'éventail des produits sans développer de nouvelles molécules. Le mélange permet notamment d'optimiser la processabilité, comme lors de l'incorporation de faibles pourcentages de LDPE dans le LLDPE. En effet, le LLDPE, caractérisé par des ramifications courtes et une distribution de masse molaire étroite, s'avère plus complexe à extruder que le LDPE. Aux taux de cisaillement industriels (100 à 1000 s^{-1}), la viscosité du grade linéaire fondu est trop élevée, générant un couple moteur excessif. L'ajout de LDPE réduit cette viscosité et accroît la sensibilité du mélange aux variations thermiques ou mécaniques (Figure 6). Les longues ramifications du LDPE favorisent des enchevêtrements moléculaires plus réactifs au cisaillement. Ainsi, la présence de LDPE diminue la viscosité interne de l'extrudeuse, réduisant le couple, tout en améliorant la stabilité de la bulle grâce à une remontée rapide de la viscosité dès la sortie de filière

2.2.4. ADJUVANTS DÉDIÉS AUX PROPRIÉTÉS FONCTIONNELLES

L'adhérence des films polyoléfines peut résulter soit de la nature intrinsèque de la strate externe, comme l'EVA dont le pouvoir collant croît avec la teneur en acétate de vinyle, soit de l'incorporation d'additifs migrants. C'est le cas du PIB (polyisobutylène). L'avantage de cet agent est double : l'adhésivité se développe progressivement après l'extrusion par exsudation du cœur vers la surface, évitant ainsi tout encrassement collant durant la mise en œuvre. Cette cinétique de migration dépend des paramètres de production, du taux d'additif, de sa masse

molaire, du taux de cristallinité et de la température de stockage. McNally et Small [9–11] ont documenté l'impact de ces variables sur l'exsudation du PIB à la surface des PE (Figure 7).

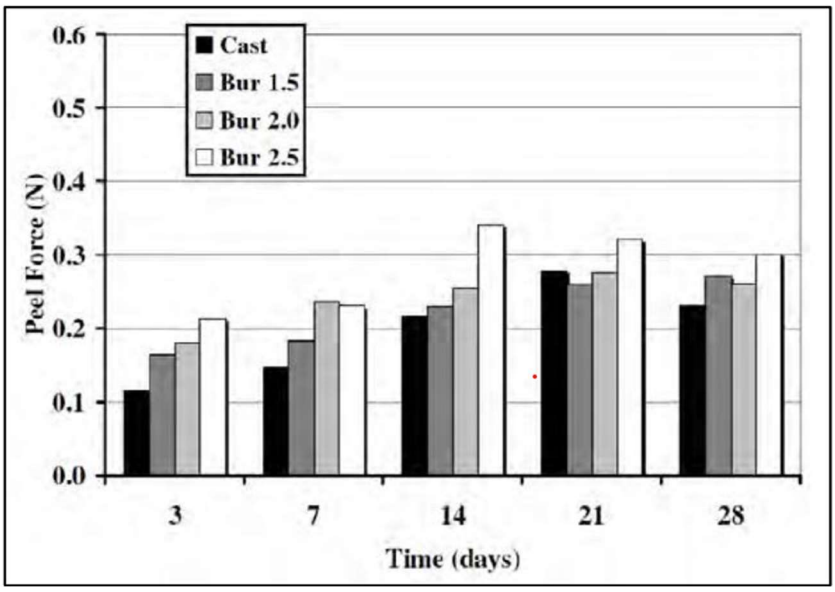


Figure 7. Évolution de la force d'adhérence (cling) de films LLDPE à 6 % de PIB selon le procédé et le vieillissement [10]

Les mélanges de polymères peuvent générer des synergies améliorant certaines performances. Cependant, les propriétés finales reflètent usuellement la moyenne pondérée des grades initiaux, permettant un ajustement précis selon le ratio du mélange.

Il convient de distinguer les mélanges miscibles (polymères compatibles et mutuellement solubles) des mélanges incompatibles aboutissant à des structures composites hétérophasées. La thermodynamique du fondu permet d'anticiper cette miscibilité. L'énergie libre de mélange (ΔG_m) est régie par le second principe de la thermodynamique (éq. 6) :

$$\Delta G_m = \Delta H_m - T\Delta S_m \quad \text{..... (6)}$$

Avec ΔH_m et ΔS_m représentent respectivement l'enthalpie et l'entropie de mélange.

Une énergie libre négative est impérative pour garantir l'homogénéité et la stabilité du système. Or, cette condition est rarement remplie pour les alliages de polyéthylènes [11]. La nature chimique identique des constituants rend l'enthalpie de mélange ΔH_m très faible. Pour qu'elle soit significative, l'affinité entre les deux polymères devrait surpasser l'affinité propre à chaque espèce. De plus, les masses molaires élevées des polyoléfines limitent considérablement la variation d'entropie (éq. 7). L'état immiscible est donc énergétiquement privilégié.

$$\Delta H_m \propto \frac{1}{DP_i} \quad \text{..... (7)}$$

Avec DP_i le degré de polymérisation. La majorité des alliages polymères forment donc des systèmes immiscibles présentant diverses morphologies :

- Nodulaire
- Fibrillaire
- Lamellaire
- Co-continue

La morphologie finale dépend des propriétés des résines, de leurs proportions et du procédé de mise en forme. Chaque structure influence différemment les performances : les formes nodulaires renforcent la résistance à l'impact (phase élastomère dispersée), les fibres améliorent la tenue en traction, et les lamelles optimisent les propriétés barrières en augmentant la tortuosité. Enfin, la structure Co-continue permet de cumuler les atouts de chaque phase.

Un dernier levier de formulation réside dans la répartition des couches. Pour un film de type A/B/A produit par deux extrudeuses, il est possible de moduler le ratio d'épaisseur des strates. Généralement, l'âme centrale (B) assure l'intégrité mécanique tandis que les enveloppes externes (A) accueillent les fonctionnalités spécifiques (antibuée, agents collants) pour maximiser leur efficacité en surface. [5]

2.3. SOLUTIONS DE CONDITIONNEMENT PELLICULAIRES

Le secteur des emballages souples a progressé de façon plus marquée que les formats traditionnels au cours des dernières décennies. La rentabilité constitue le moteur principal de cette évolution. Ces structures consomment globalement moins de matière, à masse égale, que les autres configurations, ce qui réduit le gaspillage de ressources et optimise les frais logistiques. Si les contenants rigides dominaient historiquement grâce à leur capacité de refermabilité (systèmes de bouchage) ou de traitement thermique à haute température, les alternatives flexibles ont rattrapé ce retard par l'intégration d'innovations technologiques majeures.

L'envergure du marché de l'emballage flexible fluctue selon les critères de classification retenus. La *Flexible Packaging Association* et *PCI Films Consulting* proposent la définition suivante : « Le packaging souple, selon PCI, englobe la production, la distribution et la transformation de films polymères, cellulosiques, de feuilles d'aluminium ou de papiers. Ces matériaux sont exploités seuls ou associés pour le conditionnement primaire de produits alimentaires de détail. Cela inclut aussi les applications non alimentaires comme la nutrition animale, le bricolage, le suremballage de produits d'hygiène, les détergents ménagers ou le tabac, ainsi que des segments spécialisés tels que les secteurs médicaux et pharmaceutiques. » [12]

L'approche de PCI cible spécifiquement les emballages à forte valeur ajoutée issus de transformateurs (produits imprimés, complexés, coextrudés ou façonnés en sachets). La valorisation de ces solutions s'évalue au stade du conditionneur. Cette définition écarte toutefois plusieurs catégories : les films rétractables et étirables destinés au suremballage secondaire ou à la palettisation, les sacs de transport, les emballages de comptoir de grande distribution, les bâches d'ensilage, les sacs à déchets, les grands récipients pour vrac (GRV) et les protections industrielles diverses.

2.3.1. FILMS ÉTIRABLES

a. DÉFINITION ET PROPRIÉTÉS

Les films étirables se définissent comme des films élasto-plastiques extensibles qui, par allongement autour d'un objet, créent une tension résiduelle assurant le maintien du produit. Ces solutions de banderolage et de houssage ont progressivement évincé les feuillards, les films rétractables ou les cerclages métalliques pour le regroupement de charges et la palettisation. L'usage de ces films offre des bénéfices concrets : [13]

- Optimisation des coûts de manutention.
- Diminution des besoins en main-d'œuvre.
- Réduction des dépenses logistiques.
- Protection accrue des marchandises.
- Traçabilité facilitée (identification visuelle grâce à la transparence).

Le secteur du film étirable repose sur une approche fortement empirique ; la littérature scientifique y est rare, car les formulations et techniques établies depuis des décennies font preuve d'une grande efficacité et d'une stabilité éprouvée. Toutefois, les pressions réglementaires et les attentes sociétales actuelles imposent une transition vers des matériaux plus éco-responsables, obligeant l'industrie à innover. Historiquement, les premiers films aptes au contact alimentaire, lancés par Dow Chemical vers 1950, étaient en PVDC. À partir des années 1960, le PVC plastifié est devenu la norme, avant que les polyoléfines ne s'imposent massivement dès les années 1980. [5]

Le film étirable sert avant tout à solidariser les unités de chargement pour le transport. Cette pellicule mince est étirée manuellement ou mécaniquement, puis enroulée pour maintenir l'intégrité de l'ensemble. Par auto-adhérence, le film se fixe sur lui-même et sur le support,

stabilisant la cargaison. Dans sa configuration industrielle classique, il est appliqué sur des palettes via une banderoleuse automatisée équipée d'un système de pré-étirage électrique (Figure 8). Lors de ce cycle, des rouleaux tournant à des vitesses différentielles étirent le film entre 100 % et 300 % avant qu'il ne recouvre la palette positionnée sur un plateau rotatif. [14]



Figure 8. Banderoleuse de palettes à pré-étirage électrique

b. FORMULATION ET ARCHITECTURE DES FILMS

Le film étirable pour application automatisée est usuellement conditionné en bobines de 51 ou 76 cm (20 à 30 pouces) de largeur. Les formats destinés au banderolage manuel sont plus compacts. Ces films auto-adhérentes sont produites via des procédés d'extrusion à plat (*cast*) ou par soufflage (*blown*). La majorité de ces films adoptent des structures coextrudées comptant entre trois et sept strates. Actuellement, les unités de type *cast* sont majoritairement configurées pour cinq couches, tandis que les lignes de film soufflé en comportent classiquement trois.

Le polyéthylène linéaire basse densité (LLDPE) constitue la matrice principale de ces produits. Pour des besoins spécifiques, des coextrusions intégrant des fractions mineures de PP, EVA, POP, m-LLDPE, EPE ou ULDPE sont employées (Tableau 1). Dans la plupart des architectures, une résine possédant une pégosité naturelle est utilisée sur l'une ou les deux faces externes. [14]

Tableau 1. Composition type des films étirables pour palettes [14]

Film Type	Structure	Layers (%)	Gauge (µm)
Stretch cling film	EVA/ULDPE/LLDPE	10 / 80 / 10	15–30
Stretch cling film	ULDPE/LLDPE/ULDPE	10 / 80 / 10	15–30
Stretch cling film	ULDPE/LLDPE/m-LLDPE/LLDPE/ULDPE	10 / 25 / 30 / 25 / 10	15–30
One-side cling film	m-LLDPE/LLDPE/LMDPE	10 / 80 / 10	15–30
One-side cling film	EMA/LLDPE/PP	10 / 80 / 10	15–30
One-side cling film	POP/LLDPE/PP	10 / 80 / 10	15–30
One-side cling film	ULDPE/LLDPE/LLDPE/e-LLDPE/PP	10 / 20 / 30 / 30 / 10	10–30

Un agent poisseux, tel que le polyisobutylène (PIB), peut être incorporé pour moduler la force d'adhérence. Le film étirable sert à solidariser des palettes, qu'elles soient complètes ou partielles, chargées de sacs (résines, engrais), de biens de consommation ou de denrées alimentaires durant la chaîne logistique. Ces films sont généralement retirés par le distributeur final. Un film performant doit impérativement présenter :

- Une excellente adhésivité (*cling*).
- Une haute extensibilité ;
- Une rétention de charge efficace.
- Une forte résistance à la perforation.

À la différence du film rétractable, qui nécessite une exposition thermique pour libérer des contraintes gelées lors de sa fabrication, le film étirable est orienté par l'utilisateur à température ambiante. Cet étirage à froid accroît la résistance mécanique. Si l'extension reste dans le domaine élastique du polymère, les macromolécules tendent à recouvrer leur état initial une fois la tension relâchée, assurant ainsi le serrage de la charge. [15]

Historiquement conçus à base de LDPE, EVA et PVC, ces films intègrent désormais le m-LLDPE pour ses propriétés mécaniques supérieures (traction, impact, déchirement). Alors que l'EVA possède un collant intrinsèque (qui augmente avec le taux d'acétate de vinyle), le polyéthylène requiert des additifs comme le PIB. Cependant, un taux de VA trop élevé (au-delà de 18 %) provoque des problèmes de blocage en soufflage ou d'adhérence excessive sur les

rouleaux refroidisseurs en extrusion *cast*, perturbant la tension de ligne et l'homogénéité du refroidissement. [15] Le LLDPE métallocène permet, quant à lui, d'alléger les structures (réduction d'épaisseur) tout en maintenant une robustesse élevée. [13]

L'industrie est passée de structures monocouches à des dispositifs multicouches complexes (3 à 9 couches et plus). Les alliages et la coextrusion permettent de personnaliser les performances : il est possible de concevoir des films "face collante / face glissante" ou bicolores. [13] Une structure classique à trois couches suit souvent un ratio 1:3:1, où le cœur élastique (EVA ou oléfine thermoplastique) est encapsulé par des parois en polyoléfine type m-LLDPE dopées en agents glissants et antibloquants. [16]

Bien que le procédé *cast* représentait environ 70 % du marché en 2001 en raison de la clarté optique du film [13], le choix entre soufflage et extrusion à plat dépend des propriétés visées : résistance à la déchirure, perforation, maintien de charge, brillance ou encore pourcentage d'allongement à la rupture. [13]

Études expérimentales sur les performances

Shelley [16] a analysé des films soufflés tri-couches pour houssage étirable (*stretch hood*). Le cœur était constitué de mélanges d'oléfine thermoplastique (TPO) à base de PP avec de l'EVA ou du LDPE. Leurs travaux, utilisant des tests de contrainte résiduelle (ASTM D5748), simulent les efforts réels sur palette : application d'une extension de 100 %, réduction à 75 % et mesure de la relaxation après 180 s. L'augmentation de la teneur en TPO et la substitution du LDPE par l'EVA améliorent significativement la récupération élastique, la résistance au déchirement Elmendorf et la résistance à l'impact. Ces gains seraient liés à la proportion de phase amorphe dans la couche centrale.

Small [17] s'est penché sur la migration du PIB. Cet additif exsude vers la surface post-extrusion pour générer l'adhérence. Cette cinétique dépend de la compatibilité additif/polymère, de la morphologie cristalline, des variables de température et du vieillissement. Sur des mélanges LLDPE/LDPE (70/30), l'adhérence augmente avec le taux de PIB et se stabilise après environ 20 jours de stockage.

Contrairement aux attentes, Small a observé que le film *cast* n'était pas forcément plus collant que le film soufflé, malgré une proportion plus élevée de zones amorphes (théoriquement favorables au passage des molécules de PIB). La cocristallisation entre LLDPE et LDPE dans le procédé *cast* pourrait expliquer ce phénomène. D'autres facteurs comme la température d'extrusion plus élevée en *cast* (favorisant la perte d'additif) ou la rugosité de surface entrent également en jeu.

Dans une étude complémentaire, Small [15] a comparé des structures coextrudées (EVA/m LLDPE/EVA) à des monocouches mLLDPE. Si le module diminue avec l'augmentation du taux de VA ou de PIB, ces structures multicouches offrent un collant supérieur et un développement de l'adhésivité plus rapide, tout en optimisant les coûts par une localisation sélective des additifs en surface.

Enfin, une troisième étude de Small [18] démontre que l'architecture du LLDPE (densité, indice de fluidité) influence l'orientation cristalline. Une baisse de l'indice de fluidité réduit l'orientation, ce qui diminue le module et la résistance au déchirement. L'adhérence résulte d'un équilibre entre cristallinité (une baisse favorise la migration du PIB) et orientation (une hausse nuit au collant).

Innovations : La technologie des microcouches

Le secteur évolue vers la microstratification. AEP a notamment lancé un film à 27 couches (cœur central entouré de deux sections de 11 microcouches chacune). Cette technologie crée un "effet contreplaqué" : la multiplication des interfaces renforce la structure. Pour un film 100 % LLDPE, la résistance passe de 41,4 MPa à 62 MPa par rapport à un film conventionnel. Selon Nordson EDI, un film à 48 microcouches permet un gain d'extensibilité de 34 %. En outre, cette encapsulation multiple limite les ruptures de ligne causées par les gels (infondus), améliorant ainsi la productivité globale. [19][20]

c. PHÉNOMÈNES D'ADHÉSION

L'extension et l'orientation des structures multicouches peuvent réduire drastiquement la cohésion entre les strates. Jusqu'à 90 % de l'adhérence initiale peut se dissiper lors de l'étirement en sens machine (MDO) des films barrières utilisant des résines de liaison classiques greffées à l'anhydride maléique. Plusieurs mécanismes ont été identifiés ou suggérés pour expliquer cet affaiblissement de l'interface, notamment :

- **La génération d'une nouvelle surface interfaciale** durant l'étirage, ce qui dilue le nombre de liaisons chimiques préexistantes par unité d'aire ;
- **L'amincissement global du complexe**, provoquant une chute de la rigidité et de la résistance à la traction ;
- **Le durcissement par déformation** de certaines résines de liaison, limitant leur élasticité et leur aptitude à dissiper les contraintes à l'interface ;
- **L'écrouissage structurel** lié aux liaisons établies entre le liant et la résine barrière pendant l'étirement ;
- **L'accroissement du taux de cristallinité**, rendant le liant et la barrière moins ductiles

- **La reconfiguration de la morphologie cristalline** sous l'effet de l'orientation, modifiant les propriétés mécaniques qui régissent la force de pelage ;
- **Les contraintes internes de gel** fixées lors de l'orientation et du refroidissement rapide (trempe) ;
- **Les tensions différentielles** entre la polyoléfine et la résine barrière lors de l'étirage, concentrant les efforts mécaniques sur l'interface.

Un exemple de cette perte de liaison dans un complexe (LLDPE-liant-EVOH-liant-LLDPE) durant un procédé MDO est illustré à la figure 10.42. Cette analyse, issue des travaux de Lee [21], confirme l'influence de plusieurs de ces facteurs. La plupart de ces phénomènes peuvent être atténués par une formulation spécifique de la résine de liaison. Une collaboration étroite avec le fournisseur de liant est donc primordiale pour la conception de structures orientées performantes.

d. PROPRIÉTÉS DES FILMS ÉTIRABLES

Une analyse fonctionnelle du film étirable, complétée par un classement de type Pareto (Figure 9), a permis d'identifier les caractéristiques indispensables à l'efficacité du produit durant sa phase d'utilisation.

Cette étude a été élaborée à partir de documents commerciaux et de registres de réclamations clients. Le périmètre a été restreint aux films destinés exclusivement aux machines d'emballage automatique. Les axes de recherche initiaux se concentrent sur :

- L'étirabilité
- Le retour élastique
- Le *cling* (adhérence)
- La qualité de découpe
- La régularité du déroulement.

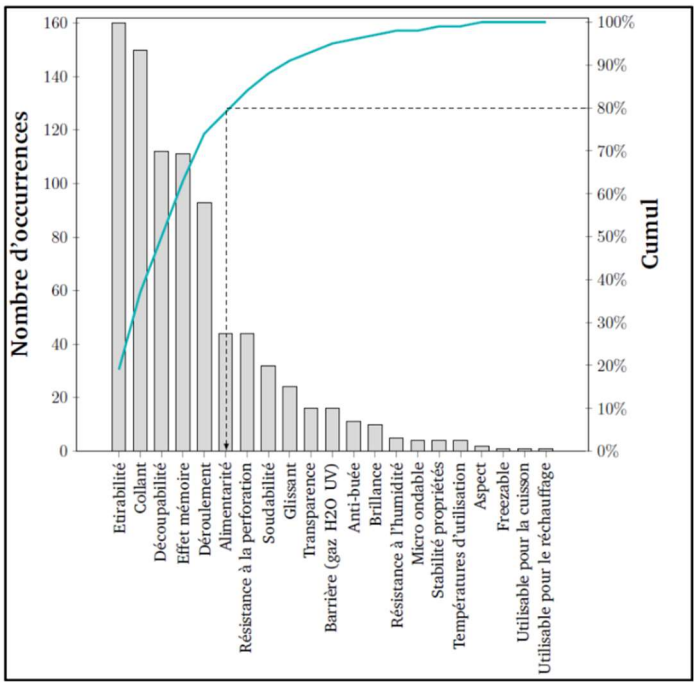


Figure 9. Diagramme de Pareto isolant les propriétés macroscopiques prioritaires [5]

En pratique, pour que le banderolage des barquettes soit opéré par des automates, le film doit posséder une étirabilité suffisante pour prévenir toute rupture (Figure 10) ainsi qu'un retour élastique modéré (désigné comme « effet mémoire » dans le Pareto). Ce retour élastique constitue le défi technique majeur des polyoléfines. S'il est trop brutal ou excessif, le matériau recouvre son état non-étiré avant sa fixation sous le support, rendant l'emballage inefficace.

Il est également impératif que le film se découpe proprement. Une section imparfaite peut générer des surtensions lors du cycle machine, exacerbant le retour élastique ou provoquant une rupture prématurée. De même, un déroulement fluide est requis pour éviter les tensions parasites et les déchirures. Enfin, l'intégrité de l'emballage repose sur un bon *cling* : le film doit impérativement adhérer sur lui-même.



Figure 10. Schéma du besoin d'étirabilité sur machine (a) film maintenu (b) pré-étirage transversal

Par ailleurs, dans le secteur des produits frais, la visibilité de la marchandise est fondamentale. Une excellente transparence est donc exigée, ce qui a conduit à intégrer l'étude du blanchiment sous contrainte à la liste des paramètres. Pour optimiser ces produits finis, il est essentiel de pouvoir caractériser ces propriétés tout en décryptant les phénomènes physico-chimiques qui les régissent.

Tableau 2. Récapitulatif des propriétés macroscopiques à caractériser [5]

Mécanique	Optique	Adhésion
Étirabilité	Blanchiment sous contrainte	Cling
Retour élastique	Déformation permanente	—

2.3.2. FILMS RÉTRACTABLES

a. DÉFINITION ET PROPRIÉTÉS

Les films thermorétractables sont des matériaux synthétisés de manière à se rétracter de façon ordonnée sous l'action de la chaleur. Appartenant à la classe des polymères à mémoire de forme, ils sont couramment employés dans de multiples domaines industriels, tels que l'emballage de dispositifs médicaux pour en garantir l'étanchéité. Diverses solutions à base de polyesters orientés, polystyrène, polyoléfines, PLA biodégradable ou PVC sont aujourd'hui commercialisées. Toutefois, l'intérêt pour les alternatives sans PVC s'est intensifié suite aux récentes évolutions réglementaires restreignant l'usage de ce dernier.

L'effet de mémoire de forme se définit par l'aptitude d'un matériau à transiter d'une configuration initiale vers une forme programmée, puis à recouvrer son état d'origine sous l'influence d'un stimulus. Ces stimuli programmables englobent la chaleur, le rayonnement infrarouge, les champs magnétiques alternatifs ou l'immersion dans l'eau. [22] Cette caractéristique est idéale pour configurer plusieurs états de matière et trouve de nombreuses applications pratiques.

Les polymères thermorétractables sont généralement analysés comme des systèmes à mémoire de forme, car leur changement de géométrie est induit par un apport thermique. Ils sont élaborés en étirant le matériau tout en élevant sa température au-dessus d'un seuil de transition, correspondant souvent à la température de cristallisation ou de fusion du polymère. [22] Le matériau est ensuite refroidi en maintenant cette extension sous la température de transition, ce qui fige les macromolécules dans leur état contraint. [22] Lorsque la température repasse au-dessus de ce seuil, le polymère se rétracte pour retrouver son état initial. [22]

Trznadel et Kryszewski [23] décrivent la rétraction comme un phénomène thermodynamique régi par l'équilibre entre l'énergie interne, liée aux interactions entre chaînes macromoléculaires, et l'entropie, corrélée au degré d'orientation. La stabilité de l'orientation peut être maintenue si une réduction de l'énergie interne compense la perte d'entropie induite par l'alignement moléculaire. [22]

Le retrait provient de la tendance entropique des chaînes orientées à adopter une structure enroulée pour libérer les tensions internes. [22] Diverses méthodologies permettent de quantifier ces propriétés de retrait. Riesen et Schawe [24] ont utilisé l'analyse thermomécanique (TMA) pour caractériser le retrait et l'expansion de fibres de poly(téréphtalate d'éthylène) (PET), permettant de calculer l'expansivité, le coefficient de retrait et le module de Young. Enfin, Surzhikov et al. [25] ont employé un dilatomètre pour évaluer le retrait linéaire des matériaux composites.

b. ORIENTATION DU FILM

L'orientation se définit simplement comme le processus d'étirage du film dans une ou deux directions, à une température maintenue sous son point de fusion. Ce décalage thermique permet de distinguer l'orientation du simple étirage survenant lors du processus de coulée.

Les films issus de filières plates ou circulaires sont tous deux orientables. Pour les filières plates, on utilise généralement un cadre de rame. Cette opération peut être séquentielle : le film est d'abord étiré dans le sens machine entre des rouleaux pinceurs tournant à des vitesses distinctes, puis élargi transversalement par le cadre. Elle peut aussi être simultanée si les pinces de la rame se déplacent à des vitesses différentielles. Dans le cas d'une filière circulaire, l'orientation provient d'une variante du soufflage de gaine. Une zone de trempe est insérée pour refroidir le tube à la température requise, lequel est ensuite soufflé pour l'orientation transversale tout en étant tiré pour l'orientation machine.

Après cette phase, le film, maintenu sous tension, est soit recuit, soit refroidi brutalement. Le recuit provoque une cristallisation qui stabilise dimensionnellement le film jusqu'à la température de traitement ; on parle alors de thermofixage. À l'inverse, un refroidissement rapide génère un film thermorétractable, qui cherchera à regagner son état initial dès que la température ambiante s'élèvera.

L'orientation d'un film optimise plusieurs caractéristiques, notamment la résistance à la traction, le module d'élasticité et la clarté optique. Cependant, elle n'améliore pas l'ensemble des performances. Elle impacte négativement l'allongement à la rupture, l'aptitude au thermoscellage ainsi que la résistance à la propagation des déchirures.

La majeure partie des films rétractables subit une orientation biaxiale équilibrée, offrant des propriétés identiques dans les sens machine et travers. Toutefois, certains cas spécifiques présentent une surorientation dans une seule direction, ce qui induit une hétérogénéité marquée des propriétés physiques entre les deux axes. [2]

c. PROPRIÉTÉS DE RÉTRACTION

Les films orientés qui n'ont pas subi de thermofixage sont thermorétractables grâce à la mémoire élastique du polymère. Lors de leur étirage initial, ils emmagasinent une contrainte comparable à celle située au début de la courbe contrainte-déformation. Soumis à une source de chaleur, ils « se souviennent » de cet état et cherchent à libérer ces tensions en regagnant leur géométrie de départ. Un film à orientation biaxiale se rétractera de façon symétrique s'il est équilibré, ou préférentiellement dans un axe s'il est déséquilibré.

En théorie, un film peut se rétracter d'une valeur identique à son taux d'étirage si elle ne subit aucune contrainte externe ; ses propriétés physiques redeviendraient alors celles d'un film brut de coulée. En pratique, l'objet emballé fait obstacle au retrait total, maintenant une partie de l'orientation initiale. Le film présente alors des caractéristiques intermédiaires entre l'état entièrement orienté et l'état fondu d'origine.

Les films rétractables du marché offrent des taux de retrait maximum allant de 15 à 80 %. Cette amplitude dépend de la nature de la résine, de la formulation et du ratio d'orientation appliqué lors du process.

Le degré de retrait accessible est fonction de la température de chauffage. Théoriquement, on pourrait donc piloter le pourcentage de retrait par la régulation thermique. Toutefois, cela s'avère complexe dans les tunnels à air chaud conventionnels où la précision fait défaut. Même en atteignant 116 °C (240 °F), le contact avec l'emballage froid provoquerait une chute de température immédiate par transfert thermique, modifiant la cinétique de rétraction. Pour compenser ce phénomène, les tunnels opèrent à des températures d'air nettement supérieures à la cible réelle du film.

Par ailleurs, comme l'obtention du retrait total à une température donnée requiert un temps défini, cette surchauffe permet d'accélérer les cadences de production. La force de rétraction (ou tension de rétraction) correspond à la contrainte exercée par le film lorsqu'il est empêché de se contracter à une température spécifique. Cette force fluctue selon le type de polymère, la température et le niveau de retrait déjà accompli. Elle décroît à mesure que le film se rétracte et s'annule lorsque le retrait maximal possible à cette température est atteint.

Les besoins en force de rétraction varient selon l'usage : un fardelage multiproduit exige une tension élevée pour assurer la cohésion de l'ensemble, tandis qu'un objet fragile nécessite une force faible pour éviter toute déformation ou écrasement.

Le contrôle de cette force par la température du tunnel étant délicat, on joue souvent sur l'ajustement du pré-emballage. Un enveloppement lâche réduit la tension finale, tandis qu'un emballage serré maximise la force de rétraction. La variabilité entre les polymères s'explique par la configuration moléculaire acquise lors de l'orientation. À l'état massif, les chaînes sont entremêlées et doivent être alignées lors de l'extrusion. L'effort nécessaire à l'orientation dépend de ce degré d'enchevêtrement et de la mobilité des chaînes. Un polymère extrudé à l'état fondu sans additif demandera un effort d'étirage substantiel et générera une force de rétraction élevée. À l'inverse, l'ajout d'un plastifiant agit comme un lubrifiant inter-chaînes, réduisant l'effort d'étirage et la force de rappel consécutive. [2]

d. FILMS PSEUDO-RÉTRACTABLES

Comme cela a été souligné, la mémoire élastique d'un polymère constitue le facteur déterminant du retrait dans un film orienté. Cette mémoire est présente aussi bien dans un film brut de coulée que dans une structure orientée. Dans le premier cas, la mémoire ne dispose simplement pas de la force motrice issue d'une contrainte appliquée ; elle n'entre donc en jeu que lorsque le film coulé est chauffé à une température très proche de son point de fusion.

L'amplitude de l'étirage imposé à la masse fondue dans le sens machine définira le taux de retrait MD (sens machine) atteignable. De la même manière, le degré de gonflement appliqué à un film lors d'un traitement tubulaire déterminera le retrait TD (sens transversal) disponible.

Puisque l'étirage surpasse généralement le gonflement, on s'attend logiquement à ce que le retrait soit plus marqué dans le sens MD. Ce type de film n'exerce pratiquement aucune force de retrait, car ses modifications dimensionnelles initiales ont été réalisées à une température égale ou supérieure à la fusion, moment où une contrainte minimale suffisait pour démêler les chaînes polymères. [2]

e. CARACTÉRISATION DU RÉTRÉCISSEMENT

Le retrait thermique linéaire d'un film non contraint est intrinsèquement lié à son orientation moléculaire. Ajji [26] démontre que ce phénomène corrèle avec la biréfringence, où l'orientation des phases amorphe et cristalline joue un rôle prédominant. La norme **ASTM D2732** [27] définit une procédure de mesure du retrait par immersion dans un bain liquide. Le fluide caloporteur est sélectionné pour ne pas plastifier le polymère ; un mélange eau/glycol ou

de l'huile de silicone est couramment employé. La température du bain est régulée avec précision.

Un échantillon de $100 \times 100\ mm$ est placé sur un support libérant les mouvements latéraux tout en garantissant une immersion totale. Après une durée spécifiée à la température d'essai, le film est prélevé puis plongé dans un bain à température ambiante pour une trempe rapide. On mesure ensuite les variations dimensionnelles dans le sens machine (MD) et transversal (TD).

Le pourcentage de retrait linéaire libre est calculé selon l'équation (8) :

$$\text{Retrait linéaire illimité ; \%} = \left[\frac{L_0 - L_f}{L_0}\right] \times 100 \quad \ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots (8)$$

Où L_0 est la longueur initiale (100 mm) et L_f la longueur après rétraction. Une valeur négative indique un allongement de l'éprouvette.

Certaines études privilégient l'usage de fours à air ou sous vide. Les spécimens y sont suspendus verticalement ou disposés horizontalement sur un lit granulaire (sable, talc) pour minimiser les frottements. Toutefois, le chauffage par convection est plus lent et moins uniforme que l'immersion liquide, et peut induire une courbure parasite des échantillons.

La **force de rétraction** (norme **ASTM D2838**) représente la force par unité de largeur développée par un film contraint tentant de se rétracter. La **tension de rétraction** rapporte cette force à la section transversale initiale. Enfin, la **contrainte de libération d'orientation** correspond à la tension maximale atteinte sur toute la plage de température de retrait lorsque toute contraction est empêchée. [28]

L'ASTM D2838 utilise une éprouvette de (25,4 mm) bridée dans un support dont l'un des bras est relié à une jauge de contrainte. Deux variantes existent :

- **Procédure A :** Le film est maintenu strictement immobile (retrait bloqué). Utile pour quantifier l'orientation totale et la contrainte maximale.
- **Procédure B :** On autorise un retrait partiel prédéterminé avant le blocage. Cette méthode simule mieux les conditions réelles d'emballage où le film se rétracte partiellement avant de brider l'objet.

La tension de retrait est un indicateur précieux des conditions de transformation. Elle permet de prédire la force exercée sur l'article emballé et l'esthétique finale du pack. En pratique, une courbe complète de tension en fonction de la température caractérise un procédé spécifique, tandis qu'un test à une ou deux températures suffit pour le contrôle qualité.

Si l'ASTM D2838 convient aux films à fort retrait (procédés "double-bulle"), elle manque de sensibilité pour les films à faible force de rétraction, comme les mélanges LLDPE/LDPE déformables étudiés par Jin [29]. Dans ces alliages, le LLDPE apporte la structure tandis que le LDPE (via ses ramifications longues) génère le retrait. Jin propose l'utilisation d'un analyseur mécanique dynamique (DMA) en mode rampe de température contrôlée par déformation. La distance entre pinces reste constante, permettant de mesurer précisément la force de rappel.

Contrairement aux films double-bulle qui se contractent dès l'échauffement, les films à faible retrait présentent d'abord une phase d'expansion thermique complexe. Cette dilatation est soustraite comme référence pour isoler la force de rétraction réelle près du point de fusion. Les résultats montrent qu'une teneur accrue en LDPE augmente la force de rétraction tout en abaissant la température du pic de retrait maximal.

f. COMPARAISON DES FILMS RÉTRACTABLES

Malgré la vaste diversité de polymères accessibles aujourd'hui, trois familles fondamentales prédominent dans le secteur des emballages rétractables et pseudo-rétractables. Il s'agit du chlorure de polyvinyle, du polyéthylène et des copolymères de propylène. Au sein de chaque groupe, de multiples variantes coexistent selon les paramètres de mise en œuvre, la concentration en plastifiant ou le taux de comonomère intégré. [2]

2.3.3. LE MODULE DE YOUNG

Il représente la constante d'équilibre établissant le rapport entre la contrainte de traction (ou compression) et l'élongation pour tout matériau élastique.

2.3.4. DÉFIS TECHNIQUES ET FONDEMENTS PHYSIQUES

2.3.4.1. CARACTÉRISTIQUES MÉCANIQUES

La résistance mécanique des polymères découle conjointement de leur architecture, de leur organisation morphologique et de leur taux de cristallinité. On étudie ces performances principalement par l'observation du comportement d'éprouvettes standardisées. Si ces échantillons adoptent souvent une silhouette d'haltère, le format rectangulaire (type 2 [30]) est privilégié pour les films, avec une découpe rigoureuse selon l'axe machine ou l'axe transversal.

a. ÉLASTICITÉ, VISCOSITÉ ET VISCOÉLASTICITÉ

Dans les travaux scientifiques traitant de la mécanique des polymères, une distinction est classiquement opérée entre les structures totalement amorphes et les systèmes semi-cristallins.

Les polymères agissent comme des matériaux hybrides, cumulant des attributs élastiques (composante solide) et des propriétés visqueuses (composante liquide) ; ils manifestent un comportement qualifié de viscoélastique (VE) [31].

La réponse mécanique observée à l'échelle macroscopique traduit des processus physiques de réarrangement structural au niveau des macromolécules. Cette réaction aux contraintes s'avère extrêmement complexe en raison d'une hétérogénéité structurelle et microstructurale s'étendant sur plusieurs échelles. Il est donc impératif d'appréhender les divers micromécanismes de déformation affectant la phase amorphe, les feuillets cristallins ou les sphérolites. Finalement, les propriétés des polymères émergent de l'interaction mécanique entre ces deux phases, lesquelles sont distinctes mais intimement entrelacées à l'échelle microscopique [32].

Par ailleurs, l'allongement des chaînes moléculaires manque d'homogénéité ; il fluctue selon la localisation des domaines amorphes par rapport aux cristaux et suivant l'inclinaison des lamelles vis-à-vis de l'axe de traction. Ce phénomène peut engendrer une anisotropie marquée des caractéristiques mécaniques.

Les mécanismes de déformation propres aux polymères semi-cristallins ainsi qu'aux polymères amorphes à l'état caoutchoutique font l'objet d'une description approfondie dans les Annexes B et C.

b. DÉFORMATION ÉLASTIQUE

Certains polymères possèdent la faculté de recouvrer leur géométrie originelle après avoir été sollicités, une aptitude régie par leur élasticité. Cette propriété peut revêtir une nature enthalpique, comme on l'observe dans les métaux ou les structures cristallines polymères, mais elle peut également être d'origine entropique, ce qui caractérise les élastomères. Pour ces matériaux à haute souplesse, la restauration de la forme s'opère par l'entremise d'une force de rappel, également nommée force de rétraction [33].

L'élasticité définit la capacité d'un matériau à voir sa déformation s'annuler dès que la contrainte appliquée cesse, permettant de retrouver la forme initiale après la phase de décharge. Par définition, une déformation élastique se caractérise par sa réversibilité instantanée [34].

Les films analysés au cours de ces travaux de thèse manifestent une recouvrance de la déformation plus ou moins marquée et rapide. Le phénomène macroscopique de retour immédiat (purement élastique) à l'état initial sera désigné sous le terme de « retour élastique » dans ce manuscrit. Un protocole de caractérisation spécifique a été mis en œuvre afin de quantifier deux indicateurs permettant de classer les films selon leur pourcentage de retour

élastique. Cette section expose les fondements physiques susceptibles d'influencer ce comportement cinétique.

Le concept de retour élastique s'articule autour de deux notions fondamentales. Premièrement, celle de « retour », qui correspond à la capacité globale de recouvrement post-sollicitation. Il est impératif pour l'application visée que le film présente un seuil minimal de recouvrance. Deuxièmement, celle d'« élasticité », qui renvoie ici à l'aspect instantané du phénomène. Dans le cadre de cette étude, il est nécessaire de restreindre au maximum la composante purement élastique de la recouvrance. L'objectif est de privilégier un retour retardé vers la position d'origine du matériau.

En modélisant ce comportement par les analogues mécaniques classiques (ressorts et amortisseurs) utilisés pour établir les lois de comportement (Figure 11), cela revient à cibler la configuration décrite par le schéma central. Le ressort (à gauche) symbolise le retour purement élastique et instantané à minimiser. À l'inverse, l'amortisseur seul représente la déformation permanente, soit une dissipation d'énergie sans retour possible. Le schéma central illustre l'association d'un ressort et d'un amortisseur en parallèle, configuration connue sous le nom d'élément de Kelvin-Voigt. Ce modèle traduit schématiquement un retour à l'équilibre assuré par le ressort, mais dont la vitesse est freinée (non instantanée) par l'action de l'amortisseur.

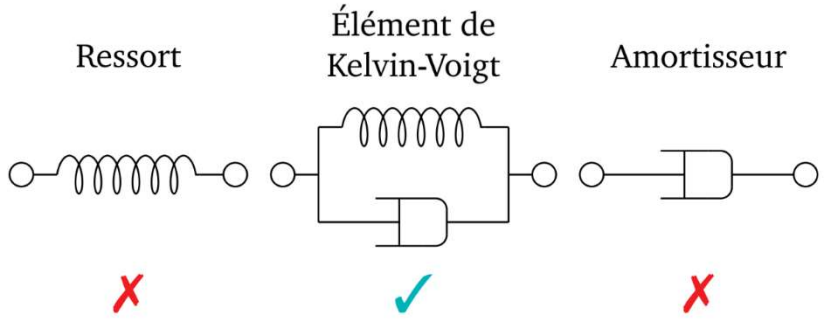


Figure 11. Représentation des modèles analogiques des propriétés élastiques, viscoélastiques et visqueuses

Ces schémas sont ici introduits uniquement pour illustrer visuellement le comportement visé. La démarche de cette étude privilégie une analyse des relations structure-propriétés. Il s'agit donc de recenser les mécanismes physiques régissant le retour élastique des films, ceux-ci dépendant des caractéristiques intrinsèques du matériau ou de la morphologie polymère générée lors de la transformation.

Nous détaillerons les concepts décrivant les réponses de type ressort ainsi que de type Kelvin-Voigt. En pratique, le comportement purement élastique (ressort) doit être minimisé, tandis que la réponse viscoélastique (Kelvin-Voigt) est à privilégier. Parallèlement, le

comportement plastique doit être restreint : un film manifestant une forte déformation permanente affiche généralement un retour élastique réduit, la recouvrance globale étant elle-même limitée. L'enjeu est d'obtenir un matériau présentant un retour différé vers sa position initiale avec un endommagement minimal. Le travail se concentre ainsi sur les processus réversibles (élasticités instantanée et retardée) plutôt que sur les mécanismes irréversibles liés à la plasticité.

La force de rappel, ou force de restauration, agit pour ramener un système vers son état d'équilibre. Toute contrainte mécanique induisant une déformation provoque un déplacement atomique hors des positions stables. Les forces de rappel s'opposent alors au sens de la déformation et tendent à rétablir la configuration initiale du solide dès l'arrêt de la sollicitation.

Dans les systèmes thermoplastiques, ces forces de restauration peuvent être de nature enthalpique ou entropique. Il convient donc d'examiner l'élasticité enthalpique et l'élasticité entropique, deux concepts fondamentaux permettant de lier les grandeurs thermodynamiques aux comportements mécaniques macroscopiques des solides, à travers les contraintes mobilisées lors de la sollicitation de la matière.

c. ÉTIRABILITÉ

L’étirabilité se définit comme l'aptitude d’un matériau à subir une déformation sans atteindre la rupture. Pour les solides fragiles, cette propriété se confond avec l’élasticité. À l'inverse, les matériaux ductiles peuvent, au-delà de leur limite élastique, absorber la contrainte via divers mécanismes tels que l'anélasticité ou la plasticité. Chez les polymères, cette capacité fluctue selon la température et la vitesse de déformation, conformément au principe de superposition temps-température. L’état du polymère, et donc sa réponse mécanique, est intrinsèquement lié à ces paramètres, se manifestant sous trois formes distinctes lors d'un essai de traction (Figure 12).

Selon les conditions thermiques et cinétiques, un thermoplastique peut transiter entre trois classes macroscopiques : fragile, ductile ou caoutchoutique [35]. Ce comportement est thermo-dépendant et évolue selon la proximité avec la température de transition vitreuse(Tg). Toutefois, cette transition n'affectant que la phase amorphe, l'impact est moins radical pour les polymères semi-cristallins.

La résistance d’une macromolécule à l’élongation est régie par plusieurs facteurs :

- Le degré de polymérisation (longueur de la chaîne) ;
- Le degré d'orientation moléculaire ;

- La présence de ramifications.
- La nature des liaisons intermoléculaires.
- La proportion de phase cristalline.

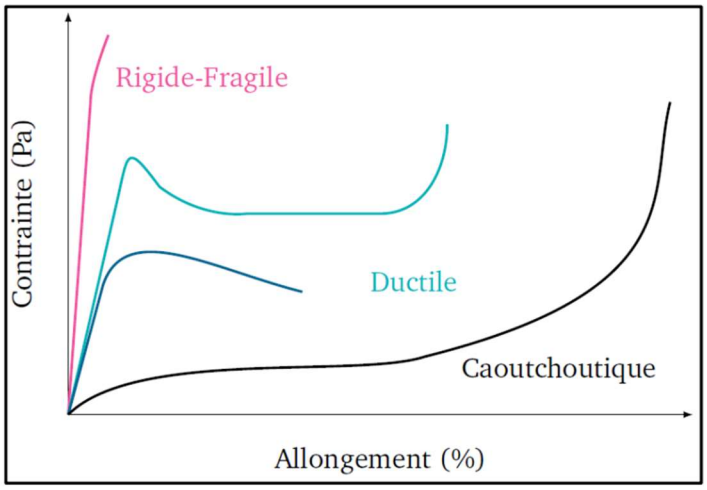


Figure 12. Comportement en traction uniaxiale des trois catégories de polymères [35]

L'analyse du module de Young en fonction de la température permet d'établir un lien entre l'architecture moléculaire, l'environnement et les classes de matériaux citées. La Figure 13 illustre les ruptures de comportement aux points critiques que sont la transition vitreuse et la fusion. Passé la (Tg) le polymère adopte un état caoutchoutique. On observe alors un plateau dont l'étendue est corrélée à la masse molaire et au taux d'enchevêtrement. Les réseaux réticulés, comme les élastomères, présentent un plateau étendu car les liaisons permanentes entre chaînes interdisent l'écoulement visqueux.

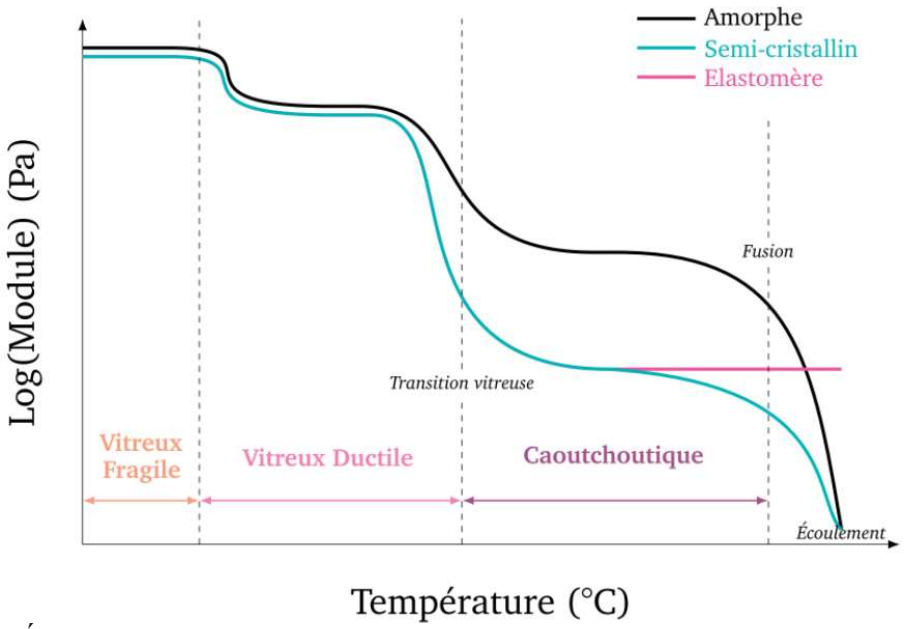


Figure 13. Évolution du module en fonction de la température et des transitions de phase

Aux basses températures (ou aux temps courts), les polymères amorphes et semi-cristallins présentent des comportements de nature identique. Le module de Young est élevé, les mouvements moléculaires sont impossibles, le polymère se trouve à l'état vitreux. Lorsque la température augmente, le module de Young diminue et la mobilité s'accroît, autorisant des réarrangements de chaînes.

Il convient de prendre en compte les temps de relaxation propres à chaque polymère. Ils reflètent le temps nécessaire à une chaîne pour modifier entièrement sa configuration. À l'état caoutchoutique, les mouvements coopératifs deviennent possibles (selon la taille des chaînes), mais restent limités par la présence de nœuds physiques, appelés enchevêtrements. À cette température, les mouvements correspondent à des déplacements intra ou intermoléculaires des chaînes entre elles par rapport à leur position d'équilibre.

d. DÉFORMATION PERMANENTE

L'une des caractéristiques fondamentales des polymères thermoplastiques semi-cristallins réside dans leur capacité à subir une déformation plastique.

Une déformation plastique est par essence irréversible ; les mécanismes qui la régissent provoquent une restructuration profonde de la matière. On emploie le terme de déformation permanente, laquelle découle de mouvements irréversibles de dislocations au cœur de la structure et du glissement des chaînes macromoléculaires les unes sur les autres. La déformation plastique survient après une étape élastique, permettant ainsi d'absorber l'énergie d'un impact tout en accroissant la résistance à la rupture.

Tandis que les déformations élastiques sont instantanément réversibles, les déformations visqueuses sont, elles, réversibles mais marquées par une rupture d'équilibre où la vitesse de sollicitation conditionne la recouvrance. À l'opposé, les déformations plastiques sont qualifiées de permanentes. Elles sont définitives.

Au sein de la phase amorphe vitreuse, la viscoplasticité se manifeste par un comportement ductile, souvent associé à l'apparition de micro-craquelures, de bandes de cisaillement ou de phénomènes de cavitation [36]. Parallèlement, la phase cristalline réagit comme un cristal solide : la déformation s'y opère par glissement et dislocation des blocs cristallins. Les bandes de cisaillement (*shear bands*) peuvent survenir lors d'un essai de traction, bien qu'elles soient surtout observées sous des contraintes de cisaillement ou de compression. En traction, ce sont généralement des craquelures (*crazes*) qui se développent. Dans ce cas, l'hypothèse d'isovolumétrie devient caduque, car ces mécanismes engendrent des vides inter-chaînes provoquant une augmentation du volume global.

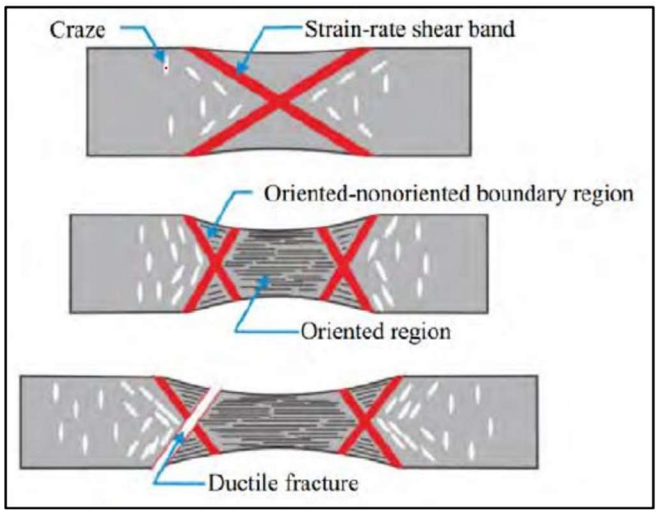


Figure 14. Représentation schématique d'une rupture ductile [37]

Les hétérogénéités de déformation, à l'instar de la striction ou des bandes de cisaillement, ne se manifestent que lors de la sollicitation mécanique d'une phase amorphe à l'état vitreux. Lorsque la température avoisine ou surpasse-la (Tg), la déformation est considérée comme homogène. L'émergence de ces hétérogénéités survient dans les zones présentant une cohésion plus faible ou une concentration de contraintes (défauts locaux) et se diffuse de manière progressive [38].

Toutefois, solliciter un matériau rapidement revient à le solliciter à froid (selon le principe de superposition temps-température) ; ainsi, même au-dessus de la Tg), un polymère peut présenter une striction ou des bandes de cisaillement si la vitesse de déformation est très élevée. Par ailleurs, la contrainte au seuil d'écoulement s'accroît proportionnellement à la vitesse de sollicitation [38].

Contrairement aux bandes de cisaillement ou à la striction, les craquelures signalent un endommagement structurel majeur et peuvent constituer le précurseur d'une rupture fragile. Néanmoins, la genèse et la propagation de ces fissures représentent un mécanisme efficace de dissipation d'énergie. Une craquelure se compose de deux surfaces reliées par des fibrilles intensément étirées, formant un système poreux.

Leur formation est initiée par une déformation plastique locale à l'échelle nanométrique [38] provoquant l'apparition de vides. La déformation plastique des zones situées entre ces cavités permet l'élaboration des fibrilles, garantissant ainsi le maintien de la cohésion macroscopique de la matière (Figure 15).

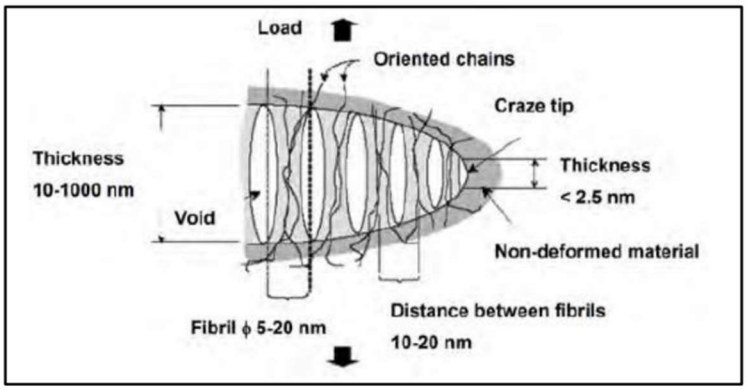


Figure 15. Représentation schématique d'une craquelure [39]

Par ailleurs, lorsque la température est assez élevée ou que la vitesse de sollicitation est réduite, la mobilité moléculaire devient prépondérante. Dans ces conditions, l'effort mécanique peut induire un écoulement des chaînes amorphes. Les macromolécules se déplacent alors durablement hors de leur position d'équilibre, rendant la déformation irréversible (Figure 16, (a)).

Afin de restreindre ces phénomènes d'écoulement, il est nécessaire d'optimiser la densité des points d'ancrage. Ceux-ci peuvent être de nature chimique, à l'image des nœuds de réticulation présents dans les élastomères, ou de nature physique, tels que les cristallites ou les enchevêtrements (Figure 16, (b)). Les liaisons secondaires jouent également un rôle stabilisateur en limitant la déformation permanente.

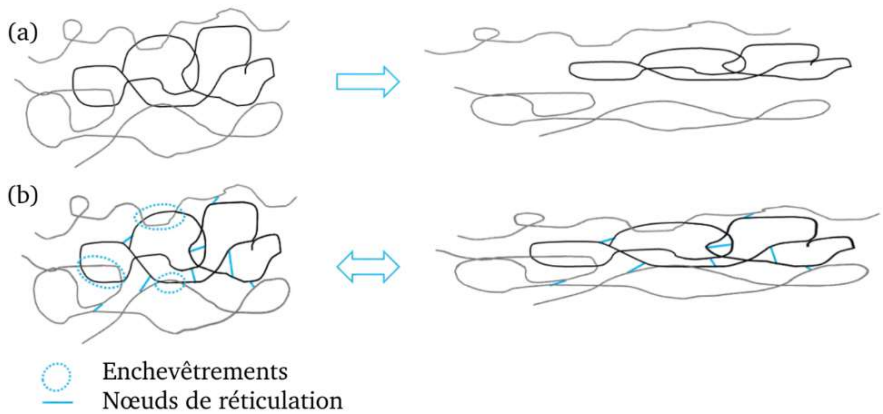


Figure 16. Représentation schématique de la déformation (a) d'un polymère linéaire et (b) d'un polymère présentant des enchevêtrements et des nœuds de réticulation

e. INFLUENCE DE L'ORIENTATION MACROMOLÉCULAIRE

Comme l'explique Kissin [40], l'intérêt de quantifier l'orientation des divers constituants polymères (chaînes et cristaux) est double. Ces données permettent d'identifier les paramètres

de production optimaux des films, mais surtout d'appréhender l'anisotropie du comportement mécanique observée expérimentalement.

L'anisotropie et son impact mécanique découlent d'éléments morphologiques préférentiellement alignés, tels que les lamelles cristallines ou les chaînes amorphes [41]. L'orientation finale dans les films minces résulte à la fois du procédé de transformation et des propriétés intrinsèques du matériau [42–44].

SUR LA CRISTALLISATION

L'orientation des polymères influence de nombreuses propriétés : mécaniques, optiques, barrières, etc. Les procédés d'extrusion orientent simultanément la phase amorphe et les cristaux des polymères semi-cristallins. Si l'alignement des chaînes amorphes dans le sens de l'étirage est intuitif, celui des cristaux est plus complexe. Il dépend d'abord de l'architecture moléculaire et des temps de relaxation à l'état fondu, qui régissent l'orientation amorphe initiant la cristallisation, puis des paramètres de mise en œuvre pouvant réorienter les cristaux. La structure n'est figée qu'après refroidissement, lorsque la mobilité devient restreinte. Dans les cas extrêmes, l'axe long des mailles cristallines s'oriente selon le sens machine ou transverse [43]. Pour le PE, un fort étirage machine peut générer des fibrilles nucléées ou une structure de type « shish-kebab » [45].

Le temps de relaxation à l'état fondu dicte le mode de cristallisation. Si ce temps est long par rapport à la vitesse d'étirage (nombre de Deborah > 1), les chaînes s'étirent fortement, produisant une structure fibrillaire nucléée [42,44].

$$D_e = \frac{t_c}{t_p} \text{ ..... (9)}$$

Le nombre de Deborah (D_e, eq. (9)) caractérise la nature visqueuse, élastique ou viscoélastique en rhéologie. Il exprime le rapport entre le temps caractéristique de relaxation du polymère (t_c) et le temps caractéristique du processus de déformation (t_c). Considérant que le temps de relaxation d'un solide de Hooke est infini et celui d'un fluide newtonien est nul, on définit que [46] :

- Quand $D_e < 1$, la substance a un comportement de type visqueux.
- Quand $D_e > 1$, la substance manifeste un comportement élastique.
- Quand $D_e \approx 1$, est très faible, la matière est assimilée à un liquide visqueux.
- Quand D_e est très faible, la substance est considérée comme un liquide visqueux.

- Quand D_e est élevé, la substance est considérée comme un solide élastique.

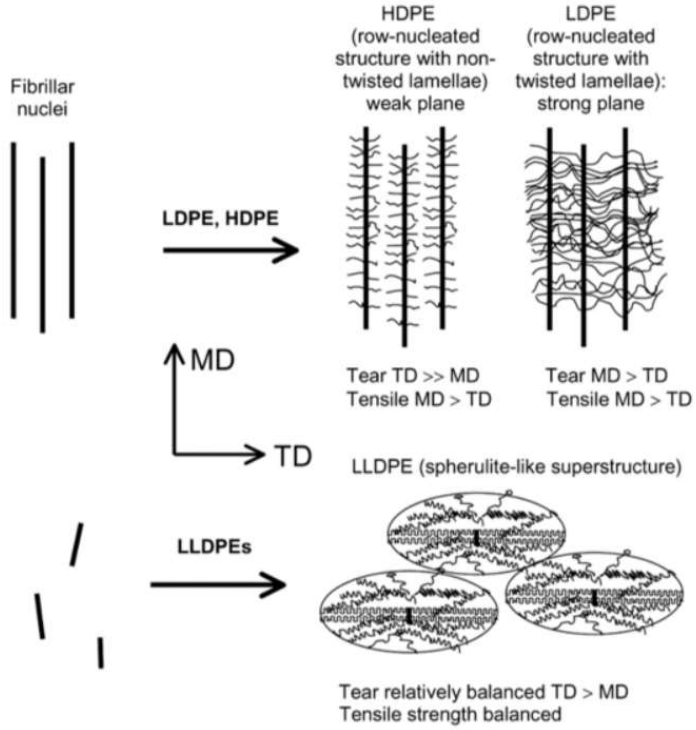


Figure 17. Représentation schématique du développement de la morphologie cristalline pour le LDPE, LLDPE et HDPE [44]

- Effectivement, si les chaînes ne disposent pas d'un temps de relaxation suffisant, elles conservent l'état étiré acquis lors du passage en filière et cristallisent prioritairement. Les macromolécules s'alignent alors parallèlement au sens de la déformation. Ces fibrilles agissent comme des sites de nucléation pour la phase ultérieure de cristallisation. Le polyéthylène cristallise préférentiellement selon un système orthorhombique (axes a, b et c perpendiculaires et de longueurs distinctes). Les fibrilles s'alignent selon l'axe c ; comme le repliement et l'orientation s'opèrent plus vite selon l'axe b, la seconde étape correspond à la croissance de lamelles cristallines perpendiculaires aux fibrilles [44]. Zhang et al. [44] soulignent qu'une contrainte intense (vitesse de déformation supérieure au temps de relaxation) force les chaînes à se replier dans l'axe de sollicitation, orientant ainsi uniformément les lamelles.

- Sur le plan industriel, la morphologie finale dépend de la contrainte de transformation, et particulièrement du taux de tirage. Selon ce taux et le temps de relaxation à l'état fondu, la densité de fibrilles nucléées au début du processus varie, dictant la structure du film. Les temps de relaxation les plus étendus concernent généralement les polymères à haute masse molaire ou présentant de longues ramifications, augmentant ainsi le taux d'enchevêtrement.

- Dans une morphologie de type shish-kebab, on observe simultanément des cristaux fibrillaires nucléés et des lamelles formées par repliement de chaînes. Les fibrilles servent de

support à la croissance épitaxiale de ces lamelles. En l'absence de fibrilles, l'organisation cristalline devient sphérolitique [44]. Le LDPE, par exemple, possède de nombreuses ramifications longues induisant un temps de relaxation assez élevé pour maintenir des fibrilles orientées. Ses films cristallisent donc souvent en structure shish-kebab, d'autant plus si le taux de tirage est important (Figure 17). À l'inverse, le LLDPE, plus linéaire, relaxe plus vite. Ses chaînes s'orientent vers un état quasi isotrope où les fibrilles sont trop ténues pour empêcher une croissance sphérolitique. Comme l'indique Sallem [47], en l'absence de contrainte, les lamelles s'organisent radialement sous forme de sphérolites de manière généralement isotrope.

●SUR LE COMPORTEMENT MÉCANIQUE

En règle générale, l'étirement unidirectionnel induit une amélioration des performances mécaniques lorsque la contrainte est appliquée dans cet axe spécifique. Ce gain s'effectue néanmoins au détriment des caractéristiques dans l'axe transverse. L'orientation se manifeste par un accroissement du module de Young (E) et de la contrainte à la rupture, compensé par une diminution de l'allongement à la rupture (ε_u). Pour la phase amorphe, les chaînes atteignent une limite d'étirabilité, tandis que chez les semi-cristallins, l'orientation restreint les mécanismes de plasticité [47]. Il apparaît également que cet alignement réduit la mobilité des chaînes de liaison entre les cristallites et les zones amorphes.

Par ailleurs, la bi-orientation permet la production de films de très faible épaisseur dotés de propriétés supérieures (module d'Young, tenue à la déchirure, résistance à la perforation) de façon équilibrée dans les sens machine et transversal.

2.3.4.2. PROPRIÉTÉS OPTIQUES

Les attributs optiques des polymères résultent des phénomènes de transmission, de réflexion et de diffraction lumineuse. Dans l'étude des films minces, trois paramètres fondamentaux sont quantifiés :

- **La transparence**, par la mesure du flux lumineux traversant le matériau.
- **La brillance (ou gloss)**, par la mesure de la lumière réfléchie spéculairement.
- **Le voile (ou haze)**, par la mesure du pourcentage de lumière diffusée par l'échantillon.

Ces trois grandeurs découlent d'origines microscopiques distinctes. Un rendu esthétique optimal nécessite d'allier un voile minimal à une transparence maximale.

a. BRILLANCE

L'éclat d'un film est intimement lié à sa topographie de surface, soit sa rugosité. Elle peut être dégradée par des instabilités d'extrusion en sortie de filière ou lors de l'expansion de

la bulle. Ce paramètre résulte d'un équilibre entre les propriétés rhéologiques du polymère et les conditions de mise en œuvre [48].

b. VOILE ET TRANSPARENCE

Dans les faits, la mesure du voile constitue un excellent indicateur de la clarté. Un faible indice de voile garantit une transparence élevée. Ce phénomène dépend conjointement des irrégularités de surface et de la microstructure interne.

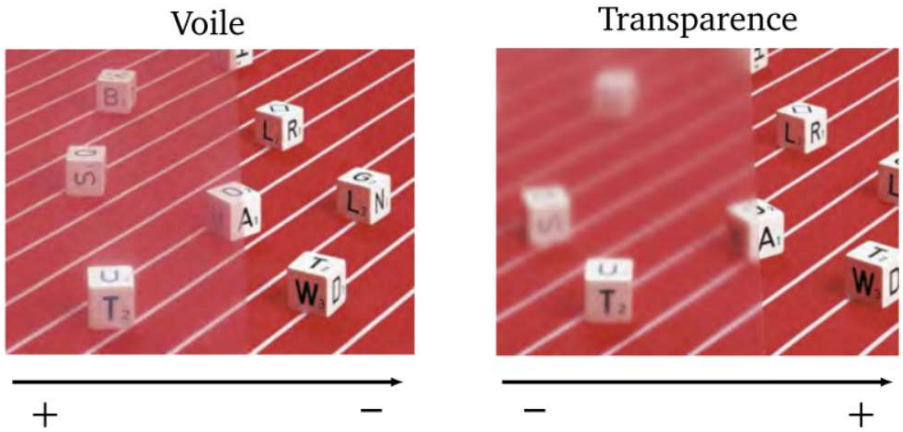


Figure 18. Représentation schématique du voile et de la transparence

Tout élément capable de diffracter la lumière impacte la transparence et le voile :

- La présence d'impuretés.
- Les porosités internes.
- La dimension et la distribution des cristaux.
- Les défauts d'homogénéité du mélange.

c. CRISTALLINITÉ

La cristallinité constitue un paramètre fondamental pour piloter la transparence ou le voile. Contrairement à la phase amorphe, les cristaux réfractent la lumière. La proportion, la répartition, la dimension et l'alignement de ces entités dictent les performances optiques. Un taux de cristallinité élevé réduit la clarté : la densité croît et le flux lumineux transmis diminue.

Ainsi, une trempe thermique, en inhibant la cristallisation, génère des polymères plus limpides. C'est également pourquoi l'extrusion cast (à plat) offre des propriétés optiques supérieures à l'extrusion-gonflage. Le refroidissement y est fulgurant par contact avec des rouleaux froids, alors que le gonflage repose sur une convection forcée à l'air, moins efficiente. Ce refroidissement lent favorise une cristallinité accrue et des structures cristallines plus volumineuses, rendant le film soufflé plus translucide [49].

Des additifs, nommés agents nucléants ou clarifiants, permettent de modifier la genèse des cristaux. Ils multiplient les sites de nucléation, produisant des cristaux plus nombreux mais

de taille réduite, ce qui limite la diffusion lumineuse. En effet, la dispersion de la lumière dépend des dimensions des hétérogénéités (cristaux, pores). Lorsque le rayonnement traverse des phases aux indices de réfraction distincts, il s'éparpille aux interfaces si la taille des discontinuités excède la longueur d'onde du visible (400 à 800 nm). Les polymères amorphes purs sont donc transparents. Toutefois, un système semi-cristallin peut rester clair si ses cristallites sont inférieures à 400 nm ou si les indices de réfraction des phases amorphe et cristalline sont quasi identiques.

Par ailleurs, certains films bi-orientés (PP ou PET), bien que très cristallins, demeurent transparents car l'étirage aligne les cristaux dans le plan du film. Cette configuration n'induisant plus de réfraction transverse, le film conserve sa limpidité.

d. CAVITATION

Sous l'effet de la déformation, la microstructure d'un polymère semi-cristallin est susceptible d'évoluer. Si les entités nouvellement créées (hétérogénéités) possèdent un indice de réfraction distinct de celui de la matrice, elles diffusent la lumière. Lorsque ces objets atteignent une dimension micrométrique, ils diffractent l'ensemble des longueurs d'onde du spectre visible, provoquant alors un blanchiment [50] localisé.

Ces hétérogénéités consistent généralement en des micro-vides ou des agrégats de nano-vides générés par un mécanisme de cavitation. Plusieurs auteurs ont établi une corrélation entre l'émergence de ces cavités (identifiées par SAXS, ou diffusion des rayons X aux petits angles) et le phénomène de blanchiment : ces deux manifestations se développent effectivement pour un même seuil d'allongement [50–53].

3. CONCLUSION

Cet état de l'art s'est attaché à introduire les défis majeurs du secteur des films plastiques et à identifier les phénomènes physiques sous-jacents, en se focalisant sur deux types de produits prédominants dans l'emballage : les films thermorétractables et les films étirables.

Trois axes critiques relatifs aux propriétés mécaniques, d'adhésion et optiques ont été explorés. La réflexion a débuté par l'analyse de l'extrusion-gonflage, technique de mise en œuvre la plus répandue, en détaillant son fonctionnement et l'impact déterminant des paramètres de production sur le produit final. Ensuite, nous avons souligné l'importance cruciale de la formulation, notamment le choix d'une composition optimale entre polymères et additifs pour garantir les propriétés d'usage et les meilleures performances techniques.

Il apparaît fondamental de corréler les transformations de la microstructure à ces comportements, tout en intégrant les concepts physiques liés à l'architecture moléculaire, à la

morphologie et au taux de cristallinité du film élaboré. Enfin, une synthèse des recherches antérieures dans ce domaine vient étayer cette étude bibliographique, offrant un panorama complet des travaux déjà réalisés sur les matériaux thermorétractables et étirables.

Référence Bibliographique

BIBLIOGRAPHIE

[1]	F. Debeaufort, "Emballages en bois," *Matériaux et procédés d'emballage pour les industries alimentaires, cosmétiques et pharmaceutiques*, vol. 21, 2022.
[2]	E. E. Quigley, "Shrink Films: Their Manufacture, Properties, Applications," in *Proceedings of the ASME Citrus Engineering Symposium*, vol. 99588, pp. 25-31, 1971.
[3]	A. L. Bobovitch, R. Tkach, A. Ajji, S. Elkoun, Y. Nir, Y. Unigovski, and E. M. Gutman, "Mechanical properties, stress-relaxation, and orientation of double bubble biaxially oriented polyethylene films," *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 100, no. 5, pp. 3545-3553, 2006.
[4]	M. Biron, *Aide-mémoire - Transformation des matières plastiques*. Paris: Dunod, 2010.
[5]	F. Traon, "Contribution à l'étude des mécanismes qui régissent le comportement macroscopique de films polymères étirables pour un usage industriel," Thèse de doctorat, Université de Lorient, 2021.
[6]	[6] S. Fatahi, A. Ajji, and P. G. Lafleur, "Correlation between structural parameters and property of PE blown films," *Journal of Plastic Film & Sheeting*, vol. 21, no. 4, pp. 281-305, 2005.
[7]	eXsource Technical Notes, "Effect of processing conditions on mechanical properties," *Technical Report*, 2017.
[8]	E. Gamache, "Soufflage de gaine," *Techniques de l'Ingénieur, Plasturgie : fabrications de corps creux, de films et de fils*, vol. base documentaire : TIB149DUO, 2010.
[9]	S. C. Li, B. Li, and X. M. Qin, "Properties of LLDPE film modified by LDPE," *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, vol. 51, no. 3, pp. 307-310, 2012.
[10]	C. M. Small, G. M. McNally, A. Marks, and W. R. Murphy, "The effect of extrusion processing conditions and polyisobutylene concentration on the properties of polyethylene for stretch and cling film applications," *Journal of Plastic Film & Sheeting*, vol. 18, no. 4, pp. 245-258, 2002.
[11]	C. Frédérix, "Étude de mélanges de polyéthylènes couvrant une large gamme de taux de cristallinité dans la perspective d'élaboration de matériaux à gradient de propriétés mécaniques," Thèse de doctorat, Université de Lille 1, 2009.
[12]	B. A. Morris, *The Science and Technology of Flexible Packaging: Multilayer Films from Resin and Process to End Use*. William Andrew, 2016.
[13]	M. V. Wainer, "Stretch film properties-Effects of equipment and process variables," *Journal of Plastic Film & Sheeting*, vol. 18, no. 4, pp. 279-286, 2002.
[14]	T. I. Butler and B. A. Morris, "PE-based multilayer film structures," in *Multilayer Flexible Packaging*, William Andrew Publishing, 2016, pp. 281-310.
[15]	G. M. McNally, C. M. Small, W. R. Murphy, and G. Garrett, "The effect of vinyl acetate content and polyisobutylene concentration on the properties of metallocene polyethylene-ethyl vinyl acetate coextruded film for stretch and cling film applications," *Journal of Plastic Film & Sheeting*, vol. 21, no. 1, pp. 69-83, 2005.
[16]	C. Shelley and N. Kokel, "Elastic recovery behavior of three-layer film structures comprised of TPO and various ethylene copolymers," in *Proceedings of the SPE ANTEC Conference*, 2009, pp. 2775-2780.
[17]	C. M. Small, G. M. McNally, A. Marks, and W. R. Murphy, "The effect of extrusion processing conditions and polyisobutylene concentration on the properties of polyethylene for stretch and cling film applications," *Journal of Plastic Film & Sheeting*, vol. 18, no. 4, pp. 245-258, 2002.

[18]	C. M. Small, G. McNally, R. Murphy, and G. Garrett, "The effect of polymer properties on the mechanical behaviour and morphological characteristics of cast polyethylene film for stretch and cling film applications," in *ANTEC-Conference Proceedings*, vol. 1, pp. 3266-3270, 2003.
[19]	M. Naitove, "First microlayered commodity films," *Plastics Technology*, 2009. [En ligne]. Disponible sur : http://www.ptonline.com/articles/firstmicrolayeredcommodityfilms. [Consulté le 29-Avril-2022].
[20]	AIMCAL, "MicroLayer cast film process yields stretch wrap with properties and potential to save on wrapping," *AIMCAL*, 2008. [En ligne]. Disponible sur : http://www.aimcal.org/membernews/articles/id/910/. [Consulté le 29-Avril-2015].
[21]	C. D. Lee, J. J. Strebel, and J. D. Goudelock, "Higher tie layer adhesion in machine direction oriented (MDO) barrier films," in *Proceedings of the TAPPI PLACE Conference*, 2007.
[22]	M. Behl and A. Lendlein, "Shape-memory polymers," *Materials Today*, vol. 10, no. 4, pp. 20-28, 2007.
[23]	M. Trznadel and M. Kryszewski, "Thermal shrinkage of oriented polymers," *Journal of Macromolecular Science, Part C: Polymer Reviews*, vol. 32, no. 3-4, pp. 259-300, 1992.
[24]	R. Riesen and J. Schawe, "Expansion and shrinkage of fibers: Load-and temperature modulated TMA measurements temperature calibration of fiber attachments," *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, vol. 59, no. 1-2, pp. 337-350, 2000.
[25]	A. P. Surzhikov, T. S. Frangulyan, and S. A. Ghyngazov, "A thermoanalysis of phase transformations and linear shrinkage kinetics of ceramics made from ultrafine plasmochemical ZrO2 (Y)–Al2O3 powders," *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, vol. 115, no. 2, pp. 1439-1445, 2014.
[26]	A. Ajji and X. Zhang, "Correlations between orientation and some properties of polymer films and sheets," *Journal of Plastic Film & Sheeting*, vol. 18, no. 2, pp. 105-116, 2002.
[27]	ASTM International, "Standard test method for unrestrained linear thermal shrinkage of plastic film and sheeting," West Conshohocken, PA, ASTM D2732-14, 2014.
[28]	ASTM International, "Standard test method for shrink tension and orientation release stress of plastic film and sheeting," West Conshohocken, PA, ASTM D2838-09, 2009.
[29]	Y. Jin, T. Hermel-Davidock, T. Karjala, M. Demirors, J. Wang, and E. Leyva, "Shrink force measurement of low shrink force films," in *Proceedings of the SPE ANTEC Conference*, 2008, pp. 1364-1368.
[30]	AFNOR, "Plastiques — détermination des propriétés en traction — partie 3 : Conditions d'essai pour films et feuilles. nf iso 527-3," 2018.
[31]	D. I. Bower, *An Introduction to Polymer Physics*. Cambridge Université Press, 2003.
[32]	] L. Cangémi and Y. Meimon, "Une approche méso-macro continue pour la modélisation du comportement des polymères semi-cristallins à usage structural," *Mécanique & Industries*, vol. 3, no. 6, pp. 557-570, 2002.
[33]	J. H. Lee, J. Park, M. H. Myung, M. J. Baek, H. S. Kim, and D. W. Lee, "Stretchable and recoverable acrylate-based pressure sensitive adhesives with high adhesion performance, optical clarity, and metal corrosion resistance," *Chemical Engineering Journal*, vol. 406, p. 126800, 2021.
[34]	J. L. Halary and L. Monnerie, *Mécanique des matériaux polymères* (ser. Collection Échelles). Paris: Belin, 2008.

[35]	N. Billon, "Comportement mécanique des polymères – cours XVII," École des Mines de
[36]	N. Billon and J. L. Bouvard, "Propriétés et comportement mécanique des polymères thermoplastiques," *Techniques de l'Ingénieur*, 2015.
[37]	H. Hara and K. Shizawa, "Homogenized molecular chain plasticity simulation for crystalline polymer using craze evolution model based on chemical kinetics," *International Journal of Mechanical Sciences*, vol. 101, pp. 180-195, 2015.
[38]	S. Etienne and L. David, *Introduction à la physique des polymères*, 2e éd. Paris: Dunod, 2012.
[39]	D. Arencón and J. I. Velasco, "Fracture toughness of polypropylene-based particulate composites," *Materials*, vol. 2, no. 4, pp. 2046-2094, 2009.
[40]	Y. V. Kissin, "Infrared method for measuring orientation in polyethylene films," *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, vol. 30, no. 10, pp. 1165-1172, 1992.
[41]	G. M. McNally, C. M. Small, W. R. Murphy, and G. Garrett, "The effect of polymer properties on the mechanical behavior and morphological characteristics of cast polyethylene film for stretch and cling film applications," *Journal of Plastic Film & Sheeting*, vol. 21, no. 1, pp. 39-54, 2005.
[42]	D. Godshall, G. Wilkes, R. K. Krishnaswamy, and A. M. Sukhadia, "Processing-structure-property investigation of blown HDPE films containing both machine and transverse direction oriented lamellar stacks," *Polymer*, vol. 44, no. 18, pp. 5397-5406, 2003.
[43]	M. Rennert, M. Nase, R. Lach, K. Reincke, S. Arndt, R. Androsch, and W. Grellmann, "Influence of low-density polyethylene blown film thickness on the mechanical properties and fracture toughness," *Journal of Plastic Film & Sheeting*, vol. 29, no. 4, pp. 327-346, 2013.
[44]	X. M. Zhang, S. Elkoun, A. Ajji, and M. A. Huneault, "Oriented structure and anisotropy properties of polymer blown films: HDPE, LLDPE and LDPE," *Polymer*, vol. 45, no. 1, pp. 217-229, 2004.
[45]	F. Gu, H. Bu, and Z. Zhang, "New Observations on the Formation of "Row-Nucleated" Structures of Isotactic Polystyrene," *Macromolecules*, vol. 33, no. 15, pp. 5490-5494, 2000.
[46]	T. C. Zambrano, "Étude numérique des écoulements newtoniens et viscoélastiques dans la sortie d'une conduite courbée à 180° avec section carrée," Thèse de doctorat, Université de Lille 1, 2013.
[47]	N. Sallem-Idrissi, "Comportement mécanique et évolution structurale induite dans des films multicouches à base de polyamide 6 et de polyéthylène," Thèse de doctorat, Université de Lille 1, 2008.
[48]	E. W. Kuijk, P. P. Tas, and P. Neuteboom, "A rheological model for the prediction of polyethylene blown film properties," *Journal of Plastic Film & Sheeting*, vol. 14, no. 2, pp. 121-151, 1998.
[49]	P. Marechal, "Polyéthylènes basse densité pe-bd et pe-bdl," *Techniques de l'Ingénieur, Matières thermoplastiques : monographies*, vol. base documentaire : TIB147DUO, no. ref. Article : am3310, 2011.
[50]	L. Farge, S. Andre, A. Pawlak, C. Baravian, S. C. Irvine, and A. M. Philippe, "A study of the deformation-induced whitening phenomenon for cavitating and non-cavitating semicrystalline polymers," *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, vol. 51, no. 10, pp. 826-841, 2013.
[51]	Y. Lu and Y. Men, "Cavitation-Induced Stress Whitening in Semi-Crystalline Polymers," *Macromolecular Materials and Engineering*, vol. 303, no. 11, p. 1800203, 2018.

[52]	A. Pawlak and A. Galeski, "Plastic deformation of crystalline polymers: the role of cavitation and crystal plasticity," *Macromolecules*, vol. 38, no. 23, pp. 9688-9697, 2005.
[53]	Y. Lu, Y. Sun, L. Li, and Y. Men, "Influence of propylene-based elastomer on stress-whitening for impact copolymer," *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 134, no. 20, 2017.

PARTIE 2 :

PARTIE

EXPERIMENTALE

PARTIE 2 : PARTIE EXPERIMENTALE

Cette partie expérimentale s'articule autour de deux chapitres distincts :

1. Chapitre II : matériel et méthodes

Ce chapitre vise à introduire, d'une part, les matériaux sélectionnés pour l'étude et, d'autre part, la méthodologie de préparation des échantillons par extrusion-gonflage. Le travail porte sur des films tri-couches destinées à deux types d'applications : l'emballage thermorétractable et la gaine étirable. Toutes les étapes du processus de mise en forme sont détaillées, ainsi que l'arsenal technique mobilisé pour la caractérisation des films produits. Sont ainsi présentés : la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR), la diffractométrie des rayons X (DRX), ainsi que divers protocoles mécaniques tels que les essais de traction, de rétraction et de friction.

En complément, la microscopie électronique à balayage (MEB) est utilisée pour observer la morphologie de surface et la structure interfaciale des couches, détecter la dispersion des charges ou additifs et identifier d'éventuelles défauts (bulles, inclusions, délaminations).

Les techniques thermiques sont également mises en œuvre pour caractériser le comportement thermique et la stabilité des matériaux : l'analyse thermogravimétrique (ATG/TGA) fournit des informations sur la stabilité à la chaleur, les températures de décomposition et la fraction résiduelle, utiles pour définir les limites thermiques d'extrusion et de post-traitement. La calorimétrie différentielle à balayage (DSC) permet d'étudier les transitions thermiques importantes (températures de fusion, cristallisation, vitreuse, enthalpies associées) qui influencent la mise en forme, la rétraction et la performance finale des films. Ces données thermiques sont essentielles pour ajuster les profils de température des extrudeuses, des zones de refroidissement et des tunnels d'étirage/thermo rétraction. Pour une éventuelle optimisation des paramètres du procédé d'extrusion-gonflage, plusieurs mesures et protocoles d'essai ont été pratiqués.

2. Chapitre III : Résultats et discussion

Ce chapitre présente et analyse les résultats expérimentaux obtenus sur les films tri-couches à base de polyéthylène basse densité (PEBD) destinés à deux usages distincts : emballage thermorétractable et gaine étirable. L'objectif est de répondre à la problématique centrale : « étudier et comparer les propriétés mécaniques, thermiques et structurales des deux films afin d'identifier la solution offrant les caractéristiques optimales ». Les jeux de données sont discutés à la lumière des modèles théoriques exposés précédemment et mis en perspective avec les références de la littérature. Sur la base de ces analyses, il est possible de définir des

profils d'usage préférentiels : le film présentant la meilleure combinaison de cristallinité contrôlée, stabilité thermique et capacité de rétraction sera privilégié pour l'emballage thermorétractable ; le film offrant la plus grande extensibilité et ténacité sera retenu pour la gaine étirable. Cependant, l'optimisation finale passe par un ajustement conjoint de la formulation et des paramètres d'extrusion-gonflage, validé par un traitement approfondi et des essais industriels.

CHAPITRE II :

Matériels et méthodes

Introduction

Ce chapitre expose, en premier lieu, les polymères sélectionnés pour cette recherche ainsi que le protocole de fabrication des échantillons par la technique d'extrusion-gonflage. L'étude porte sur des films tri-couches destinés au conditionnement, déclinés en deux variantes : le film thermorétractable et le film étirable. L'ensemble des phases de mise en forme est détaillé, parallèlement aux diverses méthodologies d'analyse ayant servi à caractériser les films produits, à savoir :

1. Paramètres optimaux du procédé (Taux de Gonflage, Taux de Tirage, Hauteur de la Ligne de Figeage).
2. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR).
3. Essais de rétraction.
4. Essais de traction (Allongement à la rupture, résistance à la traction et module d'élasticité, selon les axes longitudinal et transversal).
5. Essais de friction.
6. Diffractométrie des rayons X (DRX).
7. Les analyses thermiques ATG et DSC.
8. La microscopie électronique à balayage MEB.

Dans cette section, des rappels théoriques sur ces méthodes de caractérisation sont intégrés afin d'expliciter leurs principes fondamentaux, leurs modes opératoires respectifs, ainsi que la nature des données exploitables pour l'évaluation de nos échantillons.

Notre problématique consiste à établir une comparaison rigoureuse entre les propriétés de ces deux types de films tri-couches de conditionnement. L'objectif final est d'identifier les facteurs déterminants de leur performance, constituant ainsi les critères de sélection essentiels entre le film thermorétractable et le film étirable.

2. Produits élaborés et matériaux utilisés

2.1 Produits élaborés

Les films synthétisés ont été mis en forme par extrusion-gonflage, technique ayant permis de transformer la formulation spécifique à chaque mode de conditionnement en un film d'une épaisseur voisine de 80 µm. Deux catégories de films ont été retenues : le film thermorétractable de grade 0.7 et le film étirable de grade 0.5. Ces derniers sont massivement employés dans le secteur industriel pour assurer la protection et le stockage des marchandises.

2.1.1 Films thermorétractables

Le film de suremballage thermorétractable est conçu à partir de PEBD radicalaire, dont l'indice de fluidité (MFI) est sélectionné selon la ténacité visée. Ce matériau offre une résistance remarquable à la déchirure ainsi qu'aux impacts. Ces films de fardelage garantissent l'intégrité du matériel emballé en le préservant de tout dommage durant son acheminement.

Ses champs d'application incluent notamment : le conditionnement, le regroupement, la stabilisation de charges, la protection et le confinement. Disponible sous forme de films, de gaines ou de housses, le thermorétractable s'adapte à toutes les géométries. Un film de suremballage thermorétractable doit impérativement satisfaire plusieurs critères de qualité :

1. Excellente rétractabilité (retraits longitudinal et transversal conformes aux normes).
2. Contraintes au seuil d'élasticité respectant les standards.
3. Résistance à la rupture optimale.
4. Résistance au déchirement élevée.
5. Propriétés optiques : brillance et transparence.

Le film tri-couche thermorétractable doit ainsi répondre à des exigences techniques précises, synthétisées dans le Tableau 1 suivant :

Tableau 1. Exigences techniques d'un film tri-couche thermorétractable (Annexe C)

Propriétés	**Unités**	**Exigences**
Laize		Selon la demande
Epaisseur	Mm	40 à 120 (jusqu'à 180)
Diamètre mandrin	Mm	76
Poids bobine	Kg	25 à 30
Diamètre bobine	Mm	300

2.1.2. Film étirable

Le film étirable est un film élasto-plastique extensible qui, lorsqu'il est étiré autour d'un produit, génère une tension résiduelle qui contracte le film au contour du produit. Les films étirables et les housses ont de plus en plus remplacé les rubans, les films rétractables et les bandes métalliques pour la palettisation et le groupement. Le film étirable est élaboré à partir d'un mélange combinant entre autres le polyéthylène basse densité linéaire (LLDPE), le polyéthylène basse densité radicalaire (LDPE) et l'éthylène-acétate de vinyle (EVA). Cette

famille de produits représente la seconde catégorie majeure destinée au conditionnement, au stockage et au transport de marchandises palettisées.

Un film étirable doit impérativement satisfaire plusieurs critères de performance :

1. Haute résistance à la rupture lors de la traction.
2. Allongement à la rupture significatif.
3. Souplesse et brillance optimales du matériau.
4. Forte capacité d'étirement pour assurer le maintien des charges.

Le film tri-couche étirable est soumis à des exigences techniques et physiques précises, lesquelles sont récapitulées dans le tableau 2 ci-après :

Tableau 2. Exigences techniques et physiques d'un film tri-couche étirable (Annexe D)

Propriétés techniques	**Unités**	**Exigences**
Largeur	mm	500 (selon la demande du client)
Epaisseur :	µ	25 (selon la demande du client)
Diamètre intérieur mandrin	mm	70/80
Diamètre extérieur bobine	mm	200 Max
Poids bobine	kg	15 à 20
Les dimensions varient selon que le film est utilisé manuellement ou sur banderoleuse.		
Propriétés physiques	**Unités**	**Exigences**
Allongement à la rupture en longitudinale	%	600
Allongement à la rupture transversale	%	905
Résistance à la rupture longitudinale	MPa	23.8
Résistance à la rupture longitudinale	MPa	33.8
Module d'élasticité longitudinale	MPa	21
Module d'élasticité transversale	MPa	31
Grade du PEBD	g/10 min	0.7

2.2. Matériaux utilisés

Pour la synthèse de nos films, les constituants suivants ont été employés :

2.2.1. Éthylène vinyle acétate (EVA)

L'éthylène-acétate de vinyle, plus connu sous l'acronyme EVA, est un copolymère résultant de la polymérisation de l'éthylène avec l'acétate de vinyle, typiquement à raison de 18% de VA pour ce grade, ce qui confère une flexibilité exceptionnelle, une bonne adhérence et une élasticité supérieure aux matériaux purs comme le polyéthylène. Sa première mise sur le marché remonte à 1950 par la société ICI, cet EVA est particulièrement apprécié dans les films plastiques pour améliorer la transparence, la brillance, la résistance au froid et la souplesse, tout en facilitant l'étirement sans rupture. Pour notre étude, ce matériau est fourni sous forme de granulés (pellets) sous la référence commerciale « MARPOL EVA 1802 », produit et distribué par « Universal Selector » aux États-Unis. Dans le contexte du document, il est utilisé sous forme de granulés blancs ovoïdes, adaptés au stockage, à la manipulation et au malaxage dans les extrudeuses, contribuant à la formulation globale du film étirable pour un emballage stable et protecteur des palettes industrielles. Ses caractéristiques fondamentales, extraites de sont regroupées dans le Tableau 3 :

Tableau 3. Propriétés physiques, thermiques et mécaniques du « MARPOL EVA 1802 » (Annexe E)

Propriété	**Unité**	**Valeur**	**Norme**
MFI	g/10 min	2	ASTM D1238
Teneur en acétate de vinyle	%	18	---
Point de ramollissement Vicat	°C	65	ASTM D1525
Température de fragilité	°C	< -76	ASTM D746
Résistance à la traction MD (élasticité)	psi	679	ASTM D882
Résistance à la traction MD (ultime)	psi	5940	ASTM D882
Résistance à la traction TD (élasticité)	psi	624	ASTM D882
Résistance à la traction TD (ultime)	psi	4390	ASTM D882
Allongement à la traction (élasticité) MD	%	410	ASTM D882
Allongement à la traction (élasticité) TD	%	563	ASTM D882
Allongement à la traction (ultime) MD/TD	%	9	ASTM D882
Résistance aux chocs, chute de fléchettes	g	606	ASTM D1709F
Dureté		91	ASTM D2240

2.2.2Polyéthylène basse densité radicalaire (LDPE)

Le polyéthylène basse densité radicalaire (LDPE) grade DOW 310E est un homopolymère LDPE additivé, avec une densité typique de 0,924 g/cm³ et un MFI très bas (0,3 g/10 min), caractérisé par une excellente résistance à l'état fondu qui assure une bonne stabilité des bulles pendant l'extrusion de films soufflés. Il intègre des additifs comme un antioxydant pour prévenir la dégradation thermique, un anti-drapant pour éviter les migrations d'huiles, et un anti-bloquant pour réduire l'adhérence entre couches de film. Cela le rend idéal pour les applications nécessitant souplesse, transparence et brillance, tout en facilitant le processus de gonflage et l'étirage. Dans le document, il est utilisé en combinaison (80% dans le film thermos), sous forme de pellets ovoïdes blancs, pour renforcer la structure multicouche et optimiser les propriétés physiques comme le module d'élasticité (21-31 MPa). Ses caractéristiques essentielles, telles que renseignées par le fabricant dans sa documentation technique, sont synthétisées dans le Tableau 4

Tableau 4 : Différentes propriétés de LDPE sous le grade « DOW LDPE 310E » (Annexe F)

Propriété	**Unité**	**Valeur**	**Norme**
Densité	g/cm³	0.923	ASTM D792
MFI (190 °C/2.16 kg)	g/10 min	0.75	ASTM D1238
Épaisseur du film – Testé	µm	50	---
Pour un film soufflé de 50 µm :			
Résistance à la traction MD (élasticité)	MPa	11.0	ASTM D882
Résistance à la traction TD (élasticité)	MPa	11.0	ASTM D882
Résistance à la traction MD (ultime)	MPa	25.0	ASTM D882
Résistance à la traction TD (ultime)	MPa	23.0	ASTM D882
Pour un film soufflé de 50 µm :			
Allongement à la traction MD (ultime)	%	390	ASTM D882
Allongement à la traction TD (ultime)	%	570	ASTM D882
Pour un film soufflé de 50 µm :			
Résistance à la déchirure Elmendorf MD (ultime)	g	350	ASTM D1922
Résistance à la déchirure Elmendorf TD (ultime)	g	260	ASTM D1922
Pour un film soufflé de 50 µm : Brillance (45°)		58	ASTM D2457
Pour un film soufflé de 50 µm : Brume	%	9.2	ASTM D1003
Temperature de fusion	°C	1. à 195	

2.2.3. Polyéthylène basse densité linéaire (LLDPE)

Le polyéthylène basse densité linéaire (LLDPE) grade EFDC-7087 est une résine spécialisée, avec une densité d'environ 0,918 g/cm³ et un indice de fluidité (MFI) bas autour de 1 g/10 min, développée spécifiquement pour l'extrusion de films soufflés tubulaires. Cette résine offre une excellente ténacité (résistance aux chocs), une résistance élevée à la traction et à la perforation, ainsi qu'un haut draw-down permettant la production de films plus fins sans compromettre les propriétés mécaniques. Elle contient une forte concentration d'agents de glissement (slip) et d'additifs antiblocage, améliorant les performances en transformation, l'usinabilité à haute vitesse et les aptitudes au scellage. Dans le document, elle forme la base (100% pour film tirable grade 0.5 Sabic) des mélanges, avec une bonne stabilité des bulles lors de l'extrusion-gonflage, pour des films d'épaisseur 25-160 µm répondant aux exigences de résistance (23,8 MPa longitudinale) et d'allongement (600-905%).

Ces films garantissent une aptitude au scellage optimale et une usinabilité performante pour une transformation fluide sur des équipements à haute cadence. Les caractéristiques fondamentales de ce matériau, extraites de la documentation technique du fournisseur, sont répertoriées dans le Tableau 5.

Tableau 5. Propriétés physico-mécaniques et thermiques de l'EFDC-7087 (Annexe G)

Propriété	Unité	Valeur	Norme
Densité apparente	g/cc	0.530	ASTM D1895
Densité	g/cc	0.918	ASTM D792
Pour un film soufflé de 25 µm : Résistance à la déchirure Elmendorf MD Résistance à la déchirure Elmendorf TD	 g/micron g/micron	 35 135	 ASTM D1922 ASTM D1922
Pour un film soufflé de 25 µm : Résistance à la traction MD (ultime) Résistance à la traction TD (ultime)	 MPa MPa	 34 26	 ASTM D882
Point de fusion	°C	124	Méthode de test d'équivalence
Brume	%	14	ASTM D1003
Pour un film soufflé de 50 µm : Brillance (45°)	%	55	ASTM D2457

Une autre variété Polyéthylène Basse Densité Linéaire (LLDPE) a été utilisée, fourni par SABIC, grade 0.5, utilisé à 100% dans la composition du film étirable. C'est une résine polyéthylène linéaire à faible densité (typiquement 0,918-0,925 g/cm³) et indice de fluidité bas

(MFI autour de 0,5 g/10 min), optimisée pour l'extrusion-gonflage de films étirables avec haute résistance à la traction, à la perforation et un excellent allongement (jusqu'à 600-900%). Elle offre une bonne processabilité, stabilité des bulles et capacité de draw-down pour films fins (25 µm), souvent additivée pour emballage industriel de palettes. Dans le contexte, elle est combinée à des additifs pour répondre aux exigences physiques comme résistance rupture 23,8 MPa longitudinale et module d'élasticité 21 MPa.

2.2.4. Agent de glissement

L'agent de glissement Vista max est un agent de glissement (slip additive) de SABIC, incorporé dans les résines LLDPE pour films plastiques, mentionné dans la formulation du film étirable (avec linaire Sabic). Cet additif migratoire (blooming à la surface) réduit le coefficient de friction (COF) du film à des niveaux moyens (0,02-0,1% dosage final), facilitant l'étirage manuel ou automatique sans accrochage, tout en maintenant une performance stable sur large plage de températures et compatible avec additifs inorganiques. Il est particulièrement utilisé dans les films étirables pour améliorer la glisse lors du déroulement des bobines et l'emballage de charges instables.

Exo mobile fournie une autre variété d'agent de glissement (slip agent) produit par ExxonMobil, cité dans la composition du film étirable aux côtés du linaire Sabic et Vista max. C'est un additif oléique ou erucamide-based qui migre à la surface du film pour abaisser drastiquement le COF, permettant un étirement élevé (grande capacité d'étirement requise pour films étirables) et une manipulation aisée sans adhésifs. Il offre une réduction progressive du frottement avec le temps, idéal pour films multicouches transparents et brillants utilisés en emballage industriel. Dosage typique 200-1000 ppm pour COF contrôlé.

2.2.5. Agent Anti-Blocage

L'anti-bloc (antiblocking agent) est un additif minéral (souvent silicates ou talc) utilisé à 2% dans les compositions de films (étirable et thermos), créant une micro-rugosité en surface pour empêcher l'adhésion entre couches de film enroulées sur bobines. Il facilite le déroulement et la séparation des films sans altérer significativement les propriétés optiques (transparence, brillance) ou mécaniques, essentiel pour l'extrusion-gonflage à haute vitesse et stockage longue durée. Dans les films plastiques comme l'étirable, il maintient la conformité aux critères comme grade PEBD >0,7 et poids bobine 15-20 kg.

Les photos ci-dessous montre les différentes matières premières utilisées dans nos élaborations :

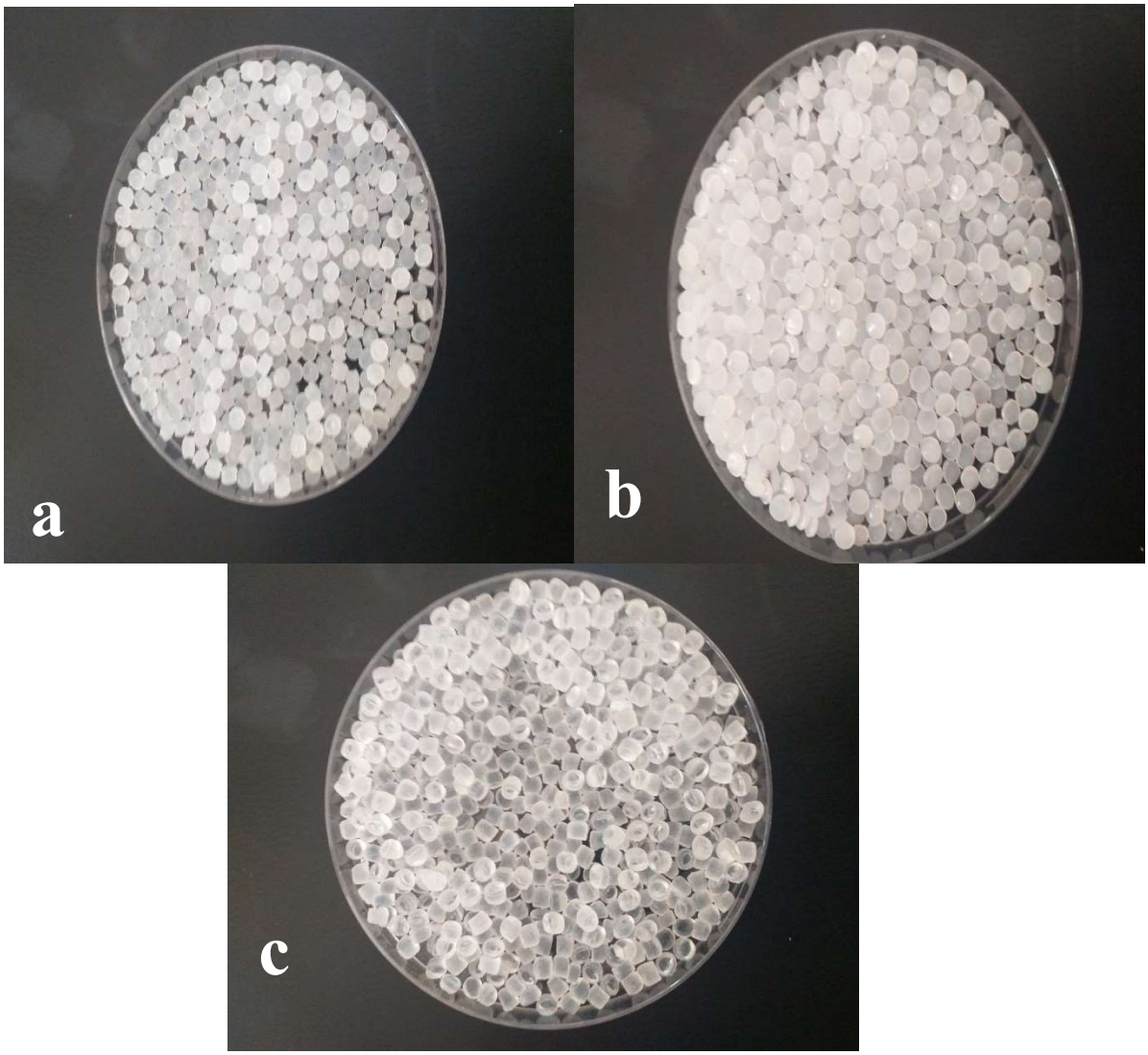


Figure 1. Images prises par microscope électronique à balayage (a) LDPE, (b) LLDPE et (c) EVA(photos récentes 2026)

L'illustration présente les matières premières employées pour la fabrication de nos films, lesquelles se présentent sous la forme de granulés blancs de géométrie ovoïde. Cette morphologie s'avère extrêmement pratique pour le stockage ainsi que la manipulation, tout en étant parfaitement adaptée aux procédés industriels (remplissage fluide des équipements et malaxage optimisé).

La production des granulés plastiques s'articule autour de plusieurs phases, débutant par la synthèse de la résine (polymérisation et formulation). Vient ensuite l'étape du compoundage, consistant à mettre en forme le mélange (se présentant, par exemple, sous forme de joncs en sortie de malaxeur) par extrusion à travers une filière munie de trous circulaires.

Enfin, la découpe des cordons refroidis suivie d'un séchage permet d'obtenir des granulés d'un diamètre compris entre 1 et 5 millimètres.

À l'examen de la Figure 1, nous observons que les granulés des divers polymères sont souples, doux au toucher et d'un blanc opaque. Toutefois, à l'œil nu, on note que cette teinte tire vers le jaunâtre pour le LLDPE, coloration encore plus marquée pour l'EVA, en raison des additifs spécifiques intégrés à chaque polymère utilisé.

La présence de ramifications au sein de la chaîne de l'homopolymère LDPE lui confère des propriétés recherchées, telle qu'une grande clarté ; c'est précisément ce qui rend ce matériau plus limpide que les autres. Son faible taux de cristallinité renforce également sa transparence. Bien que le LLDPE soit plus robuste que le LDPE à densité égale, ce dernier demeure privilégié pour les applications exigeant une excellente clarté ou pour le revêtement de substrats par extrusion.

3. Élaboration des échantillons

3.1. Préparation commune de la matière première

1. Rassemblez les matériaux : Pesez précisément les granulés (LLDPE Sabic grade 0,5 ou 0,7, LDPE DOW 310E) et additifs (Vista max/Exo mobile pour glissement, anti-bloc à 2%). Stockez-les au sec pour éviter l'humidité.
2. Vérifiez l'extrudeuse-gonfleur : Nettoyez la machine (filière, mandrin 70-80 mm intérieur). Réglez températures : zones fusion 175-190°C (LLDPE), 190-220°C (LDPE), refroidissement air 15-25°C. Vitesse vis : 20-50 rpm pour stabilité bulle.
3. Malaxez la formulation : Dans un mélangeur haute vitesse, incorporez les polymères puis additifs (2% glissement/anti-bloc).
4. Mélangez 10-15 min à 50-80°C pour homogénéité (ex. granulés ovoïdes facilitent cela).

3.2. Le procédé de l'extrusion-gonflage

Le soufflage de gaine, aux côtés de l'extrusion à plat, constitue un procédé majeur en plasturgie pour la fabrication de films. Cette technique repose sur une extrusion à travers une filière annulaire, générant une gaine qui peut ensuite être sectionnée ou non pour obtenir un film plan.

La majorité des polymères, initialement sous forme de granulés, subissent au moins une étape d'extrusion afin de produire divers objets : films, tubes, gainages de câbles ou profilés. La spécificité de l'extrusion-gonflage réside dans l'extrusion d'une fine gaine qui, pincée momentanément, est dilatée par de l'air comprimé.

Le principe fondamental consiste à pousser la matière à travers une filière circulaire au centre de laquelle de l'air est injecté. Il se forme ainsi une bulle dont le diamètre définit la largeur finale de la gaine. En ajustant la vitesse de tirage du dispositif d'enroulement, on peut moduler l'épaisseur du matériau (généralement de 25 à plus de 100 µm). Les paramètres de régulation sont pilotés par des systèmes automatisés.

Tout au long de la production, les opérateurs contrôlent et consignent régulièrement la conformité des caractéristiques de la gaine, notamment ses dimensions et son poids linéaire.

3.3. Le mode opératoire du procédé

3.3.1. Emmagasinage de la matière première

La matière première est stockée dans de vastes silos destinés à alimenter l'extrudeuse en continu, tel que l'illustre la figure 2 suivante :



Figure 2. Les silos d'emmagasinassion de la matière première (photos récentes 2026)

3.3.2. Formulation des différents échantillons

Nous élaborons deux formulations distinctes de films, aboutissant à deux types de conditionnements : le film thermorétractable et le film étirable. L'objectif est d'établir une comparaison rigoureuse entre ces deux matériaux sur les plans mécanique, thermique et économique, afin d'identifier l'emballage optimal offrant les meilleures performances lors de

la caractérisation. Le détail des compositions et des dosages pour chaque échantillon est présenté dans le tableau suivant :

Tableau 6. Différents échantillons élaborés [Annexes H,I]

Echantillon		LDPE (%)	LLDPE (%)	EVA (%)
Film thermorétractable	1ére couche	90	10	0
	2ème couche	90	10	0
	3ème couche	90	10	0
Film étirable	1ére couche	5	95	0
	2ème couche	0	68	32
	3ème couche	5	95	0

3.3.3. Alimentation et dosage de la matière première

La ligne automatisée d'extrusion-gonflage dédiée aux films tri-couches exploitée par l'usine est une installation récente (2015) de marque MAKI. Elle affiche une capacité productive de 600 kg/h et intègre un système de contrôle de tolérance d'épaisseur de pointe nommé « Sigma2 ».

La matière première est introduite dans la trémie sous forme de granulés. Cette trémie alimente de manière continue le fourreau chauffant qui abrite trois vis de plastification distinctes :

1. Vis A : dédiée à la couche extérieure ;
2. Vis B : dédiée à la couche intermédiaire ;
3. Vis C : dédiée à la couche intérieure.

Chaque flux dispose de quatre unités de dosage indépendantes, identifiées par exemple comme A1, A2, A3, A4 pour la vis A, et ainsi de suite pour B et C. Ce système permet d'incorporer jusqu'à quatre constituants différents par vis. À titre d'exemple :

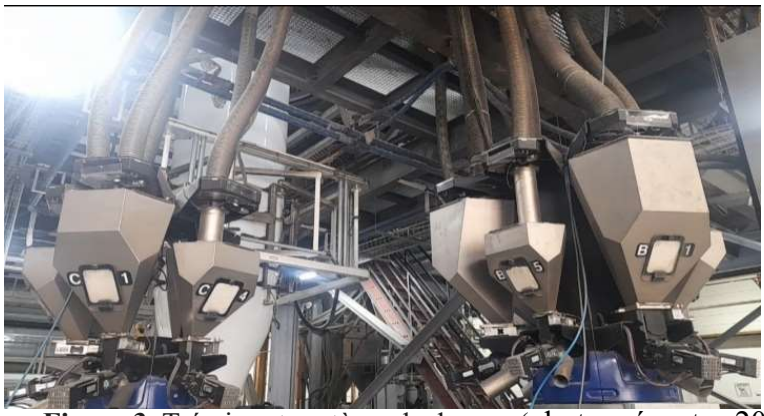


Figure 3. Trémies et système de dosage (photos récentes 2026)

- A1 : Polyéthylène linéaire.
- A2 : Polyéthylène radicalaire.
- A3 : EVA.
- A4 : (emplacement vide).

Le dispositif de pesage (ou dosage) vise à mesurer précisément la quantité de matière pour chaque vis selon les consignes, via un vérin automatisé. La vis assure la progression de la matière au sein du fourreau, lequel est segmenté en plusieurs zones thermiques :

1. Zone d'alimentation (ou culasse) : Elle garantit un transfert régulier et la densification du polymère. Le canal de la vis se remplit de granulés solides compressés. Après quelques filets, ce bloc progresse par friction contre la paroi du cylindre. Une adhérence maximale sur cette paroi est privilégiée pour optimiser l'écoulement. La température de la vis doit rester inférieure à celle du fourreau ; selon les formulations, elle peut être régulée par un fluide caloporteur interne pour prévenir une fusion précoce et l'apparition de bouchons. Un refroidissement du fourreau est également parfois requis à ce stade.

2. Zone de fusion (ou de compression) : Sous l'effet du chauffage du cylindre, la fusion débute dès qu'un film de matière s'interpose entre le lit solide et la paroi chaude. Tandis que le lit solide avance, la phase fondue est entraînée à l'arrière du canal par le filet de la vis. Dans cette section, le diamètre du noyau de la vis augmente, réduisant ainsi la profondeur du filet pour forcer la transition d'état du polymère.

3. Zone de pompage (ou d'homogénéisation) : Située en extrémité de vis, cette partie cylindrique stabilise le débit et uniformise le mélange. Elle génère la pression indispensable pour refouler le polymère vers la filière. La profondeur du filet y est constante mais plus réduite qu'en zone d'alimentation. Cette étape est cruciale pour assurer une parfaite dispersion des adjuvants et des pigments au sein de la matrice fondue.

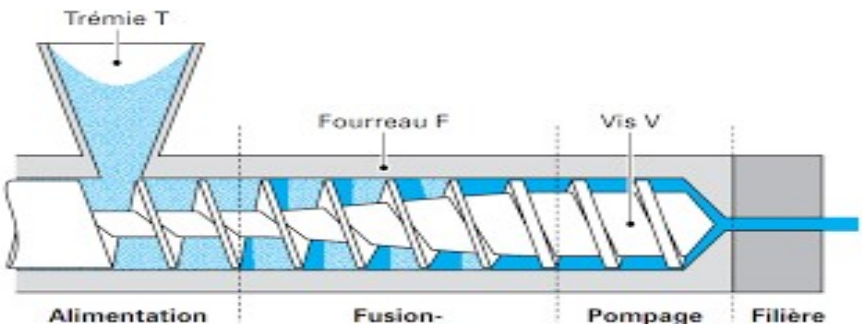


Figure 4. Les zones de la vis

3.3.4. Extrusion de la matière première

Par la suite, le malaxage intervient afin d'optimiser la stabilité du processus d'extrusion. L'objectif est de maximiser la capacité de fusion de la vis en déportant la zone de transition vers l'amont. S'ensuivent la montée en pression et le dosage du polymère, lequel est alors refoulé sous contrainte vers la tête d'extrusion. Cette tête intègre une filière destinée à conformer la matière fondue en une pâte homogène, dont la fluidité est maintenue par des régulateurs de température s'appuyant sur des colliers chauffants et des ventilateurs de refroidissement.



Figure 5. Parties de l'extrudeuse (vis + fourreau) (photos récentes 2026)

3.3.5. Gonflement de l'extrudat

Le polymère fondu est entraîné verticalement à la sortie de la filière par des rouleaux pinceurs pour être étiré et gonflé au contact de l'air emprisonné dans la bulle, lequel s'échauffe rapidement. À débit élevé, le refroidissement doit être accéléré ; un système d'aspiration capte alors l'air frais et évacue l'air vicié chargé de solvants.

L'extrudat est refroidi par un anneau de soufflage tandis que de l'air est insufflé à l'intérieur pour générer une bulle (Figure 6). Celle-ci est ensuite mise à plat progressivement entre des auvents (Figure 7) afin d'éviter les plis, avant d'être pincée entre les cylindres de tirage. Ces derniers assurent une vitesse de rotation stable et une pression contrôlée pour ne pas fragiliser le film au niveau des bordures.

La gaine subit deux étirages mécaniques : le premier, dans le sens de la hauteur, résulte de l'écart entre la vitesse de tirage et celle d'extrusion (étirage longitudinal) ; le second, dans le sens de la largeur, est provoqué par l'air sous pression contenu dans le ballon (étirage transversal).

Le ballon de gonflage s'élève sur 18 mètres avec un système de tirage rotatif garantissant une épaisseur homogène des bobines (en répartissant uniformément les variations d'épaisseur). Ce dispositif s'appuie sur une rotation pilotée par 64 petits moteurs modulant précisément le volume d'air entrant.



Figure 6. La bulle de gonflage (photos récentes 2026)



Figure 7. Les auvents pincés

3.3.6. Contrôle du film

L'objectif de la caméra de contrôle (Figure 8) est de mesurer précisément les variations d'épaisseur : lorsqu'un point faible est détecté, le moteur accroît le débit d'air, et inversement en présence de points forts. Ce dispositif s'avère crucial pour garantir une parfaite homogénéité de l'épaisseur sur toute la surface du film produit.



Figure 8. Caméra contrôleur (photos récentes 2026)

3.3.7. Traitement corona

Afin d'assurer un mouillage satisfaisant et une adhésion optimale sur le film plastique, un prétraitement s'avère indispensable juste avant les unités d'impression, de complexage ou d'enduction.

La solution pour maximiser la mouillabilité et l'accroche d'un support réside dans l'emploi d'une unité de décharge corona, cette technique ayant démontré sa haute efficacité pour un coût modéré et une intégration aisée en ligne de production.

Le traitement corona consiste en une décharge électrique à haute fréquence dirigée vers le matériau. Il en découle une amélioration de l'affinité chimique (mesurée en dyne/cm) entre les molécules du plastique et le fluide appliqué (comme l'encre d'impression). Ce traitement de surface n'altère ni ne réduit la résistance mécanique de la matière. De même, il n'en modifie aucunement l'aspect visuel.

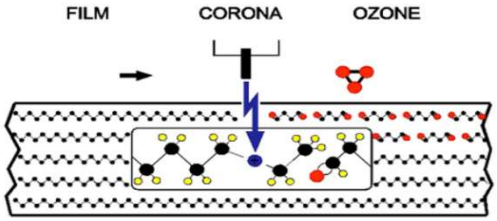


Figure 9. Traitement corona de la surface du film

3.3.8. Enroulement et bobinage



Figure 10. Enroulement du film (photos récentes 2026)



Figure 11. Bobinage du film

Suite aux phases d'enroulement (Figure 10) et de bobinage (Figure 11), pilotées par les paramètres de réglage de la longueur des rouleaux produits, il convient de procéder à la découpe du film. Cette étape finale permet d'ajuster les dimensions selon les exigences de conditionnement spécifiées par le client.

3.3.9. Impression du film

L'impression du support est effectuée à partir d'un mélange de huit teintes primaires ; cette procédure requiert l'usage de solvants (méthoxy, alcools, etc.). Un dispositif d'encrage automatisé gère des encres à haute viscosité, lesquelles doivent être fluidifiées par une unité d'aspiration automatique avant leur application sur le film après dilution.



Figure 13. Système de contrôle de l'impression (photos récentes 2026)

La surveillance du rendu s'opère via une caméra effectuant des captures instantanées afin d'ajuster l'impression à haute cadence, sans interruption du cycle machine ; elle suit le défilement latéral du film. L'image s'affiche sur un moniteur, permettant une correction automatique du repérage en cas de dérive ou de décalage observé.



Figure 14. Caméra de contrôle de l'impression (photos récentes 2026)

3.4. Fabrication du film étirable (grade 0,5)

1. Charger le mélange : Verser 100% de la LLDPE linéaire Sabic grade 0,5 + 2% (Vista max/Exo mobile + anti-bloc/agent de glissement) dans l'alimentateur gravimétrique.
2. Extruder la gaine : Faire fondre (pression 150-250 bar), extruder en tube via la filière annulaire (diam. 100-200 mm). Gonfler avec de l'air interne pour BUR (blow-up ratio) 2:1-3:1.
3. Refroidir et étirer : Guider vers les anneaux refroidisseurs (air/eau), aplatir entre les cylindres, étirer longitudinalement (vitesse take-off 5-15 m/min) et transversalement pour une épaisseur de 25 µm.
4. Enrouler : Contrôler la largeur de 500 mm, avec une tension faible. Bobiner sur le mandrin (diam. ext. ≤200 mm, 15-20 kg). Tester : l'allongement 600% long./905% trans., résistance 23,8-33,8 MPa.
5. Contrôler la qualité : Vérifier la brillance, la transparence, et le grade PEBD ≥ 0,7 g/10 min. Stocker à l'abri de la lumière.

3.5. Fabrication du film thermo rétractable (grade 0,7)

1. Préparer les formulations de chaque couche : Mélanger séparément : couche A/C (20% LLDPE grade 0,7 + additifs 2%), couche B (80% LDPE radicalaire DOW 310E + 10% PHD pour augmenter la rigidité).

2. Charger l'extrudeuse tri-couche : Utiliser la coextrusion (3 vis) : LLDPE extérieur, LDPE+PHD intérieur. Ajoutez 2% de l'anti-bloc/glissement.
3. Extruder le film multicouche : Même paramètres que celui du film étirable, mais avec une température +10°C pour la LDPE (stabilité de la bulle). Assurer l'adhésion des couches.
4. Refroidir et donner la forme finale : Refroidissement précis pour scellage thermosoudable. Étirer à une vitesse de valeur 10-20 m/min, épaisseur 25-160 µm, et une largeur de 500 mm.
5. Enrouler et tester : réaliser des bobines identiques. Vérifier le module d'élasticité pour des valeurs comprises entre 21-31 MPa, et une aptitude de scellage (temp. 120-150°C). Confirmer la résistance de perforation.
6. Contrôler la qualité : Tester sur une machine d'emballage pour une stabilité de palette, sans adhésifs.

En conclusion, le matériau est sectionné par une machine dédiée suivant les spécifications précises des clients. Le film tri-couche de conditionnement ainsi manufacturé est désormais prêt pour son exploitation finale.

4. Caractérisation des films

4.1. Identification des plastiques à l'aide de la spectrophotométrie IR

Lorsqu'un rayonnement infrarouge (IR) traverse un film, une fraction de l'énergie est absorbée par le matériau tandis que le reliquat est transmis. En spectroscopie IR, ce flux transmis est capté puis converti en un spectre constituant une empreinte digitale unique du composé. Les transformées de Fourier représentent l'outil mathématique permettant de transformer le signal brut en un spectre exploitable, définissant ainsi la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR).

La FTIR s'avère être une méthode performante pour identifier la nature des polymères au sein d'un emballage. Chaque catégorie de polymère présente un spectre d'absorption IR spécifique. Les chimistes analytiques exploitent la FTIR pour caractériser les groupes fonctionnels d'un polymère en se basant sur les spectres connus de divers groupements moléculaires, à l'image des acides ou des aldéhydes.

Certaines de ces fréquences sont répertoriées dans le tableau 7. Il existe des banques de données de spectres de référence que le technicien utilise comme base pour identifier les matériaux présents. Toutefois, ces bibliothèques ne détaillent pas toujours les nuances de grades ou les mélanges complexes ; l'expertise humaine est alors requise. De nombreux

producteurs de résines et transformateurs de films possèdent ce savoir-faire historique et constituent des ressources précieuses pour l'analyse des structures. [1]

Les techniques FTIR s'avèrent extrêmement précieuses pour déterminer la nature des polymères en présence. Toutefois, elles peuvent s'avérer insuffisantes pour distinguer précisément les différents types ou les grades spécifiques au sein d'une même famille de polymères. L'analyse des mélanges polymères représente également une difficulté, particulièrement lorsque les spectres présentent des chevauchements significatifs. Dans certains cas, la FTIR permet d'identifier qualitativement la présence d'un polymère ou d'un groupement fonctionnel ; néanmoins, sans l'établissement rigoureux de courbes d'étalonnage à partir de standards connus, quantifier chaque constituant dans un mélange ou une coextrusion s'avère parfois impossible. Si les couches du film sont pelables, la technique ATR peut être employée sur la surface mise à nu afin de définir la composition de la couche exposée. [3]

Tableau 7. Fréquences infrarouges des composés chimiques et exemples de polymères les contenant [2]

Bond	Compound Type	Polymer	Frequency Range (cm^{-1})
C–H	Alkanes	PE, PP, ethylene copolymers	2850–2960 1350–1470
C–H	Alkenes	Unsaturated fatty acid slip agents	3020–3080 675–1000
C–H	Aromatic rings	PET, PS	3000–3100 675–870
C–H	Alkynes		3300
C=C	Alkenes	Unsaturated fatty acid slip agents	1640–1680
C≡C	Alkynes		2100–2260
C–C	Aromatic rings	PET, PS	1500, 1600
C–O	Alcohols, ethers, carboxylic acids, esters	EAA, EMAA, EVA, EVOH, PET	1080–1300
C=O	Aldehydes, ketones, carboxylic acids, esters	EAA, EMAA, EVA, EVOH, PET, PA	1690–1760
O–H	Alcohols, phenols	EVOH	3610–3640 3200–3600
N–H	Amines	PA6	3300–3500
C–N	Amines	PA6	1180–1360
C≡N	Nitriles		1515–1560
$-NO_2$	Nitro compounds		1345–1385

Les échantillons élaborés ont été caractérisés par FTIR via un spectromètre de type (FTIR-8400 SHIMADZU), provenant du laboratoire technique de Sonatrach. Ces mesures ont été effectuées dans la gamme infrarouge s'étendant de 4000 cm^{-1} à 400 cm^{-1}, directement sur le matériau sous forme de film, sans aucune préparation préliminaire.

4.2. Propriétés mécaniques des films

Les matériaux polymères manifestent une palette de comportements mécaniques dont les grandeurs fluctuent fortement selon la température, la vitesse de sollicitation et la structure moléculaire propre au polymère.

La résistance à la traction, au déchirement, aux impacts, à l'éclatement, à la flexion répétée, ainsi qu'à la perforation et à l'usure, constituent des paramètres fondamentaux pour la performance des emballages plastiques.

4.2.1. Propriétés de traction

L'étude du comportement mécanique d'un matériau d'emballage s'appuie fréquemment sur une courbe contrainte-déformation (Figure 15), qui normalise les données de charge et d'allongement.

Ce diagramme établit le rapport entre la tension exercée et la déformation induite sur l'éprouvette. En règle générale, la mesure s'effectue via un instrument imposant une vitesse de déformation lente et uniforme, équipé d'un capteur de force pour quantifier l'effort nécessaire à l'étirement.

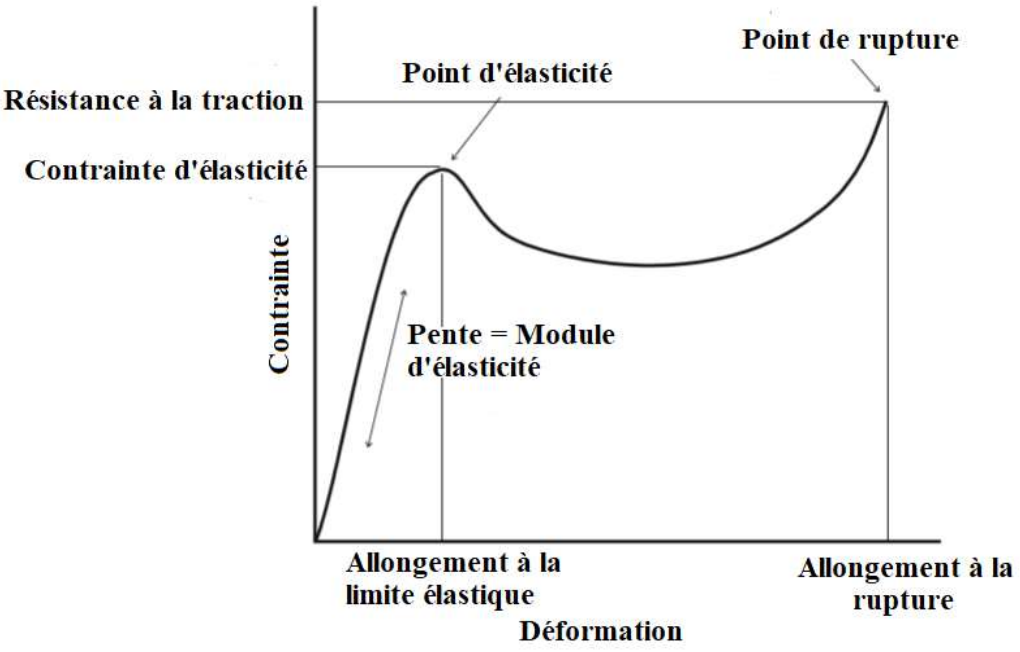


Figure 15. Un exemple de courbe contrainte-déformation

Les protocoles d'essai pour les propriétés de traction sont régis par la norme ASTM D882, tandis que les caractéristiques de flexion suivent les standards ASTM D790 et ASTM D6272. Le tableau 8 illustre la corrélation entre la souplesse ou la robustesse d'un matériau et ses indicateurs de module d'élasticité, de seuil d'écoulement, de résistance maximale et de capacité d'allongement.

Le profil observé sur la courbe contrainte-déformation illustre le comportement viscoélastique caractéristique des matériaux polymères. Cette réponse viscoélastique est étroitement liée à la température de l'essai et à sa proximité avec la (Tg) de l'échantillon, tout en dépendant fortement de la vitesse de sollicitation, comme souligné précédemment. [3]

Tableau 8. Types des polymères en fonction des propriétés de résistance à la traction [3]

Type de polymère1	Module d'élasticité	Contrainte d'élasticité	Contrainte ultime	Allongement à la rupture
Doux et faible	Faible	Faible	Faible	Modéré
Doux et robuste	Faible	Faible	Modéré	Haut
Fragile et dur	Haut		Modéré	Faible
Dur et fort	Haut	Haut	Haut	Modéré
Dur et robuste	Haut	Haut	Haut	Haut

L'étude s'appuie sur des éprouvettes de géométrie prismatique. La configuration et les cotes de l'éprouvette de traction (conformément à la norme ASTM-D638-03) sont illustrées dans la (figure 16).

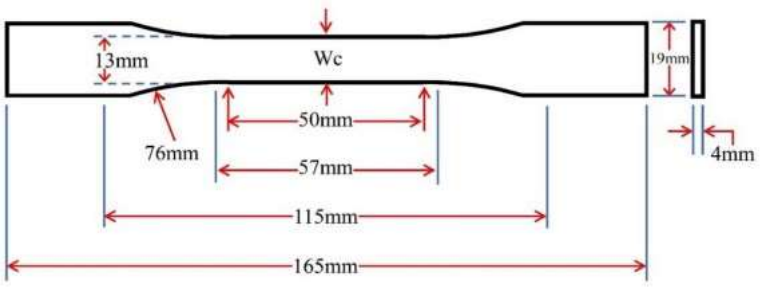


Figure16. Éprouvette de traction (Haltère) [10]

1 Robuste : résiste à l'échec, même après déformation ;
Fort - résiste à la fois à la déformation et à l'échec ;
Ductile - se déforme avant la rupture ;
Fragile - se brise avant de se déformer ;
Dur - résiste aux bosses, aux égratignures et à toute modification permanente sous la force de compression.

Les têtes de l'échantillon peuvent adopter des profils spécifiques afin de garantir une fixation optimale dans les mors de l'appareil. Les mesures exactes des pièces sont régies par la normalisation.

Un diagramme de traction conventionnel (figure 17) (Force – Allongement) est généré durant l'expérience en rapportant l'effort à la section d'origine pour exprimer la contrainte R = F / S_0, et en reliant l'extension à la longueur de base pour s'exprimer en termes d'allongement relatif.

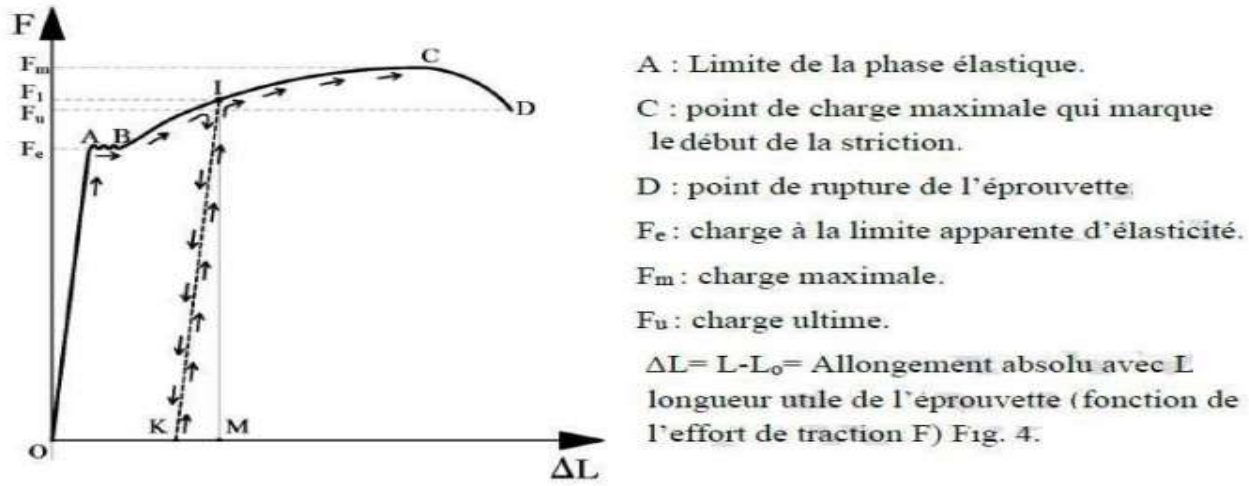


Figure 17. Courbe conventionnelle de traction (efforts-allongements) [11]

4.2.2. Résistance à la déchirure

L'évaluation de la résistance à la déchirure quantifie l'énergie dissipée par l'éprouvette lors de l'amorce ou de la progression d'une fissure. Deux protocoles ASTM font référence : les méthodes D1004 et D1922. La première mesure la force requise pour initier la déchirure sur un plastique souple à une vitesse très lente (51 mm/min). La norme ASTM D1922 détermine, quant à elle, l'énergie de propagation d'une déchirure préalablement amorcée par une entaille. Cette résistance dépend de l'orientation moléculaire issue de l'étirage et varie selon que la mesure est prise dans le sens machine (MD) ou transversal (TD). Ces propriétés peuvent aussi être testées sur un appareil de traction selon la norme ASTM D1938.

Les performances mécaniques sont intimement liées au taux de cristallinité. Un accroissement de la cristallinité renforce la cohésion intermoléculaire, augmentant ainsi la résistance à la traction et le module d'élasticité. À l'inverse, les propriétés reposant sur la

capacité des chaînes à dissiper l'énergie par réarrangement, telles que la tenue aux chocs et au déchirement, s'en trouvent diminuées.

Les films élaborés ont été testés sur la machine d'essais universelle de la filiale Soexplast (Médéa) du groupe ENPC (Figure 16).

Cet équipement permet d'effectuer des essais mécaniques normalisés sur des éprouvettes découpées avec précision. [3]



Figure 16. Machine d'essais universelle

- **Essai de traction :** Il consiste à appliquer un effort axial croissant sur l'éprouvette jusqu'à sa rupture pour identifier ses constantes mécaniques. Ce test suit la norme ISO 527-3 [Annexe J], spécifique aux propriétés de traction des films plastiques d'une épaisseur inférieure à 1 mm.
- **Essai de déchirement :** Régis par les normes ISO 34-1 ou ISO 6383-1, ces tests simulent l'ouverture des emballages. La force de déchirure doit être proche de la force d'arrachement pour garantir une ouverture contrôlée. Une résistance maximale trop élevée risquerait de provoquer une rupture brutale et le déversement accidentel du contenu. Ce comportement reste complexe à définir car la résistance dépend majoritairement de l'anisotropie du film.

4.3. Diffraction des Rayons X (DRX)

L'analyse par diffraction des rayons X s'impose comme la technique la plus efficace et disponible pour identifier rapidement une structure cristalline. L'architecture atomique d'un solide est modélisée par une maille de base formant des séries de plans parallèles espacés, appelés plans réticulaires (hkl). L'intervalle séparant deux plans identiques est nommé distance inter-réticulaire d{hkl}. Ces mesures, spécifiques à chaque réseau (hkl), définissent l'empreinte d'une phase et sont mesurables par DRX.

Lorsqu'un flux monochromatique de rayons X rencontre ces strates cristallines sous un angle précis, une diffraction se produit via une famille de plans dès que la règle de Bragg est respectée.

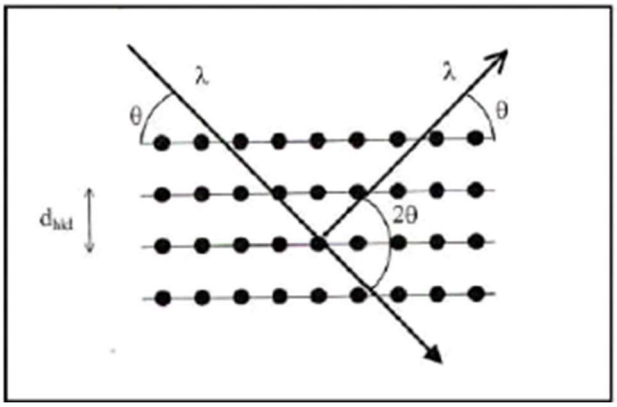


Figure 17. Famille de plans cristallins en condition de Bragg

Loi de Bragg

$$2d_{hkl} \sin\theta = n\lambda$$

Où :

1. d_{hkl} : distance inter-réticulaire, c'est-à-dire la distance entre deux plans cristallographiques ;
2. λ : est la longueur d'onde du faisceau de rayon X ;
3. θ : angle de Bragg ;
4. n : ordre de réflexion (nombre entier) dans la famille de plans parallèles.

Dès qu'un rayonnement de longueur d'onde λ percute un réseau et qu'un signal est détecté à l'angle 2 θ , la loi de Bragg autorise le calcul de d{hkl} et l'identification des plans diffractants. Le protocole classique repose sur l'irradiation des échantillons et la mesure de

l'intensité diffractée en fonction de la position spatiale. Le repérage des angles θ allié à la force des pics génère un ensemble de distances d{hkl} formant la signature du matériau. Puisque les plans sont classés par les indices de Miller, chaque signal peut être indexé selon ces coordonnées. Cette méthode d'analyse permet de cartographier l'organisation des couches atomiques au sein des cristaux. Néanmoins, cet outil demeure inefficace pour caractériser des matériaux présentant une structure strictement amorphe.

4.4. La calorimétrie à balayage différentiel (DSC)

La calorimétrie à balayage différentiel représente une méthode employée afin d'analyser le comportement des polymères soumis à la chaleur. Ce procédé permet d'observer les transitions thermiques d'une structure polymère. Ces transitions désignent les modifications structurelles se produisant dans le matériau lors de son échauffement. La fusion d'un échantillon cristallin ou le passage par la transition vitreuse en constituent des illustrations. La matière est chauffée au sein d'un mécanisme conçu de la sorte :

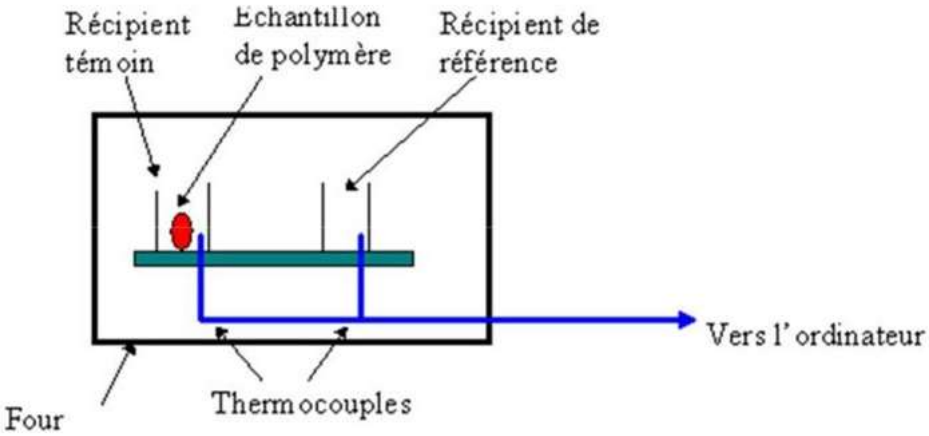


Figure 18. Principe de DSC.

Il existe deux capsules. Dans l'une d'elles, la capsule échantillon, vous déposez votre spécimen polymère. La seconde, que vous maintenez vide, constitue la capsule de référence. Ces deux récipients sont placés dans une enceinte thermique chauffant généralement à un rythme de 10°C/minute. Chaque coupelle possède un thermocouple connecté à une unité informatique. Le système calcule l'écart entre la température du matériau et celle du témoin, puis les transforme en flux thermique.

Le spécimen de polymère constitue une masse additionnelle dans la capsule témoin comparativement à la capsule de référence. L'existence de ce surplus de matière et son "inertie

thermique" entraînent un décalage de température entre la coupelle échantillon et celle de référence.

Les graphes DSC (courbes DSC) te donnent la « signature thermique » du matériau : ils montrent comment il absorbe ou libère de la chaleur en fonction de la température ou du temps, ce qui permet d'identifier et de quantifier les transitions. Sur un polymère comme un film PEBD, les graphes DSC permettent de déterminer :

- La température de **transition vitreuse** Tg: elle apparaît comme un changement de pente (saut de capacité calorifique) sur la ligne de base.
- La température et la chaleur de **cristallisation** (Tc, ΔHc) : en refroidissement ou en chauffage selon le cycle, la cristallisation se manifeste par un pic exothermique (libération de chaleur).
- La température et la chaleur de **fusion** (Tm, ΔHm) : en chauffage, la fusion des cristallites donne un pic endothermique (absorption de chaleur).
- La **capacité thermique** Cp et ses variations, via la forme de la ligne de base et les changements de pente.

En intégrant l'aire sous les pics de fusion et de cristallisation, on obtient les enthalpies correspondantes, ce qui permet d'estimer le **taux de cristallinité** du polymère.

4.5 Analyse Thermogravimétrique (ATG)

L'ATG sert à quantifier les diminutions de masse qu'éprouve un spécimen durant son échauffement, où l'on consigne les fluctuations pondérales d'un échantillon de matière selon la température ou la durée sous ambiance régulée. Cette modification de poids peut s'agir d'une perte de masse (évaporation de vapeurs) ou d'une augmentation de masse (absorption de gaz).

L'analyse thermogravimétrique constitue une méthode pertinente pour déterminer la pureté de certains composés.

La thermogravimétrie repose sur une balance de précision logée dans un four à température programmée pour une élévation linéaire selon le temps. Les résultats peuvent être affichés sous l'aspect d'une courbe thermogravimétrique (tracé TG), illustrant les fluctuations de masse selon la température ou la durée, ou bien sous la forme d'une courbe thermogravimétrique dérivée (DTG) [20].

4.6. Microscopie électronique à balayage (MEB)

La microscopie électronique autorise des observations directes de la microstructure des vitrocéramiques (morphologie et distribution des phases cristallines au sein de la matrice

vitreuse). La microscopie électronique à balayage, ou SEM pour (Scanning Electron Microscopie) en anglais, permet de générer des images de très haute résolution spatiale par interaction électrons-matière. En effet, l'observation de nanostructures en microscopie optique est limitée par la diffraction et, par conséquent, par la longueur d'onde exploitée, l'ouverture numérique du système et la qualité des optiques employées. Les microscopes optiques les plus performants atteignent une résolution maximale de l'ordre de 0.2 µm, contre 1.2 nm pour le dispositif MEB [8].

Le principe du microscope électronique à balayage repose sur l'émission d'électrons par une cathode et la détection de signaux résultant de l'interaction de ces électrons avec l'échantillon (Figure 19). Les électrons émis sont produits par une cathode de tungstène parcourue par un courant, puis accélérés par un champ électrique avant de traverser un système de lentilles électromagnétiques qui les focalise sur l'échantillon.

Les signaux produits par l'interaction du faisceau d'électrons avec l'échantillon peuvent fournir des informations sur la topographie, le contraste chimique et la composition élémentaire de l'échantillon.

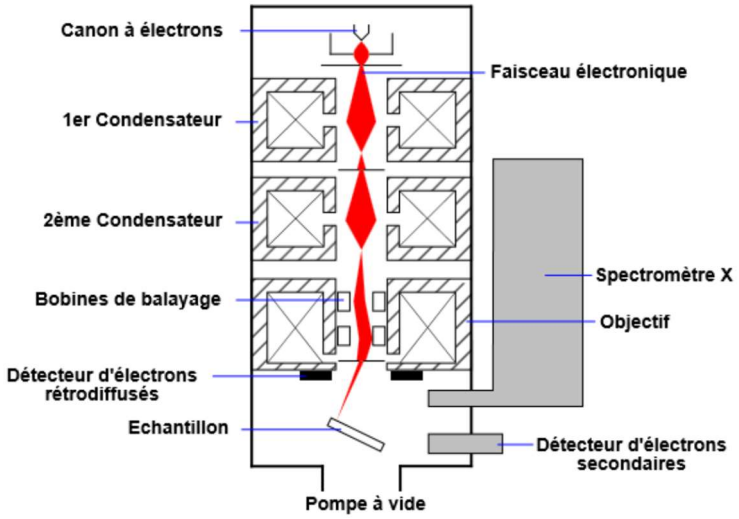


Figure 19. Principe de mesure et de fonctionnement du MEB



Figure 20. Microscope électronique à balayage « JEOL JSM-IT100 : SONATRACH »

5- Conclusion

Ce chapitre a servi à présenter l'objectif de notre étude, les matériaux utilisés pour élaborer les films, ainsi que les méthodes fixées pour comparer les propriétés de deux types de produits : le film thermorétractable et le film étirable, tous deux issus de polyéthylène basse densité. Le procédé d'extrusion-gonflage a été minutieusement exposé pour retracer fidèlement les étapes de conversion de nos formulations. Enfin, les protocoles d'analyse ont été détaillés, qu'il s'agisse des caractérisations structurales, thermiques ou mécaniques, afin de disposer d'une base expérimentale robuste pour l'évaluation des performances.

Les éléments présentés dans ce chapitre constituent ainsi le socle méthodologique nécessaire à une comparaison rigoureuse entre les deux systèmes étudiés, en assurant la traçabilité des conditions de mise en œuvre et des techniques de caractérisation mobilisées. Ils permettent également de formuler des hypothèses claires sur l'influence des paramètres de procédé et de la microstructure sur le comportement final des films. Le chapitre suivant sera dès lors consacré à la présentation et à la discussion détaillée des résultats obtenus, en vue d'identifier le matériau le plus adapté aux exigences fonctionnelles et industrielles des applications visées.

Référence

BIBLIOGRAPHIE

BIBLIOGRAPHIE

[1]	Morris BA. The science and technology of flexible packaging: multilayer films from resin and process to end use. William Andrew; 2016.
[2]	Morrison RT, Boyd RN. Organic chemistry. Transparencies for organic chemistry. Allyn and Bacon; 1976.
[3]	Selke SE, Culter JD. Plastics packaging: properties, processing, applications, and regulations. Carl Hanser Verlag GmbH Co KG; 2016.
[4]	Le Parlouër P. Les différentes techniques d'analyse thermique et de calorimétrie au service de l'expertise chimique. leparlouer@orange.fr.
[5]	Rouabhia F. Thèse magister en génie des procédés, élaboration et caractérisation des matériaux céramiques nanostructurées [Thèse]. Guelma : Université 08 mai 1945 Guelma ; 2010.
[6]	Zawrah MF, Khalil NM. Effect of Mullite formation on properties of refractory castables. Ceramics International. 2001 ;27 :689-694.
[7]	Gamra T. Thèse doctorat en sciences des matériaux, Étude de l'interaction entre un métal de transition et silicium : effet de la température et de l'implantation ionique [Thèse]. Constantine : Université Mentouri Constantine ; 2012.
[8]	Alharachi A. Thèse doctorat en science des matériaux, Vitrocéramiques transparentes d'aluminates : mécanismes de cristallisation et étude structurale [Thèse]. Orléans: Université d'Orléans; 2011.
[9]	ZwickRoell. Essai de traction [Internet]. France : ZwickRoell ; [cité le 8 juin 2026]. Disponible sur: https://www.zwickroell.com/fr/secteurs-dactivite/test-de-materiau-essai-dematériau/essai-de-traction
[10]	Benhamadouche L. Etude de l'endommagement et rupture des stratifiés composites à base de fibres végétales [Thèse de doctorat en sciences]. M'sila : Université de Mohamed Boudiaf; 2022.
[11]	Gharbi B. Essai de Traction. Batna : Université de Batna 2, Faculté de Technologie.
[12]	Hidouri A. Fascicule de travaux pratiques des sciences des matériaux. Gafsa : Institut Supérieur des Études Technologiques Gafsa, Département de Génie Mécanique ; 2013.

CHAPITRE III :

RESULTATS & DISCUSSION

1. INTRODUCTION

Ce chapitre est consacré à la présentation et à l'analyse des résultats obtenus sur nos échantillons, dans le but de répondre à la problématique formulée au chapitre précédent : comparer les caractéristiques de deux matériaux d'emballage largement utilisés dans l'industrie, à savoir le film thermorétractable (FT) et le film étirable (FE), afin d'identifier les facteurs clés qui déterminent leurs performances et justifient le choix de l'un ou de l'autre.

Les discussions s'articulent autour de comparaisons systématiques entre les résultats issus des deux formulations, en vérifiant tout d'abord leur conformité aux plages d'exigences définies par la fiche technique de la norme adoptée. Les concepts théoriques présentés dans les chapitres précédents sont mobilisés pour enrichir l'interprétation des données, en parallèle avec des travaux antérieurs d'autres auteurs ayant traité une problématique similaire, avec quelques variantes liées à leurs objectifs spécifiques.

2. DÉTERMINATION DES PARAMÈTRES OPTIMAUX DU PROCÉDÉ

Plusieurs paramètres réglables sur les lignes de production de films extrudés influencent de manière notable les propriétés des films obtenus, en particulier leurs performances mécaniques et leurs caractéristiques optiques. Parmi les plus déterminants, on peut citer le taux de gonflage, le taux de tirage, le débit de l'extrudeuse, la hauteur de la ligne de cristallisation, ainsi que la température de la matière en cours de transformation.

2.1. TAUX DE GONFLAGE (TG)

Le taux de gonflage est le rapport entre le diamètre de la bulle et le diamètre de la filière, comme l'exprime l'équation (eq. (1)).

$$TG = \frac{D}{D_0} \text{ ..... (1)}$$

où D désigne le diamètre de la gaine gonflée et D0 le diamètre de la filière annulaire. Il quantifie l'étirage transversal imposé au film au cours du procédé d'extrusion-gonflage.

En pratique industrielle, les films soufflés sont généralement caractérisés non pas par le diamètre de la bulle mais par la laize de la gaine à plat L. Dans ce cas, le taux de gonflage se réécrit sous la forme :

$$TG = \frac{2L}{D_0} \text{ ..... (2)}$$

Ce qui correspond à la laize à plat étant égale à la moitié de la circonférence de la bulle. En exprimant cette relation en fonction des paramètres techniques disponibles sur les fiches produits (laize nominale, diamètre de filière, configuration des bobines), on obtient l'équation (3)

$$TG = \frac{2 \times nombre\ de\ bobines \times laize}{\pi \times \emptyset filière} \quad \ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots (3)$$

Qui permet de calculer directement le taux de gonflage à partir des données industrielles sans mesurer physiquement le diamètre de la bulle.

En se basant sur les tableaux techniques présentés au chapitre II (Tableaux II.1 et II.2) et sur les annexes, les valeurs de TG pour les deux formulations étudiées sont résumées dans le tableau suivant :

Tableau 1. Calcul des taux de gonflage des deux matériaux FT et FE

	Nombre de bobines	Laize (mm)	$\emptyset filière$ (mm)	TG
FT	4	420	400	2.67
FE	1	1700	400	2.71

L'accroissement du taux de gonflage entraîne une augmentation de l'orientation macromoléculaire transversale, au détriment de l'orientation longitudinale. Ainsi, l'extrusion gonflage permet de tendre vers un meilleur équilibre des propriétés SL/ST, c'est-à-dire une moindre anisotropie, que l'extrusion à plat, que ça soit pour le film étirable ou bien pour le film thermorétractable, on remarque que la valeur de TG des deux films sont presque les mêmes vue que le diamètre de la filière est le même, et la stabilité des facteurs, débit de l'extrudeuse, la hauteur de la ligne de cristallisation et la température de la matière, généralement, le TG est limité par rapport à l'équipement et la stabilité de la bulle.

L'augmentation du taux de gonflage s'accompagne d'un renforcement de l'orientation macromoléculaire dans le sens transverse (ST), au détriment de l'orientation longitudinale (SL). L'extrusion-gonflage permet ainsi d'atteindre un équilibre plus satisfaisant des propriétés SL/ST, donc une anisotropie moindre, que l'extrusion à plat. Dans notre cas, qu'il s'agisse du film étirable (FE) ou du film thermorétractable (FT), les valeurs de TG sont très proches (2,67 et 2,71), ce qui s'explique par l'utilisation du même diamètre de filière et par le maintien de paramètres de procédé similaires (débit d'extrusion, hauteur de la ligne de cristallisation, température de la matière).

On peut en déduire que les différences de comportement mécanique et thermique observées entre FT et FE proviennent moins du taux de gonflage lui-même que de la formulation (répartition LDPE/LLDPE/EVA) et du couplage avec le taux de tirage et la hauteur de figeage.

Par ailleurs, la valeur maximale du taux de gonflage reste en pratique limitée par la configuration de l'équipement et par la stabilité de la bulle : un gonflage trop élevé induit des

instabilités dimensionnelles et des défauts de surface, ce qui impose de travailler dans une fenêtre opératoire restreinte autour des valeurs retenues ici.

2.2. TAUX DE TIRAGE (TT)

Le taux de tirage (TT) est défini comme le rapport entre la vitesse de tirage du film et la vitesse d'extrusion de la matière à la sortie de la filière, comme l'indique l'équation (4).

$$TT = \frac{V}{V_0} \quad \text{..... (4)}$$

Il traduit l'étirage **longitudinal** imposé au polymère au cours du procédé d'extrusion-gonflage.

Plusieurs relations permettent de relier les caractéristiques géométriques de la filière, les paramètres de procédé (taux de gonflage TG et taux de tirage TT) et l'épaisseur finale du film.

$$\frac{V}{V_0} = k.\frac{e_0}{e}.\frac{D}{D_0} \quad \text{..... (5)}$$

Parmi elles, l'équation (5) exprime le lien entre ces grandeurs et conduit, après réarrangement, à l'expression (6) qui relie directement TT à l'épaisseur du film :

$$TT = k.\frac{e_0}{e}.\frac{1}{TG} \quad \text{..... (6)}$$

Cette formulation met en évidence le rôle central du taux de tirage dans le contrôle de l'épaisseur, pour un entrefer et un taux de gonflage donnés.

Dans ces expressions, k représente le rapport entre la masse volumique du polymère à l'état fondu (à la température d'extrusion) et sa masse volumique à l'état solide (à 23 °C). Pour le polyéthylène, cette valeur est de l'ordre de 0,82. L'entrefer de la filière, noté e_0, correspond à l'ouverture annulaire par laquelle s'écoule le fondu, tandis que e désigne l'épaisseur du film obtenu.

Le calcul des taux de tirage pour les deux matériaux étudiés, à partir des données de procédé et des épaisseurs de films, conduit aux valeurs synthétisées dans le tableau ci-après :

Tableau 2. Calcul des taux de tirage des deux matériaux FT et FE

	Entrefer filière (mm)	Epaisseur film (µm)	TG	TT
FT	1	84.2	2.67	3.65
FE	1	100	2.71	3.03

Plus l'entrefer est important, plus l'étirage longitudinal doit être élevé pour atteindre une épaisseur de film donnée, à taux de gonflage fixé. Dans notre cas, la même machine et le même entrefer ont été utilisés pour les deux formulations ; l'ajustement de l'épaisseur repose donc essentiellement sur la variation du taux de tirage. On observe ainsi que le film

thermorétractable (FT) présente un TT plus élevé que le film étirable (FE), ce qui se traduit par une épaisseur plus faible pour FT. Un entrefer plus large permet d'augmenter le débit de matière (la vitesse de tirage n'étant généralement pas le facteur limitant), mais au prix d'un compromis sur l'équilibre des propriétés mécaniques du film.

Pendant l'extrusion-gonflage, l'orientation macromoléculaire joue un rôle déterminant dans la structure et le comportement du film. Elle résulte principalement de la contrainte appliquée au fondu par l'étirement longitudinal induit par le groupe de tirage, ce qui favorise l'orientation des chaînes dans le sens machine. La contrainte de cisaillement générée lors de l'écoulement à travers la filière contribue également à cette orientation longitudinale, mais son effet reste généralement secondaire par rapport à celui dû à l'étirage par les rouleaux de tirage.

À cette orientation en sens machine s'ajoute la contrainte circonférentielle, associée au gonflage de la bulle, qui induit une orientation des chaînes dans la direction transverse. Le couplage entre ces deux contributions (tirage longitudinal et gonflage transversal) détermine le niveau de bi-orientation du film et, par conséquent, l'anisotropie de ses propriétés mécaniques entre les directions longitudinale (SL) et transverse (ST).

2.3. HAUTEUR DE LA LIGNE DE FIGEAGE (FLH)

La hauteur de la ligne de figeage (FLH) constitue, aux côtés du taux de gonflage (TG) et du taux de tirage (TT), un paramètre clé dans le développement de l'orientation macromoléculaire au sein des films gonflés. Elle correspond à la zone où la gaine polymère passe de l'état fondu à l'état solide, c'est-à-dire au moment où la mobilité des macromolécules diminue fortement. La forme de la bulle juste avant cette ligne de figeage fixe donc le niveau et la direction de l'orientation des chaînes polymères qui seront définitivement gelées dans le film.

La FLH dépend directement des conditions de refroidissement de la gaine et se déplace en fonction du débit de l'extrudeuse, de la vitesse de tirage, ainsi que du débit et de la température de l'air fourni par l'anneau de refroidissement. Elle est également influencée par les propriétés thermiques et rhéologiques de la matière transformée. À taux de tirage et débit d'air constants, l'augmentation du taux de gonflage accroît le diamètre de la bulle, donc la surface d'échange thermique, et accélère l'amincissement du film : la matière se fige alors plus près de la filière, ce qui se traduit par une hauteur de figeage plus faible. À l'inverse, une augmentation du taux de tirage allonge la bulle, favorise la déformation élongationnelle et retarde l'atteinte de la température de solidification, ce qui se traduit par une FLH plus élevée.

Le réglage du débit et de la température de l'air de refroidissement contribue lui aussi à moduler cette hauteur, tout comme le caractère plus ou moins viscoélastique du polymère. En pratique, la FLH est ajustée de manière à obtenir une bulle aussi stable que possible tout en maintenant une productivité élevée. La cinématique d'étirage juste avant la FLH est comparable à celle observée en bi-étirage simultané ou séquentiel : si les chaînes disposent d'un temps suffisant pour relaxer les contraintes avant le figeage, l'orientation initialement induite en sortie de filière peut en partie se dissiper.

Il est donc nécessaire de considérer conjointement l'allure de la bulle et le rapport entre taux de tirage et taux de gonflage à la hauteur de la FLH.

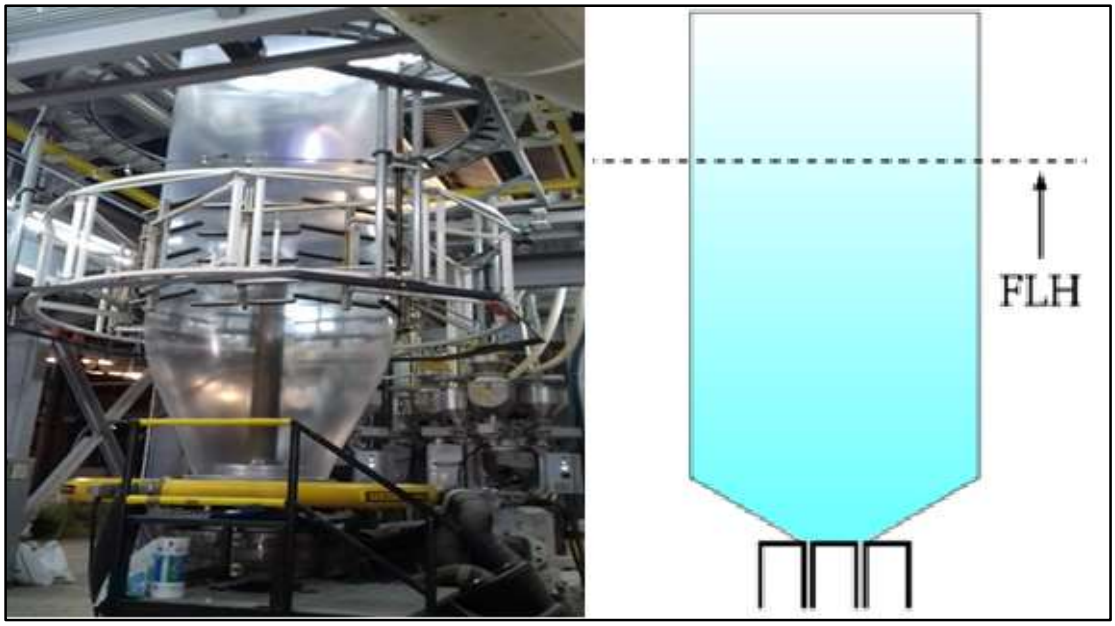


Figure 1. Représentation schématique de la forme de la bulle avant la ligne de figeage

Comme le montre le schéma de la Figure 1, la géométrie de la bulle peut favoriser davantage l'orientation longitudinale (sens machine, SL) ou transversale (ST). Dans le cas étudié, la forme de la bulle met en évidence une prédominance de l'étirage dans le sens machine avant la ligne de figeage, ce qui conduit à des films majoritairement orientés en SL pour les deux matériaux élaborés.

En ce qui concerne la transformation en extrusion-gonflage, les PEBD (LDPE) sont généralement plus faciles à mettre en œuvre que les PEBD linéaires (LLDPE), mais ils tendent à générer davantage de défauts de surface.

À l'inverse, les LLDPE seuls ne permettent pas d'obtenir une bulle suffisamment stable dans les conditions industrielles. C'est pourquoi, en pratique, LDPE et LLDPE sont le plus souvent utilisés en mélange, de manière à combiner la stabilité de la bulle, la qualité de surface et les propriétés mécaniques recherchées.

3. ANALYSE DES SPECTRES infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)

La figure 2 présente le spectre FTIR du film thermorétractable, formulé à base de polyéthylène basse densité (LDPE) et de polyéthylène linéaire basse densité (LLDPE). Cette technique confirme que l'on est bien en présence d'un polymère de type polyéthylène, mais elle ne permet pas de distinguer finement les différents grades ou architectures au sein d'une même famille : les variantes LDPE radicalaire et LLDPE linéaire présentent en effet des pics infrarouges très similaires, rendant leur différenciation spectroscopique délicate.

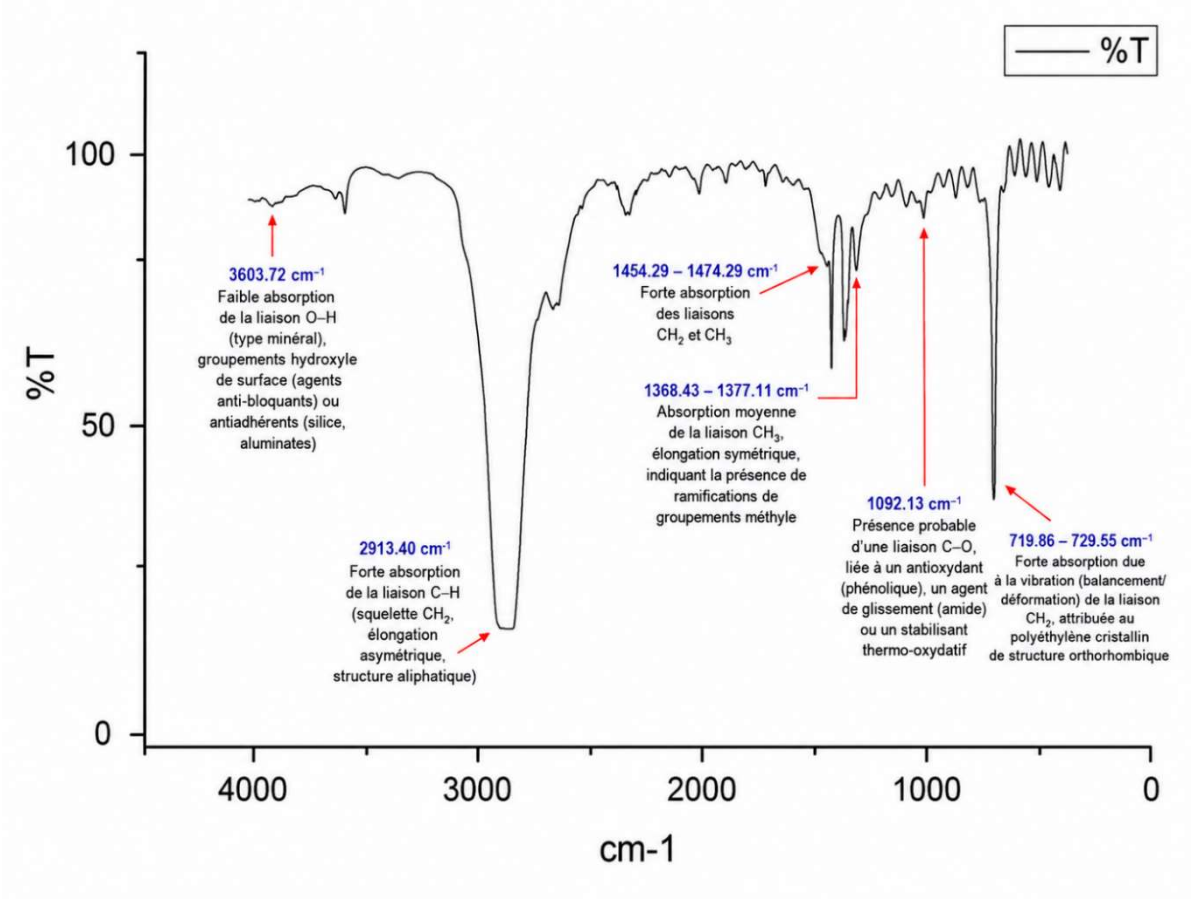


Figure 2. Spectres FTIR du film thermorétractable

Ainsi, l'FTIR fournit une signature chimique globale du matériau, sans pouvoir discriminer la qualité précise du polymère.

Le spectre met en évidence les bandes caractéristiques du polyéthylène. La large bande comprise entre 2915 et 2848 cm^{-1} est attribuée aux vibrations d'élongation asymétrique et symétrique des groupements CH/CH_2 de la chaîne aliphatique. La bande d'absorption située autour de 1454–1474 cm^{-1} correspond à la déformation des groupes CH_2, tandis que la bande voisine, observée entre 1368 et 1377 cm^{-1}, est associée à la déformation symétrique des groupements CH_2 terminaux, indiquant la présence de ramifications méthyle le long de la

chaîne. Dans la région 720–730 cm-¹, on observe des bandes intenses liées au mode de basculement (rocking) du méthylène, typiques du polyéthylène cristallin de structure orthorhombique ; le rapport d'absorbance des bandes autour de 730 et 720 cm^{-1} peut d'ailleurs être utilisé comme indicateur du degré de cristallinité.

Des bandes plus faibles complètent cette signature. Un pic autour de 1092 cm^{-1} suggère la présence de liaisons C–O, généralement associées à des additifs incorporés à la formulation (antioxydants phénoliques, agents de glissement de type amide, stabilisants thermo-oxydatifs). Enfin, une bande de faible intensité vers 3600 cm^{-1} est attribuée à la vibration O–H, traduisant la présence de groupements hydroxyle en surface, susceptibles de provenir d'agents anti-bloquants ou d'additifs minéraux de type silice/aluminates. L'ensemble de ces contributions confirme que le film thermorétractable étudié est un système à base de polyéthylène chargé en additifs fonctionnels, optimisé pour répondre aux exigences de son application d'emballage.

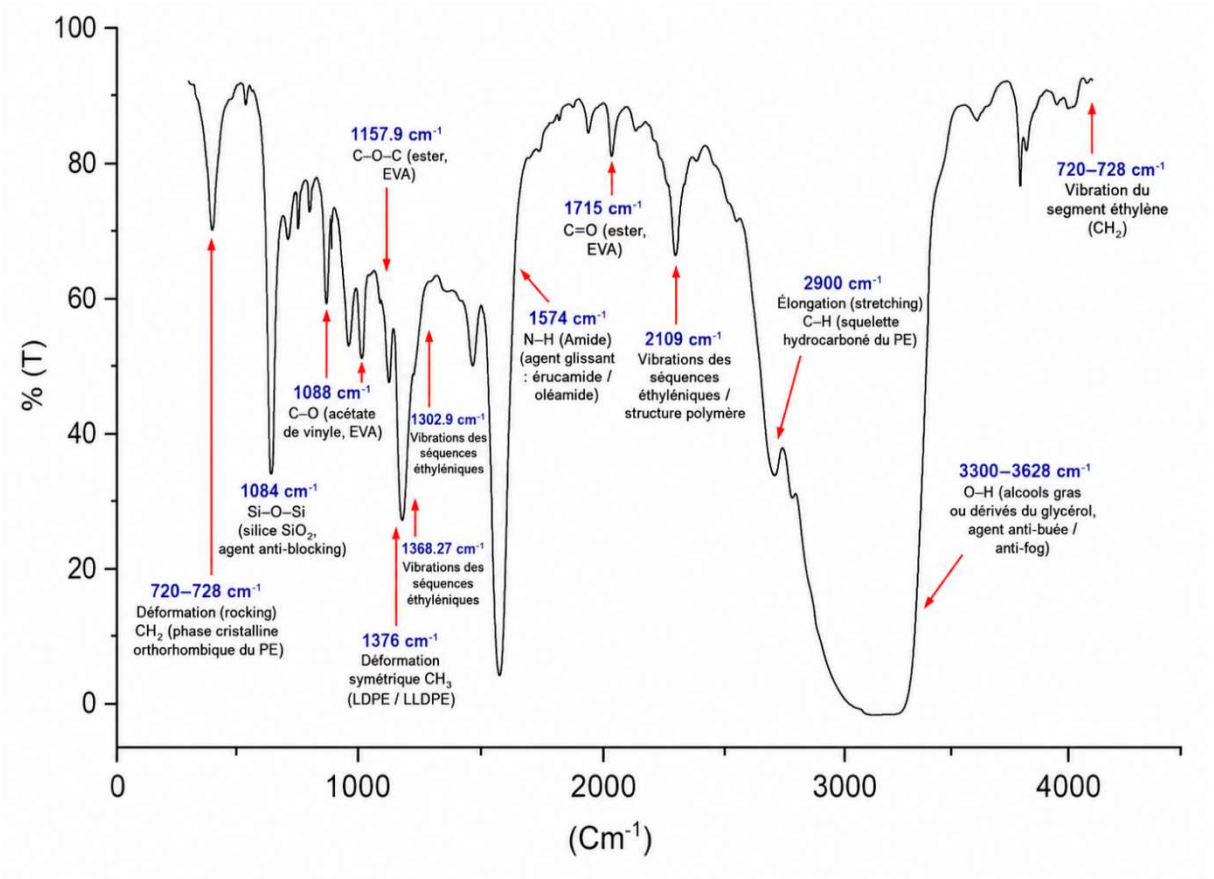


Figure 3. Spectres FTIR du film étirable

La Figure 3 représente le spectre FTIR du film étirable. On y observe les mêmes bandes caractéristiques que celles du film thermorétractable, mais avec des intensités différentes, ce qui traduit la variation de composition entre les deux films : le polyéthylène basse densité

(LDPE) et le polyéthylène basse densité linéaire (LLDPE). Ce spectre révèle également d'autres pics qui sont impérativement liés à la présence du troisième composant dans la formulation du film étirable, à savoir l'éthylène-acétate de vinyle (EVA).

Nous disposons d'observations concernant les spectres d'un film extensible présentant des bandes caractéristiques qui nécessitent la présence de la triade suivante : polyéthylène basse densité ramifié (LDPE), polyéthylène basse densité linéaire (LLDPE) et EVA. Le film est composé d'une base polymère de polyéthylène basse densité linéaire et ramifié. Nous avons observé les bandes caractéristiques du film, représentées par :

Les bandes observées à 720–728 cm^{-1} correspondent à la vibration de déformation (rocking) du groupement CH_2, caractéristique de la phase cristalline orthorhombique du polyéthylène (PEBD et PEBDL). La bande intense à 1376 cm^{-1} est attribuée à la déformation symétrique du groupement CH_3, indiquant la présence de groupes méthyles terminaux ou ramifiés propres au LLDPE ou au LDPE. Les bandes situées autour de 2900 cm^{-1} sont caractéristiques de l'élongation (stretching) des liaisons C–H du squelette hydrocarboné du polyéthylène.

La bande large observée à 1084 cm^{-1} correspond aux liaisons Si–O–Si, révélant la présence de silice (SiO_2) utilisée comme agent anti-blocking afin d'empêcher l'adhérence des couches. La large bande intense comprise entre 3300 et 3628 cm^{-1} indique la présence d'alcools gras ou de dérivés du glycérol, tels que le monostéarate de glycérol, employés pour améliorer la transparence et agir comme agents anti-buée (anti-fog) en modifiant la tension superficielle. La bande d'intensité moyenne observée à 1574 cm^{-1} correspond à la vibration de la liaison N–H (amide), mettant en évidence la présence d'un agent glissant (slip agent) tel que l'érucamide ou l'oléamide, utilisé pour contrôler le coefficient de friction (COF).

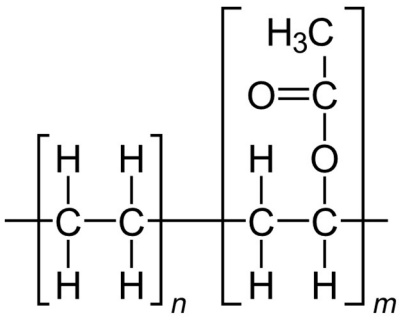


Figure 4. Acétate d'éthylène-vinyle EVA

Concernant l'identification du copolymère EVA, les absorptions observées aux nombres d'onde 1715, 1088, 1157,9 et 720 cm^{-1} sont attribuées aux groupements esters caractéristiques de l'EVA. Plus précisément, la bande à 1088 cm^{-1} correspond à la vibration

d'élongation de la liaison C–O de l'acétate de vinyle, tandis que celle à 1715 cm^{-1} est associée à la vibration d'élongation du groupement carbonyle (C=O) de l'ester. La bande située à 720 cm^{-1} est quant à elle liée à la vibration du segment éthylène (CH_2). D'autre part, les bandes localisées à 1302,9, 1368,27, 2109 et 2208,21 cm^{-1} se rapportent aux vibrations des séquences éthyléniques et aux différentes caractéristiques de la structure polymère.

4. PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES DES DEUX FILMS

Les résultats de la spectroscopie infrarouge et des analyses structurales ont permis de confirmer la nature des polymères utilisés et de préciser certains aspects de leur microstructure et de leur cristallinité. Ces informations restent toutefois insuffisantes pour prédire, à elles seules, le comportement des films en conditions réelles d'utilisation. Il est donc nécessaire de compléter cette approche par une étude approfondie de leurs performances mécaniques.

Dans cette optique, des essais de traction et de rétraction ont été mis en œuvre afin de quantifier la réponse des films sous sollicitation, aussi bien en sens machine (SL/MD) qu'en sens transverse (ST/TD). Les essais de traction permettent d'évaluer des paramètres tels que le module d'Young, la contrainte et l'allongement à la rupture, tandis que les tests de rétraction caractérisent la capacité du film à se contracter sous l'effet de la chaleur, propriété essentielle pour les applications de suremballage et de maintien de charge. L'analyse conjointe de ces essais offrira une vision globale du compromis rigidité/ductilité/rétractabilité et permettra de comparer de manière objective les performances du film thermorétractable et du film étirable au regard de leurs usages industriels respectifs.

4.1. TEST DE RÉTRACTION

Le retrait après chauffage doit être déterminé conformément aux principes de la norme EN ISO 11501. Ce test est spécifique au film thermorétractable et ne s'applique pas au film étirable, la propriété de rétraction étant essentiellement caractéristique du premier.

Avant de pouvoir comparer finement les comportements des deux matériaux, il est nécessaire de décrire précisément la procédure expérimentale retenue pour l'évaluation de la rétraction thermique du film thermorétractable. Cette étape méthodologique garantit la reproductibilité des mesures et la comparabilité des résultats avec les exigences normatives.

Le mode opératoire ci-après détaille ainsi les conditions de mise en température, les modalités de prélèvement et de conditionnement des éprouvettes, ainsi que la manière dont les dimensions finales sont relevées après traitement thermique. Il constitue la base des calculs du taux de rétraction dans les directions longitudinale et transversale, paramètres clés pour

apprécier l'aptitude du film à se contracter de manière homogène lors de son utilisation industrielle.

- Procéder au réchauffement du bain d'huile jusqu'à 130 °C ;
- Prélever, dans un échantillon récupéré en aval, des éprouvettes (3 échantillons) à l'aide d'un gabarit en métal (10x10cm) uniformément tout au long de la laize en respectant le sens d'extrusion ;
- Noter la direction de ce dernier.
- Plonger l'éprouvette perpendiculairement à la surface du bain soit sous l'action de sa propre masse, soit en la lestant légèrement en cas de besoin ; pour obtenir une immersion rapide et par suite, une rétraction homogène ;
- Maintenir les éprouvettes dans le bain pendant un temps de 120 s ± 5 s ;
- Extraire avec précaution l'éprouvette du bain en la prenant par l'une des extrémités à l'aide d'une pince brucelles, la poser à plat sur une feuille de papier filtre, jusqu'au refroidissement à la température de la salle de préparation ;
- Mesurer les nouvelles dimensions des éprouvettes dans les deux sens longitudinal et transversal.



Figure 5. Test de rétraction du film thermorétractable

Le taux de variation dimensionnelle est donné par la formule :

$$T = 10 - \frac{L_1 + L_2 + L_3}{3} * 100$$

T: est le taux de variation dimensionnelle.

L_1, L_2, L_3: sont respectivement les distances des éprouvettes après rétraction.



Figure 6. Eprouvettes du films thermorétractable après rétraction

Le tableau suivant récapitule le calcul des taux de variation dimensionnelle dans les deux sens, longitudinal et transversal comme suit :

Tableau 3. Calcul des taux de variation dimensionnelle du film thermorétractable

	L_1 (cm)	L_2 (cm)	L_3 (cm)	T (%)
Sens longitudinal	2	2.4	2.1	78.4
Sens transversal	7.9	7.2	8.3	22

D'après les résultats de cet essai thermique, une valeur de rétraction de 78,4% a été mesurée dans le sens longitudinal, conforme à la norme (70 à 80%), tandis que la rétraction transverse (22%) se situe également dans la plage normative (20 à 30%).

Ce comportement traduit une orientation macromoléculaire nettement plus marquée en sens machine qu'en sens transverse, ce qui est typique d'un film thermorétractable issu d'un procédé d'extrusion-gonflage où le taux de tirage longitudinal est supérieur au taux de gonflage. Sous l'effet de la chaleur, les chaînes de polyéthylène, fortement étirées lors de la fabrication, tendent à retrouver un état plus désorienté et se contractent donc davantage dans la direction où l'orientation initiale était la plus forte (d'où la rétraction élevée en SL) et plus modérément dans l'autre direction. La formulation à base de PEBD radicalaire et de PEBD linéaire (LLDPE) joue également un rôle clé : les chaînes plus linéaires du LLDPE s'orientent et stockent l'énergie d'étirage, tandis qu'un degré de cristallinité modéré permet à la fois de mémoriser cette orientation et de conserver une certaine élasticité, ce qui adoucit la rétraction et évite un comportement cassant. L'anisotropie observée (78,4% en SL contre 22% en ST) reflète ainsi le compromis recherché pour l'application de fardelage : une forte rétraction longitudinale pour assurer un bon serrage du fardeau, associée à une rétraction transverse suffisante mais non excessive pour enserrer le produit sans générer de plis, de déchirures ou de déformations indésirables.

4.2. TESTS DE TRACTION

Nous analysons le comportement mécanique de nos matériaux d'emballage à partir de courbes contrainte–déformation, qui relient la contrainte appliquée à l'allongement (déformation) mesuré sur un échantillon. Les essais sont réalisés avec un appareil imposant un taux de déformation lent et constant, un capteur de force enregistre simultanément l'effort nécessaire pour produire cette déformation.

La résistance à la traction peut être définie soit à la limite d'élasticité, soit au point de rupture plastique, pour l'ensemble de nos échantillons, les courbes observées correspondent au second cas : la résistance est atteinte au point de rupture plastique. Ce comportement entraîne l'importance d'autres paramètres, notamment la limite d'élasticité et la contrainte au point d'élasticité, qui caractérisent respectivement le seuil au-delà duquel la déformation n'est plus réversible et la contrainte associée à ce seuil.

Les courbes obtenues, mesurées à faibles vitesses de déformation, fournissent une représentation graphique claire de la réponse du matériau sous traction et permettent d'identifier des régions et points d'intérêt (module d'élasticité initial, limite d'élasticité, allongement à la rupture, énergie d'absorption, etc.). Pour assurer la représentativité des résultats, le même essai a été réalisé sur plusieurs éprouvettes (quatre essais) et les valeurs moyennes ont été retenues comme caractéristiques de l'échantillon testé.

En ce qui suit une série complète d'essais de traction sur les deux films élaborés (thermorétractable FT et étirable FE), en longitudinal et en transversale, et montre globalement des matériaux très déformables, faiblement élastiques, à comportement viscoélastique marqué et fortement anisotropes.

Les essais de traction longitudinale réalisés sur le film thermorétractable (Figure 7, Tableau 4) mettent en évidence un matériau présentant une résistance modérée et une très grande capacité d'allongement. La force maximale moyenne obtenue est d'environ 19,8 N, correspondant à un pic de contrainte de l'ordre de 20 MPa, ce qui traduit une tenue correcte du film face à un effort de traction. La déformation au pic atteint en moyenne plus de 500%, ce qui montre que le film peut s'allonger de plusieurs fois sa longueur initiale avant de rompre. En revanche, l'allongement élastique est très faible, ce qui signifie que la zone de comportement purement réversible est limitée : dès que la contrainte dépasse la limite d'élasticité, la déformation devient essentiellement plastique et n'est plus récupérable. Le module d'Young moyen reste modéré, avec une variabilité notable entre essais, ce qui suggère une légère hétérogénéité de la microstructure (orientation, cristallinité, défauts locaux) au sein du film.

Globalement, ces résultats montrent un matériau faiblement élastique mais fortement ductile en traction longitudinale.

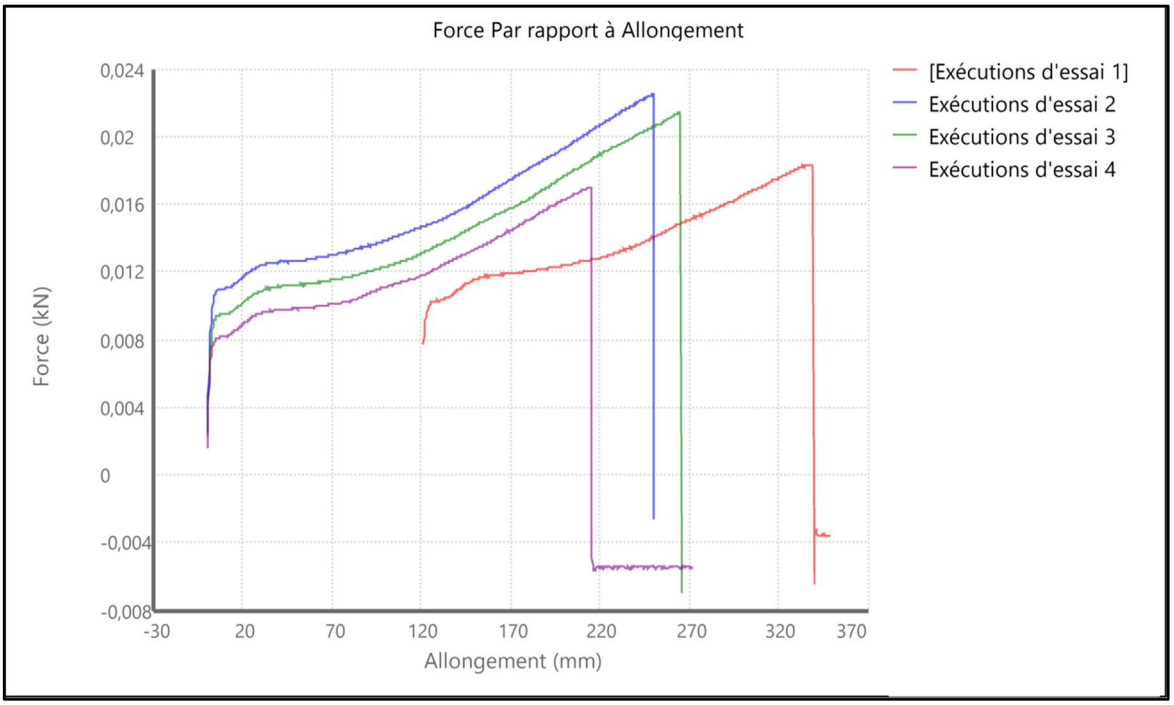


Figure 7. Courbes contrainte-déformation longitudinale du film thermorétractable (Annexe K)

Les résultats obtenus à partir des courbes précédentes se résument sur le tableau suivant (tableau 4) :

Tableau 4. Tableau récapitulatif des tests de traction longitudinale du film thermorétractable (Annexe K)

Nom	Largeur (mm)	Épaisseur (µm)	Force maximale (N)	Pic de contrainte (MPa)	Module (MPa)	Déformation au pic (%)
Essai 01	13,000	75,000	18,341	18,81	4,049	663,682
Essai 02	13,000	75,000	22,464	23,04	215,021	491,142
Essai 03	13,000	75,000	21,364	21,91	184,047	520,324
Essai 04	13,000	75,000	16,963	17,40	207,799	421,285
Moyenne	13,000	75,000	19,783	20,29	152,729	524,108
Ecart type	0,000	0,000	2,564	2,63	99,999	101,906

Les essais menés en traction transversale sur le même film thermorétractable (Figure 8, Tableau 5) confirment et accentuent ce comportement ductile. La force maximale moyenne est voisine de celle obtenue en longitudinal, mais la déformation au pic est nettement plus élevée,

avec un allongement moyen avoisinant 780%. Le module moyen est plus important et plus homogène que dans le sens longitudinal, ce qui indique une raideur initiale légèrement supérieure dans cette direction. La combinaison d'un allongement très élevé et d'un allongement élastique toujours faible traduit un matériau à prédominance plastique, capable de supporter de très grandes déformations irréversibles avant rupture.

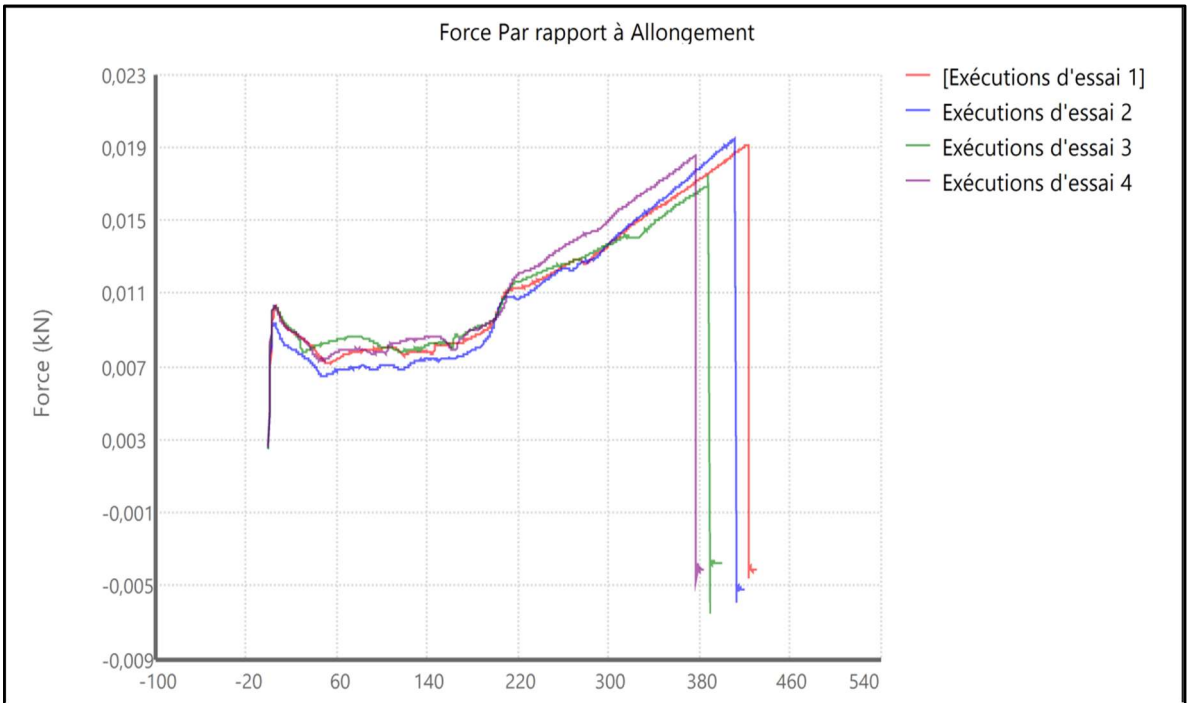


Figure 8. Courbes contrainte-déformation transversale du film thermorétractable (Annexe L)

Les résultats obtenus à partir des courbes précédentes se résument sur le tableau suivant (tableau 5) :

Tableau 5. Tableau récapitulatif des tests de traction transversale du film thermorétractable (Annexe L)

Nom	Largeur (mm)	Épaisseur (µm)	Force maximale (N)	Pic de contrainte (MPa)	Module (MPa)	Déformation au pic (%)
Essai 01	13,000	75,000	19,134	19,62	152,963	832,208
Essai 02	13,000	75,000	19,451	19,95	223,321	810,663
Essai 03	13,000	75,000	16,897	17,33	243,820	765,653
Essai 04	13,000	75,000	18,605	19,08	245,237	743,675
Moyenne	13,000	75,000	18,522	19,00	216,335	788,050
Ecart type	0,000	0,000	1,138	1,17	43,419	40,547

La différence entre les deux directions (longitudinale et transversale) met en évidence une forte anisotropie liée à l'orientation des chaînes de polymère et à la nature semi-cristalline du système (LDPE/LLDPE). Cette anisotropie se traduit par une meilleure aptitude à l'allongement dans le sens transversal, ce qui est cohérent avec les conditions de mise en forme et d'orientation du film.

Pour le film étirable, les essais de traction longitudinale (Figure 9, Tableau 6) montrent une résistance mécanique nettement supérieure à celle du film thermorétractable.

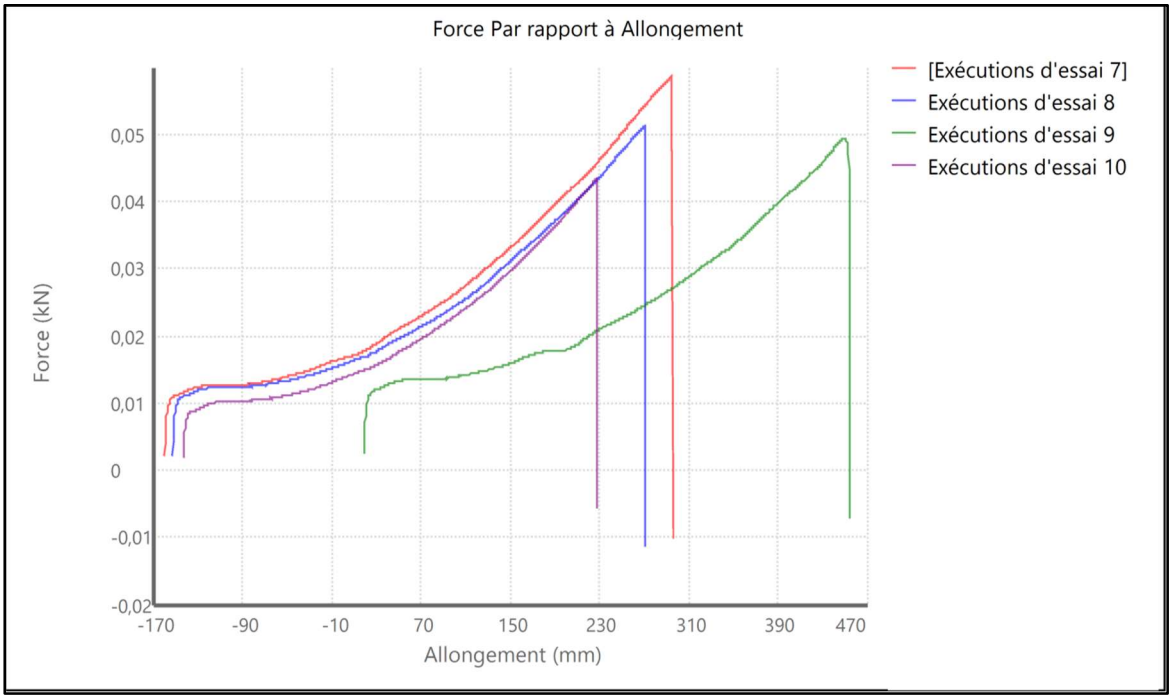


Figure 9. Courbes contrainte-déformation longitudinale du film étirable (Annexe M)

Les résultats obtenus à partir des courbes précédentes se résument sur le tableau suivant (tableau 6) :

Tableau 6. Tableau récapitulatif des tests de traction longitudinale du film étirable (Annexe M)

Nom	Largeur (mm)	Épaisseur (µm)	Force maximale (N)	Pic de contrainte (MPa)	Module (MPa)	Déformation au pic (%)
Essai 01	13,000	160,000	58,722	28,23	4,889	581,153
Essai 02	13,000	160,000	51,283	24,66	4,627	533,826
Essai 03	13,000	160,000	49,431	23,76	9,790	884,961
Essai 04	13,000	160,000	43,619	20,97	4,647	450,000
Moyenne	13,000	160,000	50,764	24,41	5,988	612,485
Ecart type	0,000	0,000	6,230	3,00	2,537	189,572

La force maximale moyenne dépasse 50 N, avec un pic de contrainte d'environ 24 MPa, ce qui traduit une meilleure capacité du film à supporter des charges importantes. La déformation au pic se situe en moyenne autour de 600%, avec toutefois une dispersion assez marquée entre éprouvettes, certains essais atteignant des allongements très élevés. Comme pour le film thermorétractable, l'allongement élastique reste faible, ce qui signifie que la majeure partie de la déformation est irréversible. Ce comportement est cohérent avec la fonction du film étirable, qui est conçu pour être étiré autour du produit afin de générer une tension résiduelle et assurer un maintien efficace : le matériau doit pouvoir se déformer de manière importante sans casser, même si cette déformation n'est pas totalement récupérable.

Les essais de traction transversale du film étirable (Figure 10, Tableau 7) mettent encore plus en évidence la très grande extensibilité de ce matériau.

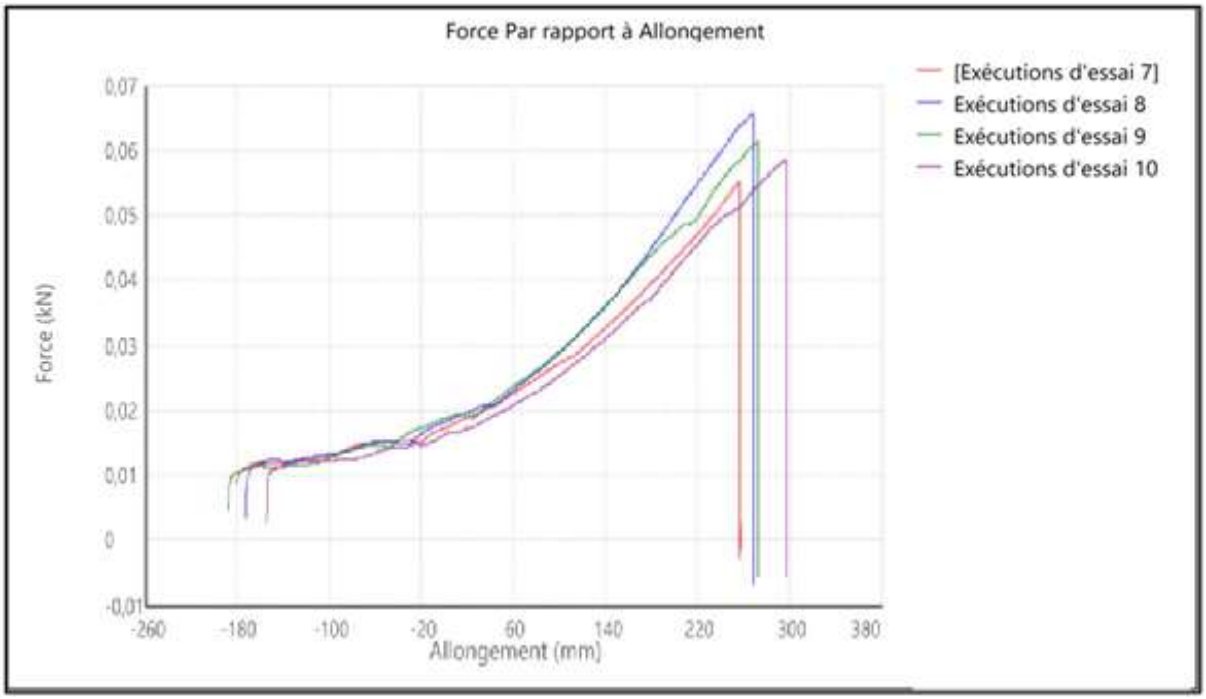


Figure 10. Courbes contrainte-déformation transversale du film étirable (Annexe N)

Les résultats obtenus à partir des courbes précédentes se résument sur le tableau suivant (tableau 7) :

Tableau 7. Tableau récapitulatif des tests de traction transversale du film étirable (Annexe N)

Nom	Largeur (mm)	Épaisseur (µm)	Force maximale (N)	Pic de contrainte (MPa)	Module (MPa)	Déformation au pic (%)
Essai 01	13,000	170,000	34,328	15,53	21,702	986,881
Essai 02	13,000	170,000	38,068	17,23	60,896	1002,512
Essai 03	13,000	170,000	26,322	11,91	100,814	900,550
Essai 04	13,000	170,000	18,826	8,52	103,117	900,310

La déformation au pic atteint en moyenne près de 950%, ce qui signifie que le film peut presque multiplier par dix sa longueur initiale avant de rompre, avec toutefois une variabilité non négligeable. La contrainte maximale est plus faible que dans le sens longitudinal, et le module moyen augmente, traduisant une différence de raideur et de résistance selon la direction de sollicitation. Là encore, la zone élastique reste très limitée, confirmant le caractère faiblement élastique mais fortement ductile et viscoélastique du film. Ces résultats s'expliquent par l'orientation particulière imposée au film étirable lors de sa fabrication : l'orientation biaxiale, éventuellement plus marquée dans une direction, permet d'augmenter la résistance à la traction et le module, mais n'améliore pas systématiquement l'allongement ni la propagation des déchirures. Dans le cas présent, l'architecture choisie privilégie une très grande extensibilité, notamment dans le sens transversal, afin de répondre aux exigences fonctionnelles d'un film étirable de conditionnement.

En synthèse, l'ensemble des résultats obtenus sur les deux films montre des matériaux à comportement viscoélastique et ductile, caractérisés par une très faible part de déformation élastique et une forte capacité d'allongement avant rupture. Le film thermorétractable présente une résilience faible et une anisotropie marquée, avec un allongement plus important en transversal, en lien avec sa structure semi-cristalline et son mode d'orientation. Le film étirable, quant à lui, combine une résistance plus élevée à une extensibilité extrême, particulièrement dans le sens transversal, ce qui correspond à sa vocation d'assurer un enroulement serré et stable autour des produits. Ces observations confortent le lien entre formulation, procédé d'orientation et propriétés mécaniques, et permettent de mieux comprendre le comportement de ces films en conditions d'utilisation industrielle.

4.3. TESTS DE FRICTION

Les figures 8 et 9 présentent les courbes issues des essais de friction réalisés respectivement sur le film thermorétractable et le film étirable. La friction y est définie comme

la force s'exerçant entre deux surfaces en contact, ici notre film plastique contre un chariot chargé, tandis que le glissement correspond à la situation inverse : ainsi, un coefficient de friction (COF) élevé se traduit par un faible pouvoir de glissement. Les essais de friction ont été effectués sur quatre éprouvettes, et la moyenne des valeurs obtenues a été retenue comme représentative de chaque échantillon. Les principaux résultats déduits des courbes (Figure 11, 12) qui donnent l'évolution de la force de friction en fonction du temps ou du déplacement sont synthétisés numériquement dans les tableaux (8, 9) suivants :

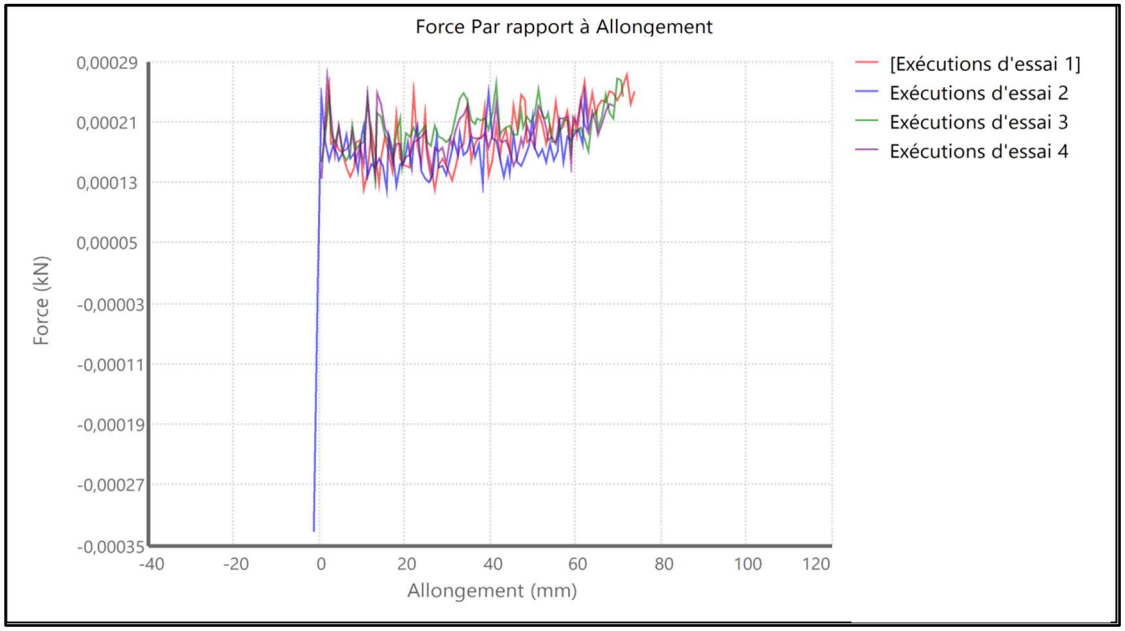


Figure 11. Courbes de friction du film thermorétractable (Annexe O)

Tableau 8. Tableau récapitulatif des tests de friction du film thermorétractable (Annexe O)

Nom	Force statique (N)	COF statique (sans unité)	Force dynamique (N)	COF dynamique (sans unité)
Essai 01	0,258	0,132	0,202	0,103
Essai 02	0,242	0,123	0,174	0,089
Essai 03	0,241	0,123	0,210	0,107
Essai 04	0,269	0,137	0,195	0,100
Moyenne	0,253	0,129	0,195	0,100
Ecart type	0,014	0,007	0,015	0,008



Figure 12. Courbes de friction du film étirable (Annexe P)

Tableau 9. Tableau récapitulatif des tests de friction du film étirable (Annexe P)

Nom	Force statique (N)	COF statique (sans unité)	Force dynamique (N)	COF dynamique (sans unité)
Essai 01	0,868	0,442	0,669	0,341
Essai 02	0,680	0,347	0,417	0,213
Essai 03	0,338	0,172	0,289	0,147
Essai 04	0,614	0,313	0,306	0,156
Moyenne	0,625	0,319	0,420	0,214
Ecart type	0,220	0,112	0,175	0,089

Les essais de coefficient de friction, défini comme le rapport entre la force de friction maximale et la force normale appliquée, permettent de caractériser le comportement au frottement de nombreux matériaux. Ce coefficient traduit en pratique la facilité avec laquelle deux surfaces, souvent de nature différente, peuvent glisser l'une sur l'autre. Grandeur sans dimension, il correspond à la force nécessaire pour entraîner le glissement divisé par la force perpendiculaire exercée sur la surface. Une valeur faible du COF indique des surfaces plus lisses, offrant une résistance réduite au mouvement de glissement.

Les polymères employés pour fabriquer des films sont généralement évalués au sec à l'aide d'un chariot chargé de façon calibrée. Les résultats couramment fournis pour le COF sont :

❖ Coefficient de friction statique : la friction statique est la force qui maintient un objet immobile jusqu'au point où il commence à bouger. Le COF statique correspond donc à la force maximale initiale nécessaire pour mettre en mouvement le chariot, divisée par le poids du chariot.

❖ Coefficient de friction cinétique : une fois la friction statique dépassée, la friction cinétique, la force qui s'oppose au mouvement continu, intervient. Le COF cinétique se calcule en divisant la charge moyenne mesurée pendant le test par le poids du chariot portant l'autre matériau.

Les essais de friction réalisés sur les deux films multicouches ont permis de quantifier leur comportement au glissement à partir des coefficients de friction statique et dynamique. Ces paramètres, obtenus en divisant la force de friction mesurée par la force normale appliquée, reflètent directement la résistance au mouvement relatif entre le chariot lesté et la surface des échantillons. Un coefficient de friction (COF) faible traduit une aptitude élevée au glissement, tandis qu'une valeur élevée indique une surface plus adhérente, peu favorable au déplacement relatif.

Pour le film thermorétractable (FT), les essais montrent des coefficients moyens de friction statique et dynamique respectivement égaux à environ 0,129 et 0,100. Les forces correspondantes sont de l'ordre de 0,253 N en statique et 0,195 N en dynamique. Les écarts types très faibles associés à ces valeurs témoignent d'une bonne reproductibilité des mesures et d'une homogénéité satisfaisante de l'état de surface du film. Globalement, ces résultats indiquent que le film FT présente une surface relativement lisse, offrant une faible résistance au démarrage puis au maintien du mouvement de glissement.

À l'inverse, le film étirable (FE) se caractérise par des coefficients de friction sensiblement plus élevés, avec des moyennes d'environ 0,319 en statique et 0,214 en dynamique. Les forces de friction associées atteignent respectivement 0,625 N et 0,420 N. Les écarts types plus importants traduisent une dispersion plus marquée des valeurs, suggérant une certaine hétérogénéité de la surface ou une sensibilité accrue aux conditions locales de contact lors des essais. Ces résultats montrent que le film FE oppose une résistance plus forte au glissement, tant au moment de l'initiation du mouvement qu'en régime permanent.

La comparaison directe des deux matériaux met en évidence que le film étirable présente des coefficients de friction statique et dynamique environ deux à trois fois supérieurs à ceux du film thermorétractable. Ce contraste est cohérent avec la fonction d'usage de chaque film. Le film thermorétractable, destiné à être d'abord mis en place puis rétracté sous l'action de la

chaleur, bénéficie d'une surface moins accrocheuse, permettant un bon défilement en machine et limitant les phénomènes de blocage ou de bourrage lors des opérations d'emballage.

À l'inverse, le film étirable est conçu pour la stabilisation des charges par enroulement autour des palettes ou des colis, sans étape de rétraction thermique. Dans cette configuration, un niveau de friction plus élevé entre les spires de film et entre le film et la marchandise est recherché, afin d'améliorer l'accrochage et de limiter tout glissement relatif pendant le stockage et le transport. Les valeurs importantes de COF mesurées pour le film FE traduisent donc une adhérence fonctionnelle, compatible avec son rôle de gaine de maintien.

Les différences observées entre les deux films peuvent être reliées à la fois à la formulation des couches externes (nature des résines, contenu en EVA ou en agents collants de type PIB, présence éventuelle d'additifs glissants) et aux paramètres de mise en œuvre par extrusion-gonflage, qui conditionnent la rugosité de surface et la distribution des additifs à l'interface air/film. Ainsi, une surface plus lisse et éventuellement enrichie en agents de glissement conduira à un COF faible, comme observé pour le film thermorétractable, alors qu'une surface plus riche en agents collants ou présentant une rugosité plus marquée favorisera l'augmentation des coefficients de friction, comme c'est le cas pour le film étirable.

En résumé, les essais de friction confirment que les deux films FT et FE présentent des comportements de glissement nettement différenciés, en adéquation avec leurs cahiers des charges fonctionnels respectifs :

- ✓ Le film thermorétractable se distingue par une faible friction et une grande homogénéité de surface, favorables au déroulement et aux opérations de thermo rétraction ;
- ✓ Le film étirable affiche des coefficients de friction plus élevés, offrant un bon niveau d'adhérence entre spires et une meilleure stabilité des charges palettisées.

5. INTERPRETATION DES DONNEES D'ANALYSE ATG

5.1. Cas du film étirable

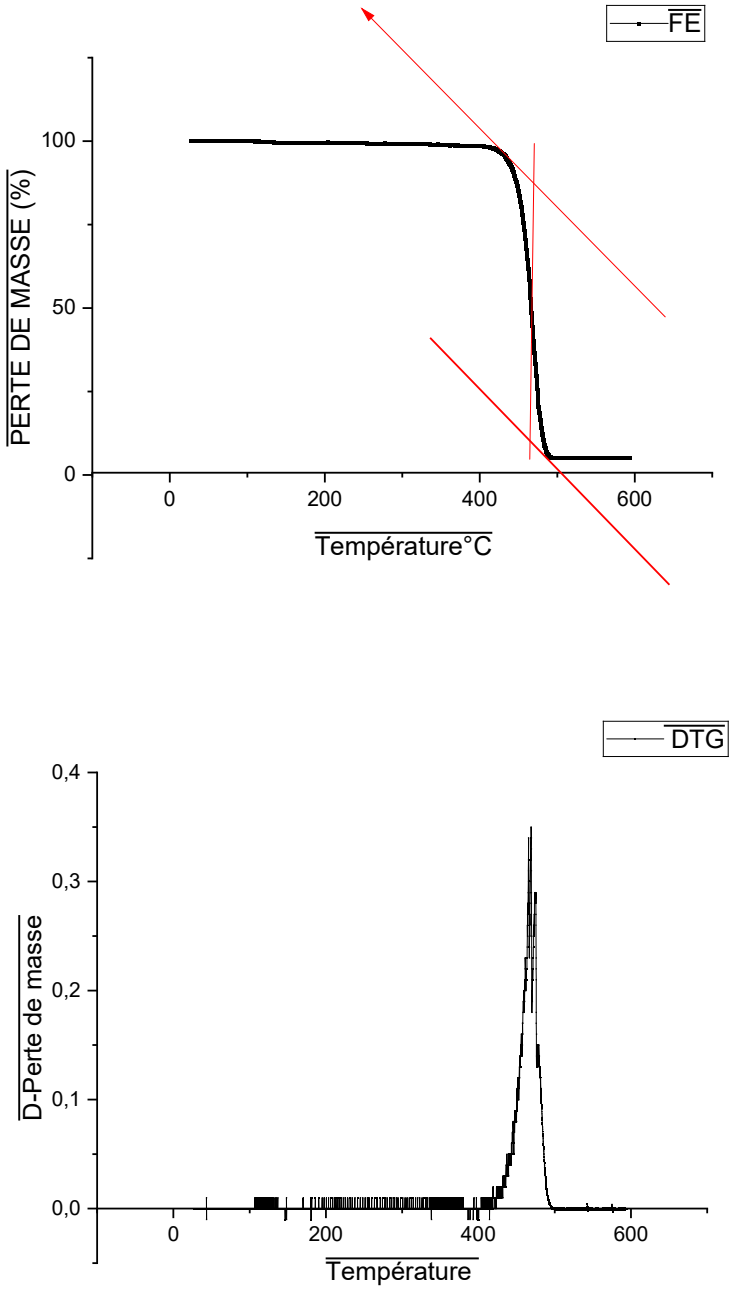


Figure 13. therm ogramme ATG/DTG du film étirable

L'analyse thermogravimétrique (ATG) met en évidence une excellente stabilité thermique du film jusqu'à environ 400 °C. En effet, la courbe ATG montre que la masse de l'échantillon demeure pratiquement constante, proche de 100 %, depuis le début de l'essai jusqu'à cette température, ce qui traduit l'absence de perte de composés volatils et l'absence de

dégradation thermique significative. Cette stabilité est confirmée par la courbe dérivée (DTG), qui reste quasiment nulle jusqu'à environ 413 °C, témoignant d'une grande inertie thermique et de la résistance des liaisons chimiques constituant le film. Au-delà de cette température, une dégradation thermique progressive s'amorce, puis s'accélère fortement pour atteindre son intensité maximale à 468,87 °C. Cette température correspond au pic principal de la courbe DTG, c'est-à-dire au point où la vitesse de perte de masse est la plus élevée. Sur la courbe ATG, elle coïncide avec la zone de pente la plus prononcée, traduisant une rupture massive des chaînes moléculaires et une décomposition rapide de la structure du matériau. Ainsi, la valeur de 468,87 °C constitue une véritable empreinte thermique caractéristique du film et représente sa limite de résistance thermique extrême.

En revanche, au-delà de 415 °C, les phénomènes de dégradation deviennent irréversibles et culminent à 468,87 °C, conduisant finalement à une perte de masse d'environ 95 % et ne laissant qu'un faible résidu de l'ordre de 5 %. Ces résultats confirment les excellentes performances thermiques du film et son aptitude à fonctionner dans des environnements soumis à des températures élevées.

L'analyse de la figure jointe, intitulée « Dérivée de la plage de température de transition vitreuse », révèle que l'intervalle de température étudié se concentre sur une plage spécifique. En se basant sur les thermogrammes disponibles du film (courbes ATG et DTG), les données thermiques mettent en évidence une stabilité thermique élevée à basses et moyennes températures, la masse de l'échantillon restant quasi constante à **100 %** jusqu'à environ **400°C**. Suite à cela, la principale étape de dégradation commence par une perte de masse nette et significative entre **415°C** et **491°C**, reflétant le processus de décomposition thermique des composants principaux du film.

De plus, la courbe thermogravimétrique dérivée (DTG) permet de déterminer que la vitesse maximale de décomposition se produit à une température d'environ **468°C**, ce qui correspond au pic observé sur la courbe, l'activité de décomposition notable débutant vers **413°C** pour s'achever aux alentours de **500°C**. Enfin, après la fin du processus de décomposition thermique et la stabilisation de la courbe au-delà de **500°C**, il subsiste une très faible quantité de résidu final (cendres ou résidu carboné) estimée à environ **5 %** de la masse initiale. Cela démontre que ce film se caractérise par sa capacité à résister à des températures allant jusqu'à **400°C** avant d'entamer une décomposition rapide, celle-ci étant majoritairement achevée avant d'atteindre **500°C.**

La faible quantité de résidu (≈ 5 %) indique que la gaine étirable est principalement constituée de matière organique, avec une proportion limitée de charges minérales ou d'additifs inorganiques. La température correspondant à la vitesse maximale de décomposition (pic DTG à environ 468 °C) constitue ainsi un indicateur pertinent pour comparer la stabilité thermique de cette gaine par rapport à d'autres films polymériques.

6. INTERPRETATION DES DONNEES D'ANALYSE DSC

6.1. Cas du film étirable

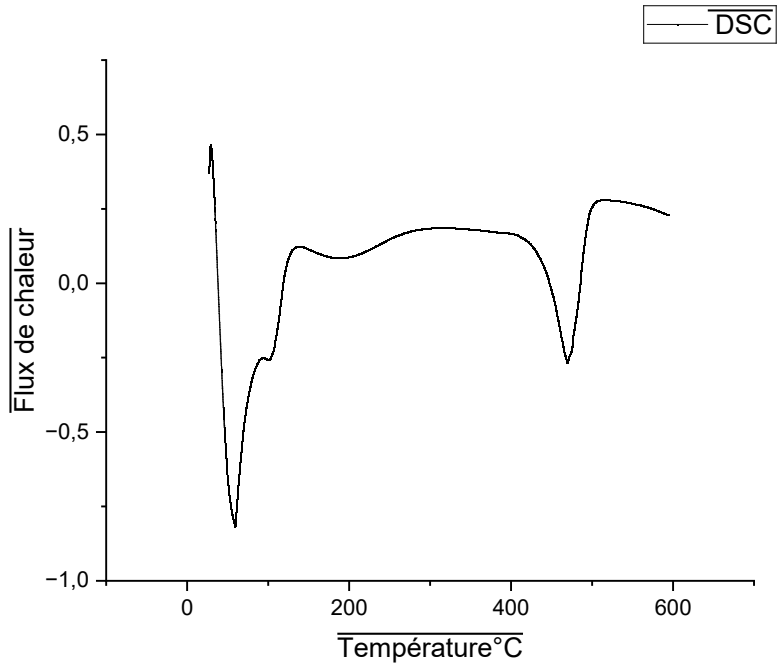


Figure 14. thermogramme DSC du film étirable.

Ce graphe présente un thermogramme de calorimétrie différentielle à balayage (DSC) analysant le comportement thermique d'un film étirable soumis à des variations de température. Le graphique illustre la relation entre le flux thermique, mesuré en watts par gramme (W/g), et l'élévation de la température jusqu'à **600°C**. On s'intéresse seulement aux parties de graphe inferieures à la température onset de dégradation aux alentours de 416. Un pic exothermique suivi d'un pic endothermique distincts sont observés, indiquant des transitions physiques significatives au sein du matériau. Le premier phénomène se produit à de basses températures, tandis que le second apparaît nettement aux alentours de 160°C. Le premier phénomène correspond à la cristallisation qui est une modification de la structure physique qui entraîne une augmentation du degré de cristallisation et de l'épaisseur des lamelles, ainsi que la perfection de la structure cristalline. Pendant la cristallisation, dans la

zone de transition entre les structures cristallines existantes et les régions amorphes, de nouvelles structures ordonnées (cristallites) se développent. Ces cristaux nouvellement formés peuvent être différenciés des cristaux préexistants grâce à leur température de fusion plus basse.

Ces données permettent de déterminer les seuils de transition ainsi que la stabilité thermique propre à ce polymère, constituant ainsi un guide technique essentiel pour caractériser les propriétés thermodynamiques du matériau étudié. Le deuxième phénomène endothermique correspondant a la transition de la phase caoutchouteuse vers la phase visqueuse qui est la fusion des zones cristallines est bien claire par un pic large aux alentours de 150**°C**, ce qui est en accord avec l'analyse thermogravimétrique (ATG).

Par la suite, une stabilité intermédiaire se maintient entre environ **150°C** et **400°C** ; le flux thermique y reste relativement stable, ce qui indique l'absence de transitions de phase majeures ou de réactions chimiques exothermiques ou endothermiques statistiquement significatives dans cette plage thermique. De plus, la présence d'un second pic endothermique à haute température est marquée par une seconde baisse distincte apparaissant entre **400°C** et **500°C**, avec une valeur minimale vers **475°C**, reflétant la décomposition thermique ou la dégradation (pyrolyse) des chaînes polymères du film à ces températures élevées.

Une analyse supplémentaire (Figure 15) montre que la Tg du film thermorétractable est aux alentours de -22**°C** qui est conforme avec son état caoutchouteux a la température

ambiante, et que la température de cristallisation apparait à **120 °C.**

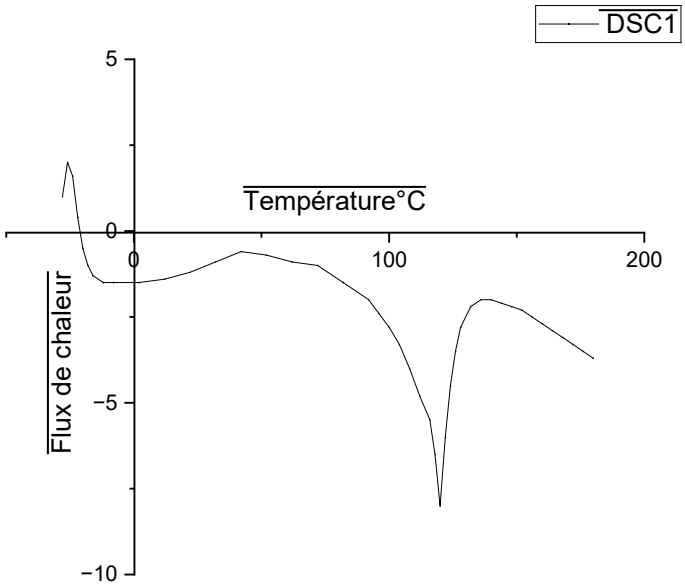


Figure 15. analyse supplémentaire thermogramme DSC du film étirable.

6.2. Cas Du Film Thermorétractable

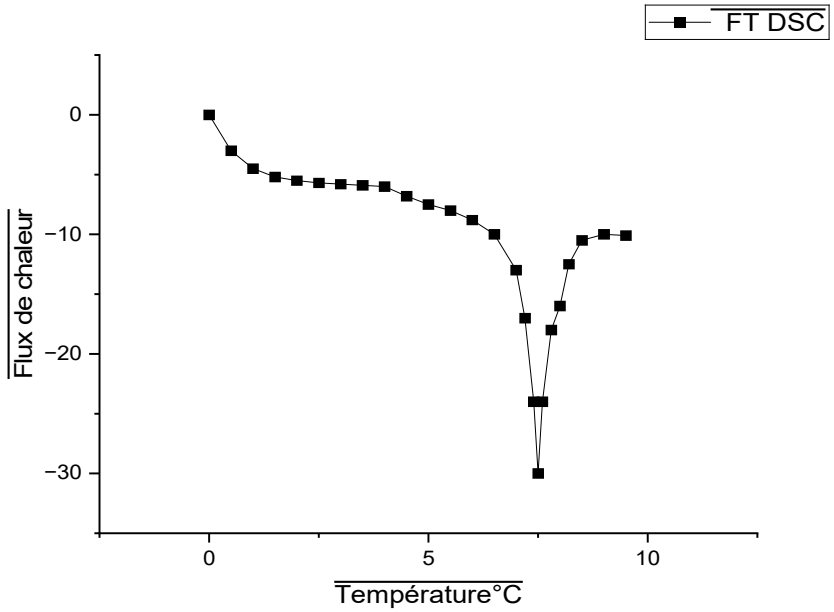


Figure 16. Thermogramme DSC du film thermorétractable

Ce graphe présente les résultats d'une analyse par calorimétrie différentielle à balayage (DSC) réalisée sur un film thermorétractable. Le graphique illustre les variations du flux thermique, mesuré en milliwatts (mW), en fonction de la température avec un taux de chauffage de 20**°C**. Une crête en double pics exothermique nette est observée aux alentours de 120**°C**, indiquant une transition de phase de cristallisation du matériau. La présence de ce « double pic » ou de cette forme complexe suggère fortement que le film n'est pas composé d'un unique polymère pur, mais très probablement d'un mélange de polymères ou d'un polymère présentant différentes distributions de masses moléculaires. Il pourrait s'agir, par exemple, d'un mélange de polyéthylène basse densité (PEBD / LDPE) et de polyéthylène basse densité linéaire (PEBDL / LLDPE), ce qui constitue une formulation classique pour les films thermorétractables afin d'optimiser la transparence, la résistance mécanique et la température de rétraction.

L'absence de la Tg sur le graphe indique que la transition thermique du film thermorétractable est inférieure au la température du début de balayage du chauffage (a -28**°C)**. Ce résultat est confirmé par le faite que le film thermorétractable est plus flexible au toucher que le film étirable a la température ambiante. La courbe manque la transition correspondante a la fusion vue que l'analyse s'est arrêtée a 180, alors que la fusion aura lieu à des températures plus élevées à 180 **C.**

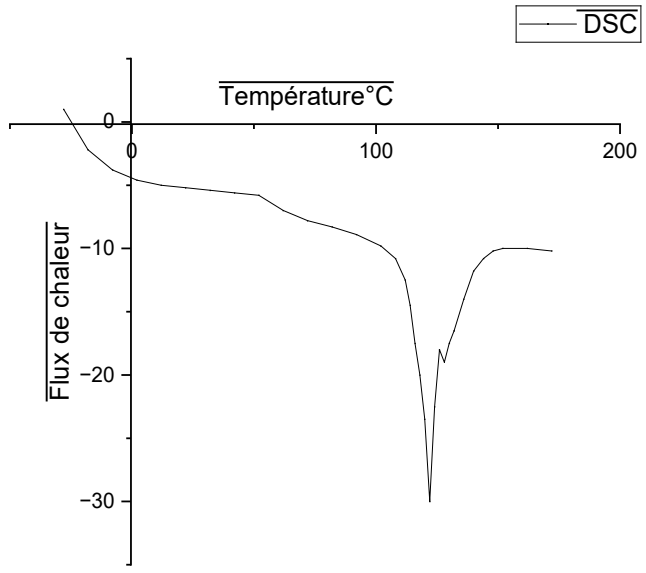


Figure 17. analyse supplémentaire Thermogramme DSC du film thermorétractable

7. Caractérisation microstructurale par MEB

7.1. Film thermorétractable

A la fin de notre étude profonde et pour voir l'ultrastructure de nos films, nous avons analysé la morphologie de nos échantillons élaborés en utilisant la microscopie électronique à balayage, d'où on a obtenu les figures suivantes :

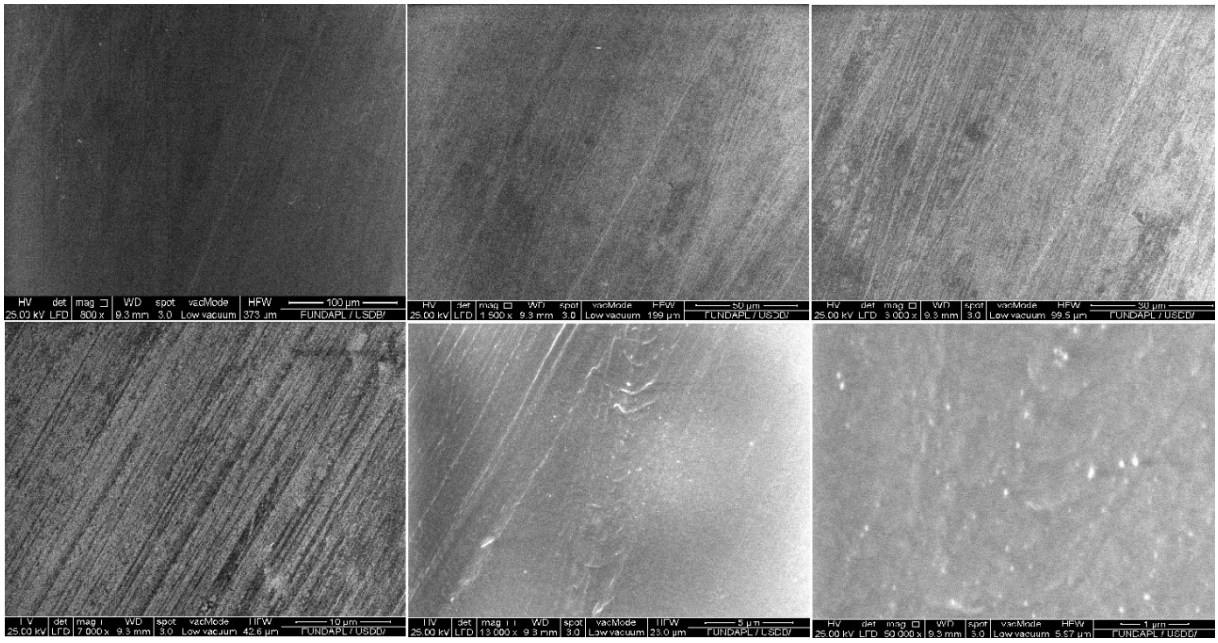


Figure 18. Image MEB de la morphologie de surface du film thermorétractable a plusieurs grandissement (800 x, 1500 x, 3000 x, 7000 x, 13000 x, 50000 x)

En observation MEB en surface, on voit une surface globalement lisse à l'échelle micrométrique, avec une légère rugosité liée au procédé d'extrusion/gonflage et aux conditions de refroidissement. Des stries ou lignes d'écoulement dans la direction d'extrusion, témoignant de l'orientation des chaînes macromoléculaires et des lamelles cristallines induite par l'étirage et le gonflage du film.

À faible et moyen grossissement (800× à 7000×), les images MEB révèlent la présence de stries parallèles bien marquées, orientées dans la direction d'étirage du film. Ces stries sont caractéristiques de l'orientation induite lors du procédé d'extrusion-gonflage et traduisent l'organisation anisotrope des chaînes de polyéthylène et des lamelles cristallines au sein de la matrice semi-cristalline.

À plus fort grossissement (13 000× à 50 000×), cette texture macroscopique disparaît au profit d'une surface plus homogène, où l'on distingue principalement la phase polymère, vraisemblablement majoritairement amorphe en surface, ainsi que quelques points lumineux dispersés. Ces derniers peuvent être attribués à des particules de charges minérales ou d'additifs

(agents anti-bloquant, charges silicatées, etc.) affleurant à la surface. Cette observation est cohérente avec la nature formulée du film thermorétractable (LDPE/LLDPE + additifs) et avec sa microstructure semi-cristalline orientée, déjà mise en évidence par la DRX.

Ces observations restent relativement limitées non concluantes et ne permettent pas d'obtenir des informations suffisamment précises, car les images sont en deux dimensions alors que le processus de formation du film est, lui, tridimensionnel ; il en résulte également une difficulté à distinguer clairement la phase amorphe de la phase cristalline. La morphologie généralement admise pour un film étiré par gonflage est de type micro-fibrillaire. Ce modèle repose sur l'existence d'empilements de domaines cristallins séparés par une phase amorphe orientée. À l'examen attentif de nos micrographies, l'aspect fibrillaire de la morphologie apparaît nettement (texture fibreuse) : on observe des fibres allongées, plus ou moins parallèles, assimilables à des « briques » empilées, probablement liées à la traction continue exercée sur les macromolécules. Les blocs cristallins, qu'ils soient monocliniques ou orthorhombiques, présentent une orientation privilégiée, en accord avec les données de la littérature montrant que l'étirage favorise la cristallisation et l'apparition d'une texture fibrillaire. Il en résulte la formation d'une structure de type colonnaire, orientée dans le sens de l'écoulement, caractéristique d'une cristallisation fibreuse conduisant à des matériaux anisotropes.

7.2 FILM étirable

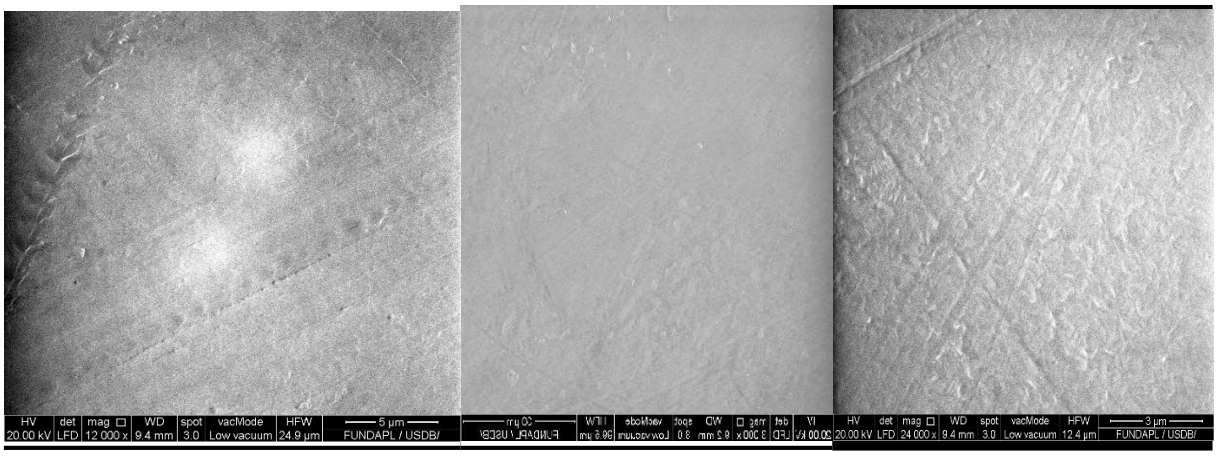


Figure 19 . Image MEB de la morphologie de surface du film Étirable a plusieurs grandissement (1200 x, 3000 x, 24000 x)

L'image de microscopie électronique à balayage (Figure 17) du film flexible composé du mélange ternaire (LDPE/LLDPE/EVA) montre une surface hautement homogène et continue, exempte de toute séparation de phases ou de microfissures. Cela confirme l'existence d'une miscibilité et d'une compatibilité excellentes entre les trois composants du mélange. Cette compatibilité structurale est attribuée à la similitude des chaînes hydrocarbonées principales

des trois polymères, ce qui garantit, d'un point de vue mécanique, un transfert équilibré et efficace des contraintes, évitant ainsi une rupture prématurée.

De plus, la surface se caractérise par une texture lisse avec l'apparition de contours souples et non tranchants des lignes superficielles. Cet aspect morphologique lisse est imputé à l'incorporation du polymère éthylène-acétate de vinyle (EVA) dans la formulation ; les groupements acétate pendants, volumineux et polaires de sa structure entravent l'ordonnancement des chaînes polymères. Cela conduit à une augmentation de la fraction de la phase amorphe au détriment de la phase cristalline. Cette élévation de la teneur amorphe confère au film un comportement élastique et souple, responsable de sa capacité supérieure d'allongement transversal (TD), qui atteint 950 %, soit l'équivalent de dix fois la longueur initiale avant rupture. On observe également de légères lignes d'orientation s'étendant de manière oblique et parallèle à travers la surface. Celles-ci résultent du processus d'extrusion-soufflage, où l'étirage de la matière fondue dans le sens de la machine (MD) induit l'orientation et l'alignement des chaînes polymères, en particulier les chaînes ramifiées du LDPE et du LLDPE.

Cela explique les valeurs mécaniques élevées enregistrées dans le sens longitudinal, caractérisées par une contrainte maximale atteignant 42,41 MPa et une force maximale de 50,76 N, en raison de l'efficacité des chaînes alignées à résister aux forces de traction.

Par ailleurs, on note l'absence de particules ou de charges solides saillantes en surface, habituellement utilisées comme agents antibloquants inorganiques, ce qui est essentiel pour maintenir la propriété d'auto adhésion (*clin Ging*) caractéristique des films étirables. Dans cette formulation, le polymère EVA joue le rôle d'agent d'adhésivité structural interne ; les groupements polaires acétate de vinyle migrent vers la surface, augmentant ainsi l'énergie superficielle du film. Cela permet à ses couches d'adhérer fortement entre elles lors du banderolage autour des charges industrielles, assurant par conséquent la stabilité des cargaisons et le maintien de la déformation plastique générée durant le processus d'étirage.

En conclusion, l'étude morphologique confirme que le film étirable élaboré à partir du mélange LDPE/LLDPE/EVA se distingue par une structure de surface homogène et compatible, présentant une orientation moléculaire efficace et une absence de défauts structuraux apparents. Ces caractéristiques microscopiques se sont reflétées directement sur les performances mécaniques du film, contribuant à l'établissement d'un équilibre optimal entre une haute résistance à la traction, une grande flexibilité et une capacité d'auto adhésion, ce qui

le rend parfaitement adapté aux applications d'emballage industriel exigeant stabilité et durabilité lors de l'utilisation

8. ANALYSE DE LA MICROSTRUCTURE DES FILMS PAR DRX

Cette méthode d'analyse, la diffraction des rayons X (DRX), permet de caractériser l'arrangement périodique des plans atomiques au sein des cristaux en révélant les angles et les intensités des pics de diffraction liés aux distances inter planaires et à la symétrie cristalline. À partir des positions en 2θ et des intensités relatives des pics, on peut identifier les phases présentes, déterminer les paramètres de maille, estimer la taille des cristallites (par la contrainte de Scherrer) et détecter des défauts ou des orientations préférentielles (texture). En revanche, les matériaux amorphes, qui manquent d'ordre à longue portée, n'engendrent pas de pics nets mais plutôt un large halo de diffusion ; de ce fait, la DRX ne permet généralement pas d'identifier de manière précise des composés amorphes ni de quantifier leur structure locale avec la même exactitude que pour les phases cristallines.

Dans le but d'obtenir des informations quantitatives sur la cristallinité et les paramètres cristallographiques de nos échantillons, nous avons enregistré leurs diagrammes de diffraction des rayons X en conditions contrôlées (source X, tension et courant, balayage en 2θ, vitesse de balayage, largeur de la fente). Les données collectées ont été traitées pour corriger le bruit de fond, calibrer les positions angulaires (avec un étalon) et extraire les positions et largeurs de pics par ajustement de fonctions de Gauss/Lorentz appropriées.

8.1. Analyse du film thermorétractable

Dans le cas du film thermorétractable étudié, issu d'une polyoléfine de type polyéthylène, le diffractogramme de rayons X met clairement en évidence la nature **semi-cristalline** du matériau.

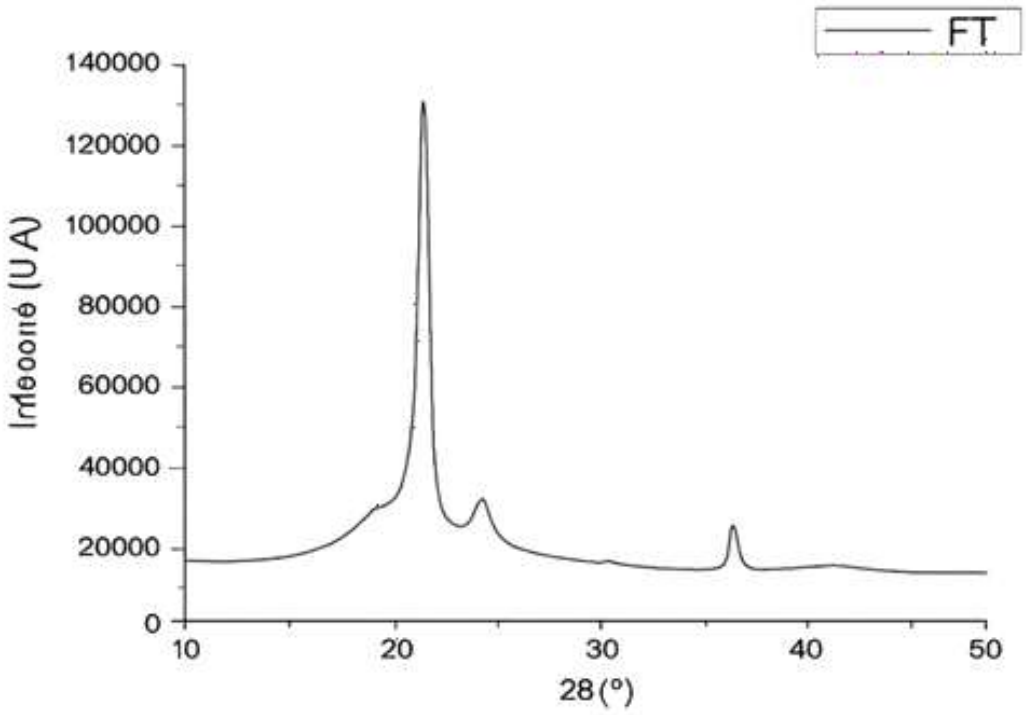


Figure 20. Spectre DRX du film thermorétractable

On observe des pics principaux de forte intensité autour de 2θ ≈ 21–24°. En outre, Un pic supplémentaire est observé aux environs de 2θ ≈ 36–37°. Ces pics témoignent la présence d'une phase orthorhombique du polyéthylène.

Dans le cas d'un système orthorhombique, la distance inter-réticulaire d_{hkl} et les côtés a, b, c, de la maille élémentaire sont déterminés à partir de la relation suivante :

$$\left(\frac{1}{d_{hk}}\right)^2 = \left(\frac{2sin\theta}{\lambda}\right)^2 = \left(\frac{h}{a}\right)^2 + \left(\frac{k}{b}\right)^2 + \left(\frac{l}{c}\right)^2$$

Avec :

- θ : l'angle de diffraction ;
- h, k , l: indices de Miller des plans réticulaires ;
- d : distance inter-réticulaire ;
- λ : est la longueur d'onde du faisceau de rayon X ;
- a, b et c : paramètres de la maille orthorhombique.

On calcule d'abord la distance inter-réticulaire et les résultats obtenus sont résumés dans le tableau ci-dessous :

Tableau11 : Valeurs des distances inter-réticulaire

(hkl)	110	200	020
d_{hkl}(A°)	4.133	3.73	2,48

On constate alors la présence de trois pics intenses caractéristiques du FT correspondants aux plans ((110), (200), (020)) respectivement de la structure orthorhombique d'après la fiche ASTM n° (001-040-1995). Les paramètres de maille sont les suivants : a= 7,4550 A°, b= 4,9660 A°, c= 2,5890 A°.

Les valeurs des distances inter-réticulaire calculées sont très proches de celles de la fiche ASTM. On peut conclure que la maille élémentaire n'a pas été modifiée. La présence simultanée des zones cristallines et des zones amorphes dans un polymère, a une influence importante sur ses propriétés, notamment ses propriétés thermomécaniques. Il faut tout noter aussi que la valeur du taux de cristallinité est liée à la technique expérimentale utilisée de diffraction de rayons X.

Parallèlement, un halo diffus étalé approximativement entre 18° et 25° révèle une contribution importante de phase amorphe, correspondant aux zones où les chaînes macromoléculaires sont désordonnées ou partiellement contraintes, ce qui confirme que la structure globale du film est constituée d'un mélange de régions cristallines et amorphes.

Les propriétés mécaniques du film, telles que la rigidité, la stabilité dimensionnelle sous contrainte et la ténacité, peuvent être directement reliées à ce degré de cristallinité : une forte contribution du pic principal cristallin se traduit en général par une augmentation du module d'élasticité, une meilleure résistance à la déformation plastique et une plus grande stabilité thermique, tandis que la fraction amorphe confère une certaine ductilité et une capacité de déformation réversible. Le comportement de retrait thermique du film thermorétractable dépend fortement de cette dualité : lors du chauffage, les zones amorphes, plus mobiles, permettent la relaxation des contraintes gelées au cours de la mise en forme, alors que les lamelles cristallines jouent le rôle de points d'ancrage maintenant la forme macroscopique jusqu'à la température de fusion partielle.

En outre, le pic supplémentaire observé aux environs de $2\theta \approx 36–37°$ peut aussi être attribué à une phase minérale cristalline dispersée dans la matrice, très probablement une charge de type silice ou aluminosilicate utilisée comme agent anti-bloquant. Cette interprétation est cohérente avec la présence, en FTIR, d'une bande O–H vers 3600 cm^{-1} attribuée à des groupements hydroxyle en surface de particules minérales, ainsi qu'avec le pic autour de 1092 cm^{-1} lié à des liaisons C–O et à la présence d'additifs fonctionnels. L'ensemble des résultats

confirme que le film thermorétractable est un polyéthylène semi-cristallin formulé avec des additifs organiques (antioxydants, agents de glissement) et une charge minérale hydroxylée jouant un rôle d'anti-bloquant et de modificateur de la microstructure. »

Cette contribution cristalline exogène peut modifier localement l'organisation des chaînes de polyéthylène, en agissant soit comme agent de nucléation favorisant la formation de cristallites plus nombreux mais plus fins, soit au contraire comme perturbateur de l'ordre, entraînant une légère diminution du degré de cristallinité de la matrice. De telles modifications structurales se répercutent sur les performances mécaniques (rigidité, résistance à la rupture) et sur le comportement au retrait, en fonction de la nature, de la taille et de la distribution de la charge minérale dans le matériau.

Ainsi, l'analyse par DRX du film thermorétractable confirme clairement la présence d'une structure semi-cristalline typique du polyéthylène, caractérisée par des pics de diffraction bien définis associés à la phase orthorhombique et par un halo amorphe marqué ; elle montre également que le polyéthylène contient une fraction amorphe significative, qui joue un rôle essentiel dans ses propriétés élastiques et son aptitude au retrait sous l'effet de la chaleur.

8.2. Analyse du film étirable

L'analyse par diffraction des rayons X (DRX) du film étirable confirme de manière nette la nature semi-cristalline du système à base de polyoléfines (PE + EVA). Le diffractogramme se caractérise par un ensemble de pics relativement intenses dans la zone $2\theta \approx 8–25°$, superposés à un fond diffus plus large, ce qui traduit la coexistence de domaines cristallins bien organisés et d'une fraction amorphe importante dans la matrice polymère.

Dans la région des faibles angles, le pic observé autour de $2\theta \approx 8–9°$ peut être associé aux espacements inter lamellaires du polyéthylène, reflétant l'organisation à grande échelle des lamelles cristallines et des zones amorphes entre ces lamelles. Ce signal est typique des polyéthylènes structurés en empilements lamellaires, où l'alternance de régions denses (cristallines) et moins denses (amorphes) se traduit par un pic d'ordre à longue distance.

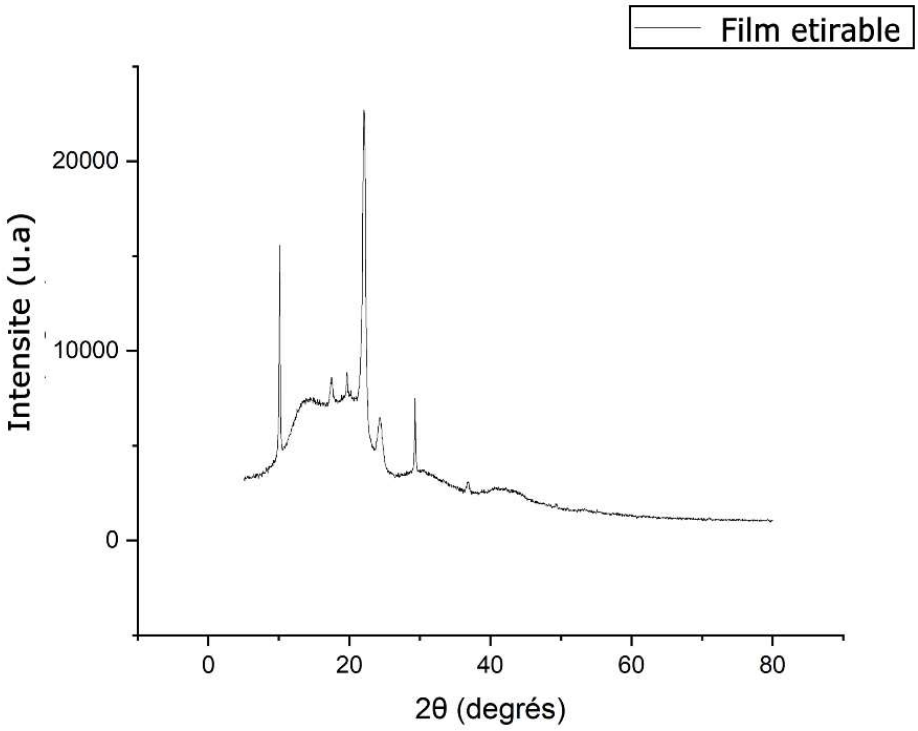


Figure 21. Spectre DRX du film étirable

La présence d'un pic supplémentaire à 2θ ≈ 12–13° témoigne de la contribution de l'EVA semi-cristallin intégré à la matrice ; il est généralement attribué à des plans cristallins spécifiques de la phase EVA, indiquant que ce copolymère ne se trouve pas uniquement sous forme amorphe mais développe des domaines cristallins distincts.

Dans la zone des angles moyens, les pics situés autour de 2θ ≈ 19,4° et 22,9° sont caractéristiques des réflexions (200) et (110) de la phase orthorhombique du polyéthylène (LDPE/LLDPE), signatures classiques du PE cristallin. Leur intensité marquée indique un taux de cristallinité significatif et la présence de cristallites bien formés dans le film. On observe également un halo diffus qui s'étend sous ces pics et vers des angles un peu plus élevés, révélant une fraction amorphe non négligeable où les chaînes sont désordonnées ; cet équilibre entre domaines cristallins et amorphes est cohérent avec le comportement mécanique d'un film étirable, qui doit combiner résistance et extensibilité.

Le pic situé vers 2θ ≈ 20° est quant à lui imputé à la phase EVA intégrée à la matrice de polyéthylène. Plus la teneur en EVA est élevée, plus l'intensité de ce pic augmente, ce qui en fait un bon indicateur de la proportion de copolymère dans la formulation. La superposition partielle des contributions PE et EVA dans cette zone angulaire peut conduire à un élargissement ou à une asymétrie du pic, traduisant une distribution de paramètres de maille et de tailles de cristallites légèrement différente entre les deux phases.

L'estimation du taux de cristallinité global entre 40% et 60%, obtenue par intégration de l'aire sous les pics cristallins par rapport au fond amorphe, situe le film dans la plage typique des polyéthylènes semi-cristallins utilisés pour l'emballage et les applications de film étirable. La morphologie des pics fournit également des informations sur la taille et la qualité des cristallites : des pics étroits et intenses traduisent des cristallites relativement grands et bien ordonnés, tandis que l'élargissement de certains pics indique la présence de cristallites plus petits ou de micro contraintes internes liées au procédé d'étirage et de refroidissement.

Au plan des propriétés, la contribution dominante des pics du PE cristallin (19,4° et 22,9°) associée à la cristallinité de l'EVA explique la bonne rigidité, la stabilité dimensionnelle et la résistance à la déchirure du film, tout en laissant une fraction amorphe suffisante pour assurer une grande extensibilité et un comportement élastique adapté à un film étirable. La structuration lamellaire mise en évidence à bas angles (8–9°) joue un rôle clé dans la capacité du matériau à s'orienter sous traction puis à conserver une microstructure partiellement ordonnée après relâchement, ce qui conditionne la performance du film lors de l'utilisation.

9. Conclusion

Au terme de cette étude expérimentale, l'ensemble des analyses structurales, thermiques, mécaniques menées sur les deux films d'emballage étudiés, le film thermorétractable (FT) et le film étirable (FE), permet de répondre à la problématique initiale, qui visait à comparer leurs performances et à relier leurs propriétés à la formulation et aux paramètres de mise en forme par extrusion-gonflage. Les résultats obtenus montrent clairement que, bien que les deux matériaux soient issus de matrices à base de polyéthylène, leurs comportements fonctionnels sont nettement différenciés et directement contrôlés par la nature des polymères constitutifs (LDPE, LLDPE, EVA), leurs taux de cristallinité et les conditions d'orientation imposées lors du procédé.

Sur le plan du procédé, l'analyse des paramètres de fabrication a d'abord mis en évidence que les deux films sont élaborés dans des conditions de gonflage assez proches, avec des taux de gonflage TG voisins (2,67 pour le FT et 2,71 pour le FE), en lien avec l'utilisation du même diamètre de filière et de conditions industrielles similaires (débit, hauteur de ligne de figeage, température de matière). Cette proximité de TG indique que les différences de comportement entre les deux matériaux ne proviennent pas principalement du gonflage transversal, mais davantage de la formulation et du taux de tirage longitudinal TT, plus élevé pour le film thermorétractable, ce qui se traduit par une épaisseur plus faible et une orientation macromoléculaire plus marquée dans le sens machine. La hauteur de la ligne de figeage,

combinée aux valeurs de TG et TT, confirme un scénario où le film FT est davantage « mémorisé » en extension longitudinale, tandis que le FE présente un compromis d'orientation plus adapté à une très grande extensibilité biaxiale.

Les analyses FTIR ont permis de confirmer la nature chimique des films et la présence des principales familles polymériques attendues. Pour le film thermorétractable, les spectres montrent les bandes caractéristiques du polyéthylène, sans pouvoir distinguer finement tous les grades, mais révèlent la présence d'additifs (C–O, O–H, agents de glissement, charges de type silice) contribuant à la stabilité, au glissement et à l'Anti-Blocage. Dans le cas du film étirable, l'FTIR met en évidence la triade LDPE/LLDPE/EVA, avec des bandes spécifiques associées aux groupements esters de l'EVA et à la présence d'additifs fonctionnels, confirmant une formulation ternaires optimisée pour l'auto-adhésion, la souplesse et la grande extensibilité. Ces résultats spectroscopiques montrent ainsi que la différence de comportement macroscopique entre FT et FE s'enracine dans des choix de formulation distincts, et pas uniquement dans le réglage des paramètres de procédé.

Les essais mécaniques en traction ont mis en évidence, pour les deux films, un comportement viscoélastique et fortement ductile, avec une part de déformation élastique relativement faible et une capacité d'allongement très élevée avant rupture. Le film thermorétractable présente, en traction longitudinale, une résistance modérée (pic de contrainte d'environ 20 MPa) et un allongement au pic moyen supérieur à 500%, tandis que le module d'Young reste relativement modéré et dispersé, reflétant une microstructure semi-cristalline orientée mais légèrement hétérogène. En traction transversale, l'allongement au pic atteint en moyenne près de 780%, avec un module plus important et plus homogène, ce qui met en évidence une anisotropie prononcée liée au couplage gonflage/tirage et à la nature LDPE/LLDPE du système.

Pour le film étirable, les essais de traction montrent une résistance mécanique nettement supérieure, avec des forces maximales dépassant 50 N en longitudinal et des pics de contrainte d'environ 24 MPa, associée à des allongements au pic de l'ordre de 600% en MD et proches de 950% en TD. Cette très grande extensibilité, particulièrement marquée en sens transverse, est cohérente avec sa fonction d'usage : le FE est conçu pour être étiré de façon importante autour de la charge, générer une tension résiduelle et maintenir la stabilité du fardeau sans rupture prématurée. La combinaison d'une cristallinité significative et d'une fraction amorphe importante, renforcée par la présence d'EVA, confère au FE un excellent compromis entre résistance, ductilité et aptitude à l'enroulement serré.

Les essais de rétraction thermique, réalisés selon la norme EN ISO 11501, ont confirmé l'aptitude spécifique du film thermorétractable à se contracter sous l'effet de la chaleur et à retrouver une partie de sa configuration initiale désorientée. Les taux de rétraction mesurés atteignent environ 78,4% en sens longitudinal et 22% en sens transverse, tous deux en accord avec les plages normatives visées, illustrant une orientation macromoléculaire nettement plus marquée en SL. Ce comportement est directement lié au procédé d'extrusion-gonflage avec un tirage longitudinal plus élevé, qui stocke de l'énergie d'étirage dans les chaînes, et à la formulation LDPE/LLDPE, qui permet de mémoriser cette orientation tout en conservant une certaine élasticité pour éviter la fragilisation à la rétraction. L'anisotropie obtenue constitue ainsi un compromis fonctionnel recherché pour les opérations de fardelage : forte rétraction longitudinale pour le serrage du fardeau, rétraction transverse modérée pour limiter plis, déchirures et défauts d'aspect.

Les tests de friction ont apporté des informations complémentaires essentielles sur le comportement en glissement des deux films. Le film thermorétractable se caractérise par des coefficients de friction statique et dynamique faibles (environ 0,129 et 0,100, respectivement), associés à des forces de friction réduites et des écarts types très faibles, traduisant une surface relativement lisse et homogène, favorable au déroulement en machine et limitant les risques de blocage. À l'inverse, le film étirable présente des coefficients de friction significativement plus élevés (de l'ordre de 0,319 en statique et 0,214 en dynamique), avec des dispersions plus marquées, ce qui témoigne d'une surface plus adhérente et adaptée aux besoins de stabilisation de charge par enroulement. La comparaison directe montre ainsi que le FE offre une meilleure accroche entre spires et sur la marchandise, tandis que le FT privilégie la facilité de glissement et le bon défilement lors de la mise en place et de la thermo-rétraction.

Les analyses thermiques TGA/DSC ont confirmé la bonne stabilité thermique des deux films sur une large plage de température, tout en révélant les principales transitions associées à la fusion et à la décomposition. L'analyse ATG du film étirable, par exemple, met en évidence une stabilité de masse quasi totale jusqu'à environ 400 °C, suivie d'une dégradation rapide entre 415 °C et 500 °C, avec un pic de décomposition autour de 468 °C et un résidu final d'environ 5%, ce qui atteste d'une excellente résistance thermique avant entrée en pyrolyse. Les thermogrammes DSC montrent, pour le FE, un premier pic endothermique à basse température associé à la fusion des domaines cristallins ou des phases élastiques, puis un second pic à haute température lié aux phénomènes de dégradation, alors que pour le FT, un pic de fusion principal complexe (double) traduit la présence d'un mélange de polymères (LDPE/LLDPE) et la

coexistence de plusieurs populations cristallines. Ces résultats confirment que les films conservent leurs propriétés structurales et mécaniques dans les plages de température correspondant à leurs conditions d'utilisation industrielle.

Les observations microstructurales par MEB ont permis d'illustrer concrètement l'orientation et la distribution des phases dans les deux films. Pour le film thermorétractable, les micrographies montrent une surface globalement lisse à l'échelle micrométrique, parcourue de stries parallèles dans le sens de l'extrusion, caractéristiques d'une texture fibrillaire et d'une orientation marquée des chaînes et lamelles cristallines. La présence de petites particules brillantes réparties de manière homogène est attribuée à des agents anti-bloquants et de glissement (charges minérales, amides), confirmant l'ajout d'additifs destinés à contrôler la friction et l'adhérence de surface. Pour le film étirable, l'observation révèle une surface très homogène, sans séparation de phases ni défauts majeurs, avec une texture lisse et des lignes d'orientation plus douces, ce qui reflète la bonne compatibilité du mélange LDPE/LLDPE/EVA et l'augmentation de la fraction amorphe associée à l'EVA. L'absence de charges anti-bloquantes saillantes et la présence de groupements polaires en surface expliquent l'auto-adhésion caractéristique de ce type de film.

Enfin, l'analyse par DRX a confirmé la nature semi-cristalline des deux systèmes, en mettant en évidence les pics caractéristiques de la phase orthorhombique du polyéthylène et, dans le cas du film étirable, des contributions supplémentaires liées à la phase EVA. Pour le film thermorétractable, les réflexions (110), (200) et (020), associées à des paramètres de maille proches des valeurs de référence ASTM, indiquent que la structure cristalline de base du polyéthylène est préservée, tandis que la présence d'un halo diffus traduit une fraction amorphe significative. Un pic supplémentaire vers 36–37° suggère la présence d'une charge minérale (silice ou aluminosilicate) jouant un rôle d'anti-bloquant, ce qui corrobore les observations FTIR et MEB. Pour le film étirable, les pics situés entre 8–25° et les réflexions autour de 19,4° et 22,9°, complétés par des contributions attribuées à l'EVA, attestent d'une cristallinité globale comprise typiquement entre 40% et 60%, cohérente avec un film d'emballage combinant rigidité, résistance à la déchirure et grande extensibilité.

En synthèse, l'ensemble des résultats et discussions met en lumière une cohérence forte entre formulation, conditions d'extrusion-gonflage, microstructure et propriétés d'usage. Le film thermorétractable se distingue par une orientation longitudinale marquée, une anisotropie mécanique et de rétraction bien contrôlée, une faible friction et une microstructure semi-cristalline fibrillaire enrichie en additifs de glissement, le rendant particulièrement adapté

aux applications de fardelage et de thermo-rétraction. Le film étirable, quant à lui, associe une matrice LDPE/LLDPE/EVA compatible, une cristallinité intermédiaire, une microstructure homogène, une très grande extensibilité (notamment en transversal) et des coefficients de friction élevés, qui garantissent un enroulement serré, une auto-adhésion efficace et une bonne stabilité des charges palettisées. Ces conclusions confirment que le choix de l'un ou l'autre matériau doit être fondé sur une analyse fine des contraintes fonctionnelles de l'application visée, et montrent que l'optimisation conjointe de la formulation, des paramètres de procédé et de la microstructure constitue un levier majeur pour adapter les performances des films d'emballage aux exigences industrielles actuelles.

Référence Bibliographique

BIBLIOGRAPHIE

[1]	Morris BA. The science and technology of flexible packaging: multilayer films from resin and process to end use. William Andrew; 2016.
[2]	Morrison RT, Boyd RN. Organic chemistry. Vol. 3, Transparencies for organic chemistry. Allyn and Bacon; 1976.
[3]	Selke SE, Culter JD. Plastics packaging: properties, processing, applications, and regulations. Carl Hanser Verlag GmbH Co KG; 2016.

CONCLUSION GENERALE

Le présent mémoire s'est inscrit dans le contexte industriel du conditionnement flexible, où les films polymériques jouent un rôle central dans la protection, la stabilisation et la valorisation des marchandises, en particulier dans les secteurs agroalimentaires, chimique et logistique. Deux familles de produits ont été au cœur de cette étude : le film thermorétractable destiné au fardelage et le film étirable utilisé pour la palettisation et le maintien des charges. Ces films, élaborés majoritairement à base de polyéthylène basse densité (LDPE, LLDPE) et, pour le film étirable, d'éthylène-acétate de vinyle (EVA), constituent des solutions industrielles largement répandues, mais dont le comportement thermomécanique et microstructural reste complexe et fortement dépendant à la fois de la formulation et des paramètres de procédé. L'objectif global de ce travail a été de caractériser de manière approfondie les propriétés thermo physiques de ces films industriels, en cherchant à relier de façon cohérente la composition, les conditions d'extrusion-gonflage, la microstructure et les propriétés d'usage, afin de dégager des lignes directrices pour l'optimisation des matériaux et des conditions de fabrication.

Dans un premier temps, un état de l'art détaillé a été réalisé afin de situer la problématique dans le cadre plus large des films plastiques pour emballage. Cette synthèse a rappelé les enjeux majeurs liés aux performances mécaniques (résistance, ductilité, aptitude à la rétraction ou à l'étirabilité), aux propriétés optiques (transparence, brillance, voile) et aux fonctions superficielles (glissement, auto-adhésion, antiblocage), ainsi que l'influence déterminante de l'extrusion-gonflage sur la microstructure des films. Les notions de viscosité, de viscoélasticité, d'orientation macromoléculaire, de cristallinité et de cavitation ont été mobilisées pour comprendre comment le procédé et la formulation conditionnent la morphologie finale du matériau et, par conséquent, son comportement en service. Ce cadre théorique a permis de formuler la problématique centrale du mémoire : comprendre, à travers une approche multi-échelle, comment la combinaison formulation/procédé gouverne les propriétés des films thermorétractables et étirables industriels.

La partie expérimentale s'est articulée autour de deux axes principaux : d'une part, la description fine des films étudiés et du procédé d'extrusion-gonflage mis en œuvre dans le contexte industriel; d'autre part, la mise en place d'un protocole complet de caractérisation associant analyses mécaniques, thermiques, spectroscopiques et structurales. Les deux films tri-couches choisis (film thermorétractable de grade 0,7 et film étirable de grade 0,5) ont été élaborés par extrusion-gonflage à partir de mélanges formulés de LDPE, LLDPE, EVA et d'additifs spécifiques (agents de glissement, antiblocage, charges minérales). L'analyse des paramètres de procédé a montré que les deux films sont fabriqués avec des taux de gonflage

(TG) très proches, de l'ordre de 2,7, ce qui souligne que la géométrie globale de la bulle est similaire entre les deux produits. En revanche, le taux de tirage longitudinal (TT) et la hauteur de la ligne de figeage diffèrent, en particulier pour le film thermorétractable, qui présente un tirage plus élevé et une orientation plus marquée dans le sens machine, se traduisant par une épaisseur plus faible et une anisotropie plus prononcée. Ces observations confirment que les différences de comportement entre les deux matériaux ne proviennent pas uniquement de la formulation, mais aussi de la stratégie d'orientation imposée par le procédé.

Les caractérisations structurales réalisées par spectroscopie FTIR ont permis de valider la nature chimique des films et d'identifier les principales familles polymériques et additifs présents. Pour le film thermorétractable, les spectres FTIR ont mis en évidence les bandes caractéristiques du polyéthylène, ainsi que des signatures associées à des groupements oxygénés (C–O, O–H) liés à des agents de glissement et à des charges minérales jouant un rôle dans la stabilité, l'antiblocage et l'aptitude au glissement. Dans le cas du film étirable, les analyses ont confirmé la présence conjointe de LDPE, LLDPE et EVA, avec des bandes spécifiques attribuées aux fonctions esters de l'EVA, témoignant d'une formulation ternaire optimisée pour accroître la fraction amorphe, la souplesse et l'auto-adhésion du film. Ces résultats spectroscopiques montrent clairement que la différence de comportement macroscopique entre les deux films trouve son origine dans des choix de composition ciblés, au-delà des seuls réglages de procédé.

L'étude de la microstructure cristalline par diffraction des rayons X (DRX) a confirmé que les deux films présentent une structure semicrystalline dominée par la phase orthorhombique du polyéthylène. Pour le film thermorétractable, les réflexions 110, 200 et 020, avec des paramètres de maille proches des valeurs de référence, traduisent une cristallinité significative, tandis qu'un halo diffus indique une fraction amorphe non négligeable. Un pic supplémentaire autour de certaines valeurs angulaires suggère la présence d'une charge minérale (type silice ou aluminosilicate) jouant le rôle d'agent antiblocage, ce qui corrobore les résultats FTIR et les observations MEB. Pour le film étirable, les diffractogramme révèlent une cristallinité globale intermédiaire, estimée typiquement entre 40 et 60%, compatible avec un compromis entre rigidité, résistance à la déchirure et grande extensibilité. La contribution de l'EVA se manifeste par une augmentation de la fraction amorphe et une modification subtile de la distribution des domaines cristallins, renforçant la ductilité et l'aptitude à l'étirement.

Les observations au microscope électronique à balayage (MEB) ont apporté un éclairage complémentaire sur l'organisation microstructurale. Dans le cas du film thermorétractable, les

micrographies montrent une surface globalement lisse à l'échelle micrométrique, traversée de stries parallèles au sens d'extrusion, traduisant une texture fibrillaire et une orientation marquée des chaînes et des lamelles cristallines. De petites entités brillantes, réparties de manière homogène, sont attribuées à des additifs de type charges minérales, en accord avec le rôle d'antiblocage et de contrôle de la friction. Pour le film étirable, la surface apparaît très homogène, sans séparation de phases ni défaut majeur, avec une texture lisse et des lignes d'orientation plus douces. Cette homogénéité reflète la bonne compatibilité du mélange LDPE/LLDPE/EVA et l'augmentation de la fraction amorphe induite par l'EVA; elle explique également la capacité du film à s'auto-adhérer et à se conformer intimement au relief des charges palettisées.

Sur le plan thermo physique, les analyses thermogravimétriques (ATG/TGA) et de calorimétrie différentielle à balayage (DSC) ont permis de quantifier la stabilité thermique et les principales transitions des films. Pour le film étirable, la courbe ATG montre une masse quasi constante jusqu'à environ 400 °C, suivie d'une dégradation rapide entre approximativement 415 °C et 500 °C, avec un pic de vitesse de décomposition autour de 468 °C et un résidu final de l'ordre de 5%. Ce comportement met en évidence une excellente stabilité thermique dans la plage de températures d'utilisation industrielle, la décomposition étant largement décalée vers les hautes températures. Les thermogrammes DSC mettent en évidence, pour le film étirable, un premier pic endothermique à basse température associé à la fusion de domaines cristallins ou de phases élastiques, suivi, à plus haute température, d'un second pic lié à des phénomènes de dégradation. Pour le film thermorétractable, un pic principal de fusion parfois complexe traduit la coexistence de plusieurs populations cristallines liées aux différents grades de polyéthylène utilisés. Ces données thermiques fournissent des repères essentiels pour calibrer les températures d'extrusion, de refroidissement et de thermo-rétraction, et pour garantir que les films conservent leurs propriétés structurales et mécaniques dans leurs conditions d'emploi.

Les essais mécaniques de traction ont mis en évidence, pour les deux films, un comportement typique de polymères semi cristallins ductiles, avec une part de déformation élastique relativement faible et une capacité d'allongement très élevée avant rupture. Le film thermorétractable présente en traction longitudinale une contrainte maximale modérée (de l'ordre de 20 MPa) et un allongement au pic supérieur à 500%, avec un module d'Young relativement faible et dispersé, signe d'une microstructure orientée mais légèrement hétérogène. En direction transverse, l'allongement au pic atteint en moyenne près de 780%,

avec un module plus élevé et plus homogène, traduisant une anisotropie marquée liée au couplage gonflage/tirage. Pour le film étirable, les essais montrent une résistance mécanique nettement supérieure, avec des forces maximales dépassant 50 N en longitudinal, des contraintes au pic d'environ 24 MPa, et des allongements proches de 600% en MD et de 900–950% en TD. Cette très grande extensibilité, particulièrement marquée en sens transverse, est cohérente avec la fonction d'usage du film étirable, destiné à être fortement déformé autour de la charge pour générer une tension résiduelle et assurer la stabilité du fardeau sans rupture prématurée. La combinaison d'une cristallinité contrôlée et d'une fraction amorphe importante, renforcée par l'EVA, confère ainsi au film étirable un excellent compromis entre résistance, ductilité et aptitude à l'enroulement serré.

Les essais de rétraction thermique réalisés sur le film thermorétractable ont confirmé son aptitude spécifique à se contracter sous l'effet de la chaleur et à retrouver une partie de sa configuration désorientée. Les taux de rétraction mesurés atteignent environ 78,4% en sens longitudinal et 22% en sens transverse, valeurs compatibles avec les spécifications normatives visées. Ce comportement est directement lié au procédé d'extrusion-gonflage, qui impose un tirage longitudinal plus élevé, stockant ainsi de l'énergie d'orientation dans les chaînes, ainsi qu'à la formulation LDPE/LLDPE, qui permet de mémoriser cette orientation tout en conservant une certaine élasticité pour éviter la fragilisation lors de la rétraction. L'anisotropie obtenue représente un compromis fonctionnel recherché : une forte rétraction longitudinale pour serrer le fardeau, associée à une rétraction transverse plus modérée pour limiter plis, défauts d'aspect et risques de déchirure.

Les essais de friction ont apporté des informations complémentaires sur le comportement en glissement des deux films. Le film thermorétractable se caractérise par des coefficients de friction statique et dynamique faibles (environ 0,13 et 0,10), associés à des forces de friction réduites et à des écarts-types faibles, ce qui traduit une surface relativement lisse et homogène, favorable au déroulement en machine et limitant les risques de blocage. À l'inverse, le film étirable présente des coefficients de friction significativement plus élevés, de l'ordre de 0,32 en statique et 0,21 en dynamique, avec des dispersions plus marquées, ce qui témoigne d'une surface plus adhérente adaptée aux besoins de stabilisation des charges par enroulement. Cette différence reflète le rôle central des additifs de glissement/antiblocage dans le cas du film thermorétractable, et la présence de fonctions polaires et d'une forte fraction amorphe à la surface du film étirable, favorisant l'auto-adhésion.

En synthèse, l'ensemble des résultats obtenus au cours de ce travail met en lumière une cohérence forte entre formulation, conditions d'extrusion-gonflage, microstructure et propriétés d'usage des films étudiés. Le film thermorétractable se distingue par une orientation longitudinale marquée, une anisotropie mécanique et de rétraction bien contrôlée, une faible friction et une microstructure fibrillaire enrichie en additifs de glissement, le rendant particulièrement adapté aux applications de fardelage et de thermo-rétraction. Le film étirable, quant à lui, associe une matrice LDPE/LLDPE/EVA compatible, une cristallinité intermédiaire, une microstructure homogène, une très grande extensibilité, notamment en direction transverse, et des coefficients de friction élevés, qui garantissent un enroulement serré, une auto-adhésion efficace et une bonne stabilité des charges palettisées. Ces conclusions montrent que le choix de l'un ou l'autre matériau doit être fondé sur une analyse fine des contraintes fonctionnelles de l'application visée, et que l'optimisation conjointe de la formulation, des paramètres de procédé et de la microstructure constitue un levier majeur pour ajuster les performances des films de conditionnement aux exigences industrielles actuelles.

Au-delà des résultats spécifiques à ces deux films, ce travail met également en évidence l'intérêt d'une démarche de caractérisation thermo physique intégrée, combinant analyses structurales (FTIR, DRX, MEB), essais mécaniques (traction, rétraction, friction) et études thermiques (ATG, DSC), pour établir des corrélations robustes entre structure, procédé et propriétés. Cette approche pourrait être étendue à d'autres architectures et à d'autres conditions d'usage. Dans une perspective d'amélioration continue, des pistes de travail futures pourraient inclure l'intégration de contraintes environnementales (recyclabilité, réduction d'épaisseur, substitution partielle par des biomatériaux), la modélisation numérique de l'extrusion-gonflage et de l'orientation macromoléculaire, ou encore la mise en place de plans d'expériences pour optimiser simultanément plusieurs paramètres (composition, température, vitesses de tirage, taux de gonflage). Ainsi, les connaissances acquises dans ce mémoire constituent une base solide pour le développement de films d'emballage plus performants, mieux adaptés aux exigences industrielles et plus respectueux des enjeux environnementaux contemporains.

ANNEXES

Annexe A. L'extrusion

L'extrusion figure parmi les méthodes les plus courantes pour la transformation des thermoplastiques. Elle offre l'intérêt majeur d'opérer selon un processus continu. [1] Cette technique autorise aussi la création de produits semi-finis, comme des mélanges (compounds), via une extrudeuse bivis configurée pour l'homogénéisation. Une ligne d'extrusion regroupe habituellement un ensemble vis-fourreau doté d'une filière. Cette dernière, fixée au bout du fourreau, sert à profiler le flux de matière fondue. Le principe consiste à fluidifier, malaxer et acheminer le polymère fondu le long du cylindre grâce à la rotation d'une vis sans fin, depuis la zone de chargement (trémie) jusqu'à la filière (Figure 1).

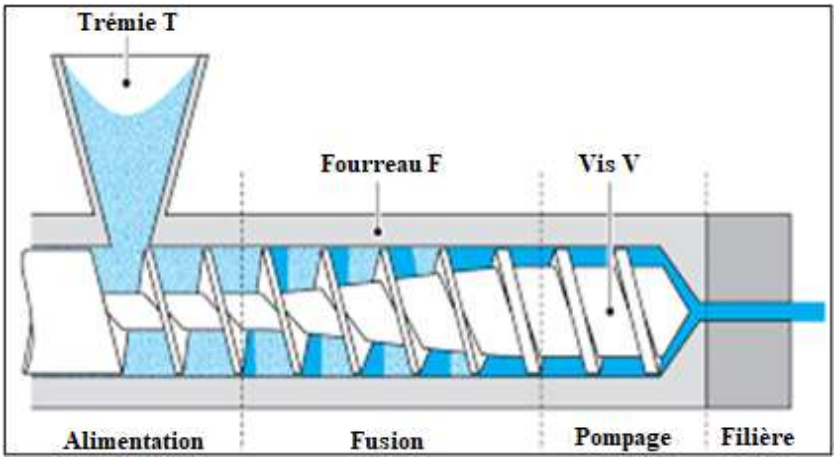


Figure 1. Schéma de principe d'une extrudeuse monovis [2].

Une extrudeuse remplit trois fonctions essentielles [2] :

- **La fonction de convoyage :** les granulés (ou la poudre) de polymère chutent depuis la trémie (zone d'alimentation), puis sont densifiés et acheminés suivant le principe de la vis d'Archimède.
- **La fonction de plastification :** les grains thermoplastiques entrent en fusion par conduction thermique au contact du fourreau chauffant. Graduellement, le volume de polymère fondu entre le filet et le cylindre s'accroît, jusqu'à sa mise en pression contre le filet arrière. Cette masse de liquide repousse alors les granulés solides vers l'avant du filet et la paroi chaude. Le cycle de fusion se poursuit ainsi. Ce passage à l'état liquide résulte de la conduction, mais aussi de la dissipation d'énergie par cisaillement mécanique.
- **La fonction de pompage :** par l'accroissement du diamètre du noyau de la vis entre l'entrée et la sortie, le polymère liquide est mis sous pression pour garantir un débit

constant vers la filière. Ce paramètre est déterminé par le taux de compression de la vis.

Annexe B. La morphologie cristalline des polymères semi-cristallins

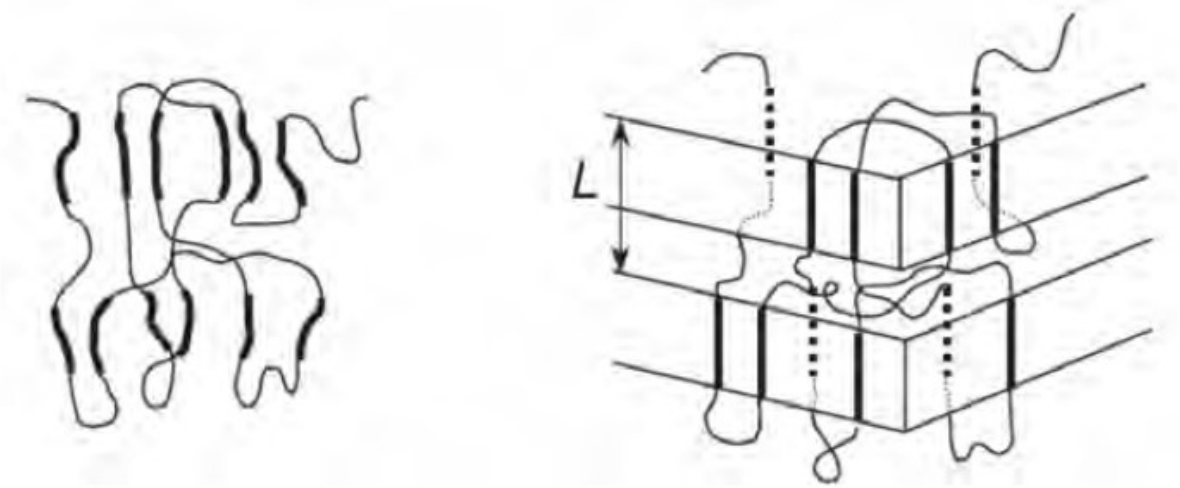


Figure 2. Représentation des lamelles cristallines formées par repliement régulier des chaînes [3]

Avant d'aborder les mécanismes de déformation propres aux polymères semi-cristallins, il convient de rappeler certains aspects de la morphologie cristalline des thermoplastiques, notamment celle du PE lors de sa mise en œuvre par extrusion-gonflage. Un cristal se définit par une organisation tridimensionnelle ordonnée. En dépit de l'importante longueur des chaînes macromoléculaires, ces dernières peuvent, selon leur agencement, manifester localement un ordre à courte distance et ainsi cristalliser, s'assemblant de façon régulière et compacte. Habituellement, les polymères cristallisent via le repliement des chaînes, processus aboutissant à la genèse de lamelles cristallines (Figure 2).

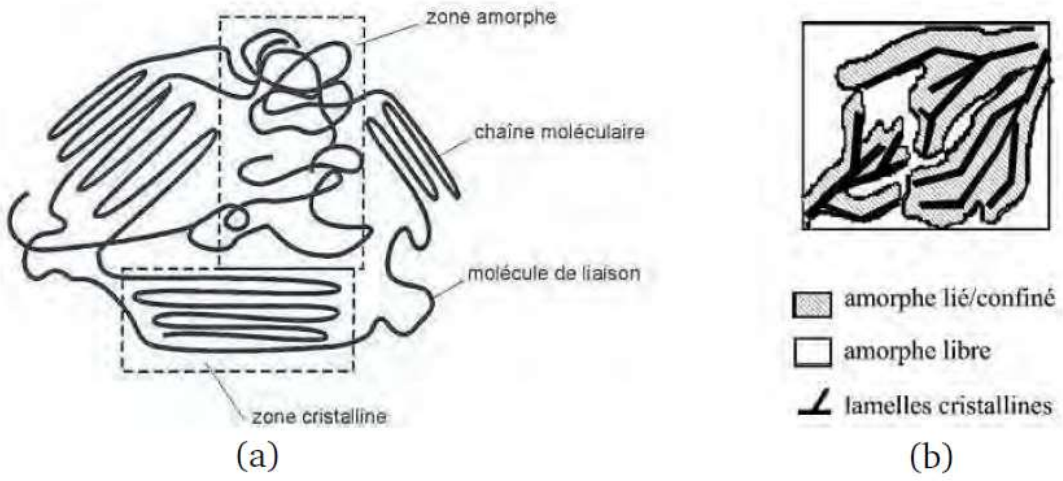


Figure 3. Représentation schématique (a) des phases amorphe et cristalline et des molécules liens (b) de la phase amorphe interlamellaire (liée) et de la phase amorphe libre [4]

Dans les polymères semi-cristallins, la phase amorphe coexiste sous deux configurations : la phase amorphe libre et la phase amorphe interlamellaire. Cette dernière se compose de fractions de macromolécules libres et enchevêtrées, mais inclut aussi des chaînes ancrées aux cristallites (Figure 3). Celles-ci sont nommées molécules liens (ou *tie molecules*). Fréquemment, la dimension des zones cristallines est si réduite qu'une unique chaîne s'insère dans plusieurs domaines cristallins et amorphes consécutifs [5]. Les chaînes amorphes interlamellaires garantissent la cohésion du matériau ainsi que la transmission des efforts entre la phase amorphe et les cristallites. Par conséquent, la mobilité de cette phase interlamellaire est restreinte comparativement à celle de la phase amorphe libre.

En l'absence de contrainte durant la cristallisation, les lamelles se structurent en superstructures appelées sphérolites (Figure 4). Tandis que les lamelles mesurent environ 10 nm d'épaisseur, les sphérolites peuvent s'étendre jusqu'à un millimètre. Ils se développent de manière radiale depuis un germe jusqu'à saturer l'espace disponible. La dimension finale des sphérolites est donc dictée par la densité de germes initialement présents dans le polymère fondu.

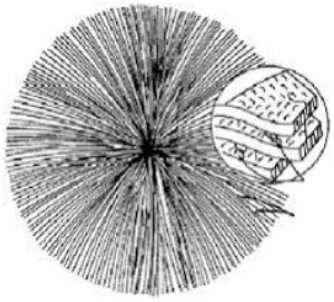


Figure 4. Représentation schématique d'un sphérolite

À l'inverse, les méthodes d'extrusion et d'extrusion-gonflage provoquent une orientation variable des chaînes macromoléculaires en fusion, modifiant ainsi la germination et le développement des lamelles cristallines [6]. Cet étirement des macromolécules privilégie une croissance lamellaire perpendiculaire à l'axe d'écoulement (repliement moléculaire). En conditions statiques, le PE génère des lamelles torsadées. Cela reste vrai en extrusion-

gonflage sous un taux de tirage modéré. Toutefois, sous une contrainte de tirage intense, les lamelles cessent de se torsader.

Le mécanisme de déformation d'un polymère semi-cristallin s'articule autour de quatre phases distinctes (Figure 5) :

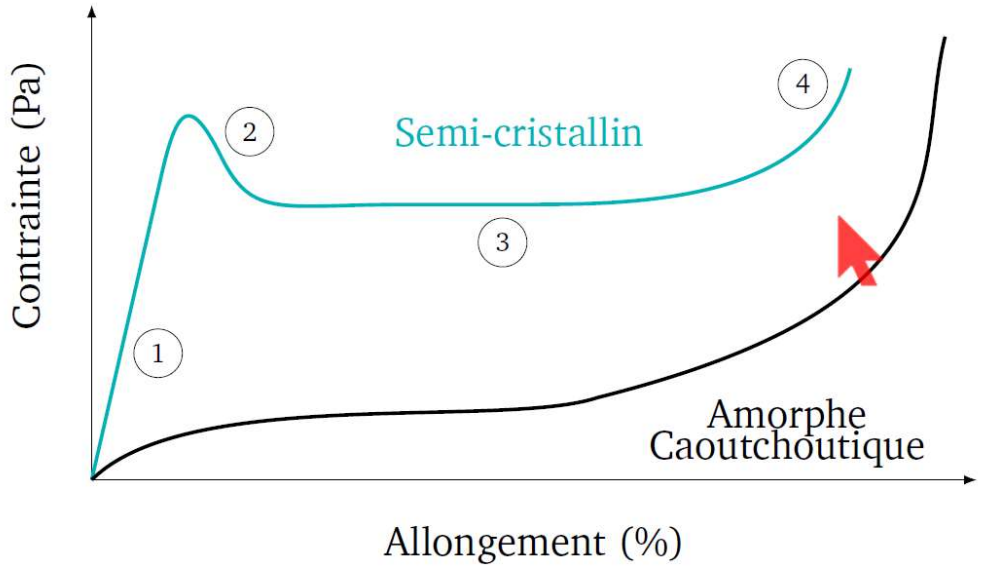


Figure 5. Représentation d'un essai de traction uniaxial pour un polymère semi-cristallin et un polymère amorphe caoutchoutique

- Pour de faibles contraintes, la déformation s'avère élastique et homogène. Ce phénomène concerne surtout la phase amorphe dont les chaînes se réorientent et s'alignent selon l'axe de sollicitation. Le comportement demeure réversible et suit la loi de Hooke (eq. (1)).

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} \text{ ..... (1)}$$

- Dès que l'effort excède le seuil de réversibilité, la rupture des liaisons secondaires autorise le glissement des blocs cristallins. Les lamelles s'orientent alors progressivement dans le sens de l'étirement. Ce stade constitue le seuil d'écoulement. Il se manifeste par une striction (amincissement localisé), où la contrainte chute car la déformation se concentre sur une section réduite. Les chaînes se déploient, entraînant la dislocation des blocs. La fragmentation des lamelles génère des structures individuelles nommées macrofibrilles : c'est la fibrillation [7].

- Une fois que la zone de striction a parcouru l'intégralité de l'éprouvette, elle se stabilise. Cette phase correspond à la zone d'adoucissement.
- Après la dislocation complète des cristallites, les fibrilles finissent par se rompre, provoquant un réarrangement des molécules liens. Les chaînes étant alignées parallèlement, la structure gagne en rigidité. La contrainte croît de nouveau jusqu'à la rupture finale de l'échantillon.

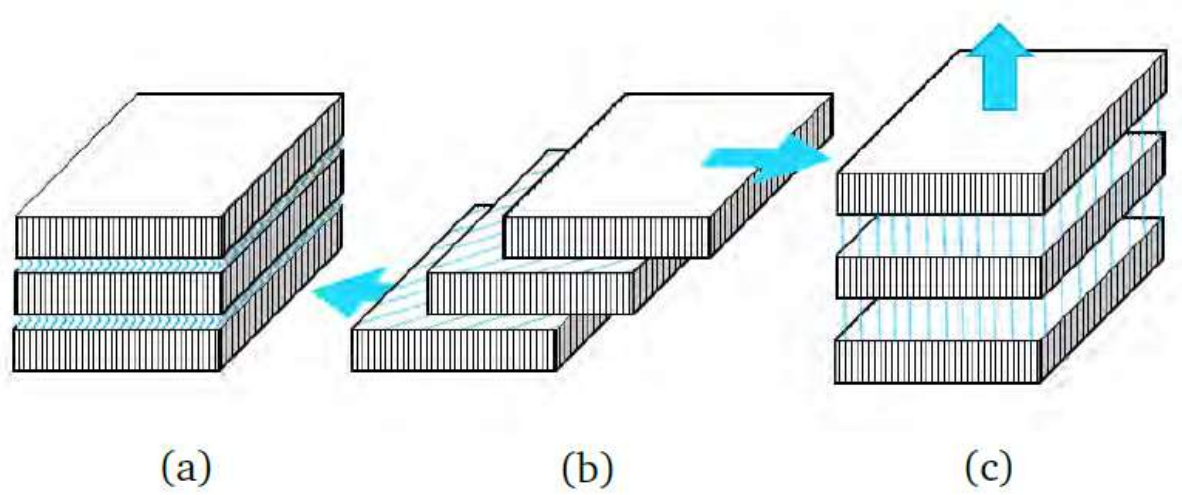


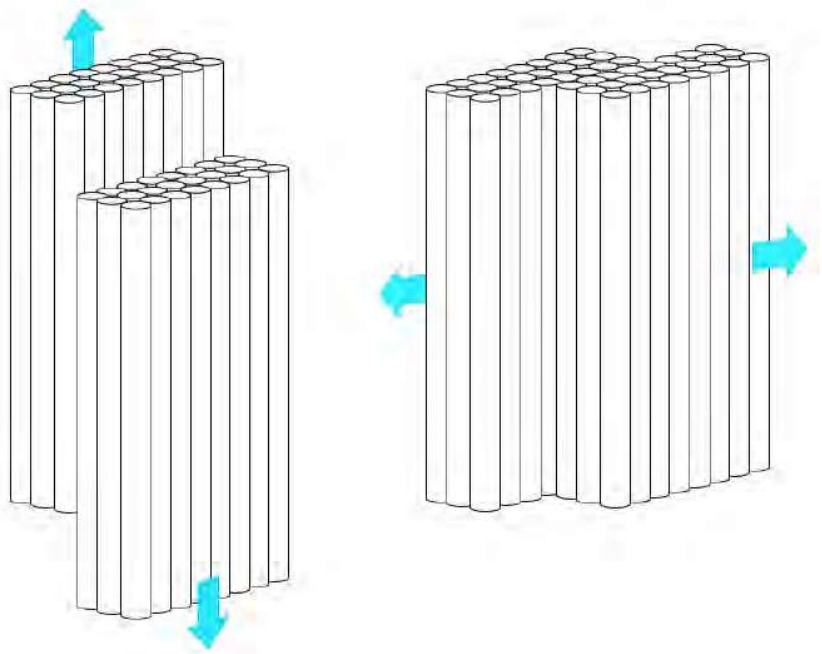
Figure 6. Déformation de la phase amorphe interlamellaire

Lorsque la température excède la transition vitreuse, la phase amorphe adopte un état caoutchoutique et se déforme de façon essentiellement élastique. La phase amorphe située entre les lamelles peut alors suivre deux types de processus : le glissement ou la séparation interlamellaire [8-10].

Le premier s'active sous l'effet d'un cisaillement ((b), Figure 6) tandis que le second survient lors d'une sollicitation en traction ((c), Figure 6). Ainsi, le mécanisme dépend de l'orientation des lamelles cristallines par rapport à l'axe de l'effort. Pour le PE, la structure torsadée des lamelles permet la coexistence de ces deux phénomènes au sein d'une même entité. Ces processus assurent la transmission des contraintes entre domaines amorphes et cristallins jusqu'à l'extension maximale des chaînes liantes.

Une fois ces chaînes totalement déployées, les phases cristallines entament leur propre déformation. Ce changement, de nature cristallographique, préserve l'ordre structural et repose sur le glissement des plans cristallins. Ce mouvement s'amorce dès qu'un seuil de contrainte critique est franchi, valeur dictée par l'orientation du cristal. Chez les polymères,

les glissements s'opèrent préférentiellement dans des plans contenant l'axe des chaînes, soit de manière parallèle ((a), Figure 7), soit transversale ((b), Figure 7). Pour le PE, le glissement



parallèle est privilégié car il requiert moins d'énergie, constituant ainsi le moteur du phénomène de fibrillation.

Figure 7. Déformation de la phase cristalline par glissement cristallin

Annexe C. Les conformations au sein des polymères amorphes caoutchoutiques et leur évolution

Concernant la déformation d'un polymère amorphe au-dessus de sa (Tg), aucun seuil d'écoulement n'est visible. Les chaînes, initialement en pelotes statistiques, se déploient graduellement suivant l'axe de traction. Cette déformation est progressive, homogène et réversible. La contrainte croît avec l'allongement de façon non linéaire (Figure 5), impliquant des dissipations d'énergie élastique. En passant d'un état replié à une configuration orientée, les macromolécules stockent de l'énergie restituable ultérieurement. Cet alignement génère des forces de rappel entropiques [7-11-12], lesquelles augmentent jusqu'à la limite d'extensibilité, menant à la rupture ou au désenchevêtrement.

À l'échelle microscopique, le comportement s'apparente à celui de petites molécules, mais la flexibilité macroscopique découle d'évolutions conformationnelles. La configuration désigne l'architecture chimique du squelette (tacticité, enchaînements), immuable sans rupture de liaisons covalentes. À l'opposé, les conformations représentent les arrangements spatiaux accessibles par rotation autour des liaisons simples, sans modification chimique. Ces formes évoluent selon la mobilité thermique pour atteindre l'état d'énergie minimale.

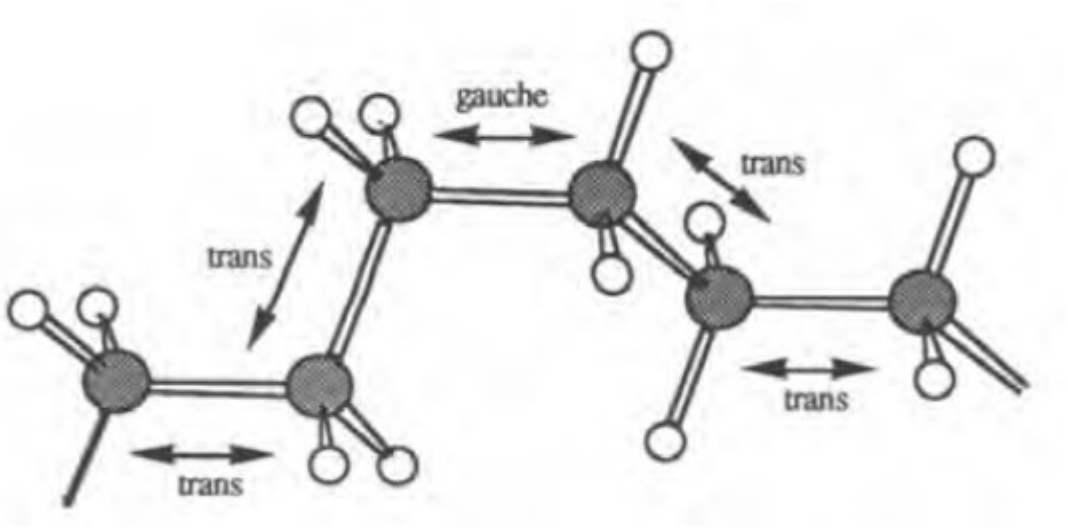


Figure 8. Représentation schématique des conformations locales gauche et trans permettant la conformation en pelote statistique du PE

Il convient de distinguer les conformations locales, limitées à quelques motifs de répétition, de la conformation globale qui dépend à la fois de ces arrangements locaux et des interactions interchaînes. La conformation locale découle de la structure covalente de proximité et des interactions entre groupements non liés (telle que l'orientation des groupes latéraux). Ces ajustements locaux restent possibles même à l'état vitreux. Avec l'accroissement de la mobilité, des mutations conformationnelles globales surviennent. À cette échelle, les macromolécules présentent divers degrés d'enchevêtrement et d'interactions plus ou moins intenses. À l'état caoutchoutique, la mobilité segmentaire est telle que la chaîne parcourt Spontanément, la chaîne parcourt la totalité de ses configurations accessibles dans un laps de temps extrêmement court vis-à-vis de la durée de sollicitation, ce qui dote le matériau de sa flexibilité propre.

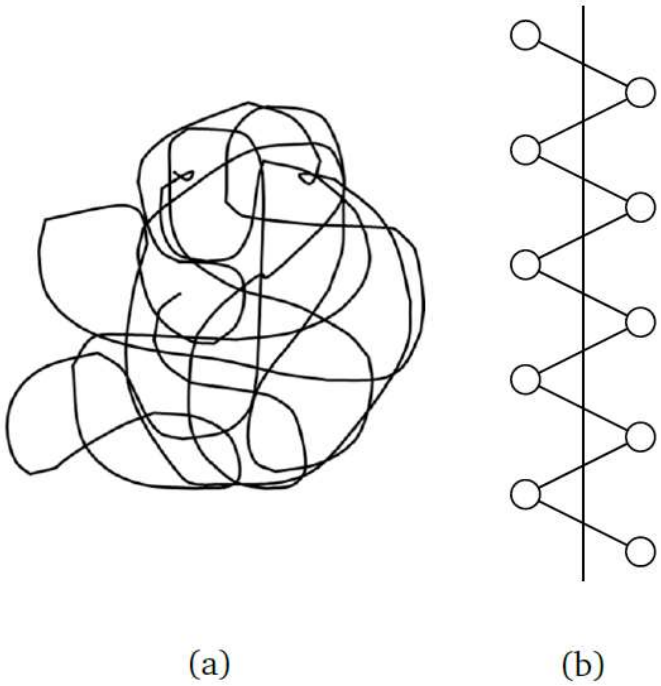


Figure 9. Représentations schématiques des conformations globales de la chaîne macromoléculaire du PE en (a) pelote statistique (b) zig-zag [13]

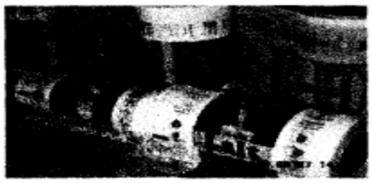
Les polymères vinyliques adoptent couramment des conformations nommées trans, gauche + et gauche - (Figure 8). L'alignement de plusieurs segments trans définit la conformation en zig-zag. Lorsqu'une chaîne entière conserve une structure trans, elle atteint sa distance de bout en bout maximale, dite configuration étendue. À l'inverse, les chaînes amorphes alternent aléatoirement entre les formes trans et gauche, aboutissant à une organisation spatiale en pelote statistique (Figure 9). Le mouvement d'une chaîne s'opère par la diffusion continue de ces changements conformationnels locaux.

Fiche technique d'un film pochette lait tri-couches fabriqué par la société SOEXPLAST

SOEXPLAST SOCIETE D'EXTRUSION PLASTIQUE EPE / SPA
FILIALE DU GROUPE ENPC
AU CAPITAL SOCIAL DE 150 000 000 DA
Tel : +(213) 25 61 01 52/58/66 **Fax :** 025 61 02 08
Email : soexplast @ yahoo .com. **Site :** www.soexplast.com.

FICHE TECHNIQUE

PRODUIT : FILM POCHETTE LAIT TRI-COUCHES



1. Matière Première :

Le film à usage pochette de lait est fabriqué à partir de deux matières de base Polyéthylène Basse Densité, dont une est de type radicalaire (LDPE) et une de type Linéaire (LLDPE) et d'un colorant blanc de qualité alimentaire.

Propriétés :

Le film tri couches d'emballage conditionnement du lait est tenu de satisfaire un Certain nombre de critères :

- Alimentarité.
- Résistance à la traction et allongement.
- Glissement du film.
- Opacité (barrière à la perméabilité des gaz, rayonnement etc.....)
- Soudabilité, souplesse et brillance du film.

- **Couche externe** : Blanche traitée et brillante recevant les encres d'impression alimentaires, et convenable à la soudure.
- **Couche intermédiaire :** Opaque blanche assurant une barrière à la Perméabilité, Permettant une meilleure conservation du produit.
- **Couche interne** : Neutre, au contact avec l'aliment (lait, l'ben) du film bobiné.

2. Spécifications Techniques :

- Laize :.....324 mm ± 1 mm.
- Epaisseur :.....80 microns ± 2 µ.
- Couleur du film :..... selon la demande du client.
- Impression :.....selon maquette. (jusqu'à 08 couleurs).
- Diamètre intérieur mandrin :..... .....en carton : 76 mm.
- Diamètre extérieur bobine :.....350 mm : Max.
- Poids bobine :.....23 à 25 kg.
- Densité du PEBD : .....0.92 grs/cm^3 à 23° C.

Fiche technique de La matière première du polyéthylène linéaire basse densité 118WJ Sabic

SABIC® LLDPE 118WJ

LINEAR LOW DENSITY POLYETHYLENE
REGION ASIA

DESCRIPTION

SABIC® LLDPE 118WJ is a butene linear low density polyethylene resin typically used for general purpose applications. Films produced from this resin are tough with good puncture resistance, high tensile strength and good hotblock properties. The resin contains slip and antiblock additive. SABIC® LLDPE 118WJ is TNPP free.
This product is not intended for and must not be used in any pharmaceutical/medical applications.

TYPICAL APPLICATIONS

Shipping sacks, ice bags, frozen food bags, stretch wrap film, produce bags, liners, carrier bags, garbage bags, agricultural films, laminated and coextruded films for meat wrap, frozen food and other food packaging, shrink film (for blending with LDPE), industrial consumer packaging, and high clarity film applications if blended with (10~20%) LDPE.

TYPICAL PROPERTY VALUES

Revision 20190118

PROPERTIES	TYPICAL VALUES	UNITS	TEST METHODS
POLYMER PROPERTIES			
Melt flow rate			
190°C and 2.16 kg	1	g/10 min	ASTM D1238
Density [1]	918	kg/m³	ASTM D1505
FORMULATION			
Slip agent	Yes	-	-
Anti block agent	Yes	-	-
MECHANICAL PROPERTIES			
Dart impact strength [2]	140	g/µm	ASTM D1709
OPTICAL PROPERTIES [2]			
Haze	10	%	ASTM D1003
Gloss			
at 60°	60	-	ASTM D2457
FILM PROPERTIES [2]			
Tensile Properties			
Stress at break, MD	40	MPa	ASTM D882
Stress at break, TD	32	MPa	ASTM D882
Strain at break, MD	730	%	ASTM D882
Strain at break, TD	800	%	ASTM D882
Stress at yield, MD	11	MPa	ASTM D882
Stress at yield, TD	12	MPa	ASTM D882
1% Secant modulus, MD	220	MPa	ASTM D882
1% Secant modulus, TD	200	MPa	ASTM D882
Puncture resistance	80	J/mm	SABIC method
Elmendorf tear strength			
MD	100	g	ASTM D1922
TD	300	g	ASTM D1922

© 2019 Copyright by SABIC. All rights reserved

CHEMISTRY THAT MATTERS™

Fiche technique de La matière première du polyéthylène linéaire basse densité

+135-3858-6433 (GuangDong)
+188-1699-6168 (ShangHai)
+852-6957-5415 (HongKong)

SABIC® LDPE HP0724NN

LOW DENSITY POLYETHYLENE

DESCRIPTION

HP0724NN is a fractional melt index low density polyethylene resin, containing no slip nor antiblock additives. HP0724NN has been specially designed for superior processability on blown films lines leading to significant output improvements. The resin offers additionally excellent draw down. It can be used pure or in blends with LLDPE resins. HP0724NN Does not Contain Slip or antiblock additives.

- Excellent processability and draw down
- Good physical properties in blends with LLDPE
- Can be readily extruded using conventional blown films techniques at melt temperatures between 160 and 195°C

TYPICAL APPLICATIONS

- Lamination films, Collation shrink, Shopping bags, Garbage bags.
- Health & hygiene films, Food packaging, Collation shrink, Agricultural films.

TYPICAL PROPERTY VALUES

PROPERTIES	TYPICAL VALUES	UNITS	TEST METHODS
POLYMER PROPERTIES [1]			
Melt Flow Rate (MFR)			
at 190°C and 2.16kg	0.75	g/10 min	ASTM D1238
Density			
at 23°C	0.924	g/cm³	ASTM D792
MECHANICAL PROPERTIES [2]			
Dart Impact Strength	3.4	g/µm	ASTM D1709
OPTICAL PROPERTIES			
Gloss (45°)	58	%	ASTM D2457
Haze	9.2	%	ASTM D1003
FILM PROPERTIES [2]			
Tensile Properties			
1% secant modulus, MD	175	MPa	ASTM D882
1% secant modulus, TD	185	MPa	ASTM D882
stress at yield, MD	11.0	MPa	ASTM D882
stress at yield, TD	11.0	MPa	ASTM D882
stress at break, MD	25.0	MPa	ASTM D882
stress at break, TD	23.0	MPa	ASTM D882
strain at break, MD	390	%	ASTM D882
strain at break, TD	570	%	ASTM D882
Elmendorf Tear Strength [2]			
MD	10	g/µm	ASTM D1922
TD	6	g/µm	ASTM D1922

HP0724NN Sabic

Fiche technique de La matière première du polyéthylène linéaire basse densité XP 7052ML Eon Mobill

Product Datasheet

ExxonMobil

Vistamaxx™ 6102
Performance Polymer

interpolimeri

Product Description

Vistamaxx 6102 is primarily composed of isotactic propylene repeat units with random ethylene distribution, and is produced using ExxonMobil's proprietary metallocene catalyst technology. It has excellent elastomeric properties, is easy to process and is compatible with a wide variety of materials. It is particularly good for thermoplastic and polyolefinic blends where a balance of flexibility, transparency and impact performance is required.

Key Features

- Suitable for a wide range of film and compounding applications.
- Other typical applications include calendered or extruded profiles, foamed or blown molded goods and thermoformed products.
- Excellent adhesion to conventional or metallocene PP and PE.
- Very good elasticity, toughness and melt strength.
- Very low seal initiation temperature combined with high seal strength when used as sealing layer of co-extruded structures.
- Very good chemical resistance and long term aging.
- RoHS compliant.

General			
Availability [1]	• Africa & Middle East • Asia Pacific	• Europe • Latin America	• North America
Applications	• Blown Film • Blown Molded Goods • Calendered Profiles	• Cast Film • Extruded Profiles • Foamed Goods	• PP/TPE Modification
Uses	• Compounding	• Film	• Packaging
RoHS Compliance	• RoHS Compliant		
Form(s)	• Pellets		
Revision Date	• 01/01/2017		

Physical	Typical Value (English)		Typical Value (SI)		Test Based On
Density [2]	0,862	g/cm³	0,862	g/cm³	ASTM D1505
Melt Index [2] (190°C/2,16 kg)	1.4	g/10 min	1.4	g/10 min	ASTM D1238
Melt Mass-Flow Rate (MFR) [2] (230°C/2,16 kg)	3	g/10 min	3	g/10 min	ExxonMobil Method
Ethylene Content	16	wt%	16	wt%	ExxonMobil Method

Hardness	Typical Value (English)		Typical Value (SI)		Test Based On
Durometer Hardness (Shore A)	67		67		ASTM D2240

Mechanical	Typical Value (English)		Typical Value (SI)		Test Based On
Tensile Stress at 100%	324	psi	2,23	MPa	ASTM D638
Tensile Stress at 300%	402	psi	2,77	MPa	ASTM D638
Tensile Strength at Break	> 1100	psi	> 7.58	MPa	ASTM D638
Tensile Set	12	%	12	%	ExxonMobil Method
Elongation at Break	> 800	%	> 800	%	ASTM D638
Flexural Modulus – 1% Secant	2090	psi	14.4	MPa	ASTM D790

Elastomers	Typical Value (English)		Typical Value (SI)		Test Based On
Tear Strength (Die C)	190	lbf/in	33.3	kN/m	ASTM D624

Thermal	Typical Value (English)		Typical Value (SI)		Test Based On
Vicat Softening Temperature	129	°F	53,9	°C	ExxonMobil Method

Product Datasheet

ExxonMobil

Exceed™ XP 7052ML
Performance Polymer

Processing Statement

Film (1 mil/25.4 micron) made from Exceed™ XP 7052ML on a 3.5 in(90 mm)blown film line with a 2.5:1 blow-up ratio, a target melt temperature of 425°F(218°C), a 30 mil(0.76 mm) die gap at a rate of 5 lbs/hr/rpm.

Notes

Typical properties: these are not to be construed as specifications.

[1] Product may not be available in one or more countries in the identified Availability regions. Please contact your Sales Representative for complete Country Availability.

For additional technical, sales and order assistance: www.exxonmobilchemical.com/ContactUs

©2023 ExxonMobil. ExxonMobil, the ExxonMobil logo, the interlocking "X" device and other product or service names used herein are trademarks of ExxonMobil, unless indicated otherwise. This document may not be distributed, displayed, copied or altered without ExxonMobil's prior written authorization. To the extent ExxonMobil authorizes distributing, displaying and/or copying of this document, the user may do so only if the document is unaltered and complete, including all of its headers, footers, disclaimers and other information. You may not copy this document to or reproduce it in whole or in part on a website. ExxonMobil does not guarantee the typical (or other) values. Any data included herein is based upon analysis of representative samples and not the actual product shipped. The information in this document relates only to the named product or materials when not in combination with any other product or materials. We based the information on data believed to be reliable on the date compiled, but we do not represent, warrant, or otherwise guarantee, expressly or impliedly, the merchantability, fitness for a particular purpose, freedom from patent infringement, suitability, accuracy, reliability, or completeness of this information or the products, materials or processes described. The user is solely responsible for all determinations regarding any use of material or product and any process in its territories of interest. We expressly disclaim liability for any loss, damage or injury directly or indirectly suffered or incurred as a result of or related to anyone using or relying on any of the information in this document. This document is not an endorsement of any non-ExxonMobil product or process, and we expressly disclaim any contrary implication. The terms "we," "our," "ExxonMobil Product Solutions" and "ExxonMobil" are each used for convenience, and may include any one or more of ExxonMobil Product Solutions Company, Exxon Mobil Corporation, or any affiliate either directly or indirectly stewarded.

exxonmobilchemical.com

Référence bibliographique

[1]	Biron M. Aide-mémoire - Transformation des matières plastiques. Dunod; 2010.
[2]	Carrega M, Verney V. Matières plastiques. 4th ed. Dunod; 2017.
[3]	Etienne S, David L. Introduction à la physique des polymères. 2nd ed. Dunod; 2012.
[4]	Difallah BB. Contribution à l'étude du comportement tribologique et des propriétés mécaniques de polymères thermoplastiques chargés de lubrifiants solides en poudre [doctoral dissertation]. Université de Franche-Comté / École nationale d'ingénieurs de Sfax (Tunisie); 2014.
[5]	Halary JL, Lauprêtre F. Mécanique des matériaux polymères. Belin Éducation; 2015.
[6]	Sallem-Idrissi N. Comportement mécanique et évolution structurale induite dans des films multicouches à base de polyamide 6 et de polyéthylène [doctoral dissertation]. Lille 1; 2008.
[7]	Men Y. Critical strains determine the tensile deformation mechanism in semicrystalline polymers. Macromolecules. 2020;53(21):9155-7.
[8]	Bowden PB, Young RJ. Deformation mechanisms in crystalline polymers. Journal of Materials Science. 1974;9(12):2034-51.
[9]	G'sell C, Dahoun A. Evolution of microstructure in semi-crystalline polymers under large plastic deformation. Materials Science and Engineering: A. 1994;175(1-2):183-99.
[10]	Petermann J, Schultz JM. Lamellar separation during the deformation of high-density polyethylene. Journal of Materials Science. 1978;13(1):50-4.
[11]	Bower DI. An Introduction to Polymer Physics. Cambridge University Press; 2002.
[12]	Lee JH, Park J, Myung MH, Baek MJ, Kim HS, Lee DW. Stretchable and recoverable acrylate-based pressure sensitive adhesives with high adhesion performance, optical clarity, and metal corrosion resistance. Chemical Engineering Journal. 2021;406:126800.
[13]	Douminge L. Etude du comportement du polyéthylène haute densité sous irradiation ultraviolette ou sollicitation mécanique par spectroscopie de fluorescence [doctoral dissertation]. Université de La Rochelle; 2010.