UNIVERSITE YAHIA FARES DE MEDEA

FACULTE DES SCIENCES

DEPARTEMENT DES SCIENCES DE LA MATIERE

Mémoire

Présenter pour obtenir le diplôme de **MASTER**

En chimie

Spécialité: Chimie des matériaux

Par :

Abderrahmane Benkaidali et Khalil Sebki

THEME:

Dévellopement et caractérisation des matériaux élastoplastomères Pour des applications spécifique dans le cadre de groupement industriel Des ciments d'algérie (GICA)

Soutenue publiquement le : 21 /06/2025, Devant le jury composé de :

Pr. AZIZI Ahmed	**grade : Professeur**	**Université de laghouat**	**President**
Dr Tahraoui Hichem	**grade : MCB**	**UDYFM**	**Examinateur**
Dr : EULDJI amel	**grade : MCB**	**UDYFM**	**Examinatrice**
Pr : BELHADJ Abd-Elmouneïm	**grade : professeur**	**UDYFM**	**Encadreur**
Monsieur : ADJAA abdelkader	**directeur générale**	**SOEXOPLAST MEDEA**	**Invité**

Année universitaire 2024/2025

RESUME

Ce travail de recherche porte sur le développement d'un film étirable élastoplastomères, destiné à des applications d'emballage industriel. Il décrit les matériaux utilisés et les étapes de fabrication par extrusion-gonflage, en mettant l'accent sur l'optimisation des propriétés mécaniques et fonctionnelles du film. Diverses techniques de caractérisation ont été employées, telles que la spectroscopie FTIR, la diffraction des rayons X, l'analyse thermique (ATG, ATD) et les essais mécaniques. Les résultats expérimentaux ont permis d'évaluer la qualité du film et de valider son adéquation aux exigences du Groupement Industriel des Ciments d'Algérie (GICA), tout en intégrant des comparaisons avec des recherches antérieures.

الملخص

يركز هذا العمل البحثي على تطوير غشاء مطاطي من المطاط الصناعي لتطبيقات التغليف الصناعي. ويصف المواد المستخدمة ومراحل التصنيع بالبثق، مع التركيز على تحسين الخصائص الميكانيكية والوظيفية للفيلم. استُخدمت تقنيات توصيف مختلفة، بما في ذلك التحليل الطيفي بالأشعة تحت الحمراءFTIR ، وانحراف الأشعة السينية، والتحليل الحراري TGA)، (DTAوالاختبارات الميكانيكية. ومكّنت النتائج التجريبية من تقييم جودة الفيلم والتحقق من ملاءمته لمتطلبات المجموعة الصناعية الجزائرية(GICA) ، مع تضمين مقارنات مع الأبحاث السابقة.

ABSTRACT

This research work focuses on the development of a an élastoplastomères stretch film, for industrial packaging applications. It describes the materials used and the extrusion-inflating manufacturing steps, with particular emphasis on optimizing the film's mechanical and functional properties. Various characterization techniques were employed, including FTIR spectroscopy, X-ray diffraction, thermal analysis (ATG, ATD) and mechanical testing. The experimental results enabled us to assess the quality of the film and validate its suitability for the requirements of Groupement Industrial des Cements Algeria (GICA), while incorporating comparisons with previous research

dédicace et remerciment

Dédicace

Dédicace À mes parents, pour leur amour inconditionnel, leur soutien silencieux mais constant, et leurs encouragements qui m'ont porté tout au long de ce parcours. Merci de m'avoir appris la patience, l'effort et la persévérance. À ma soeur et mes frères pour leur présence, leurs mots réconfortants, et leur confiance en moi, même quand je doutais. À mes ami(e)s, qui ont su trouver les bons mots pour me remotiver, m'écouter me plaindre sans (trop) fuir, et me rappeler qu'il y avait une vie en dehors du mémoire. À toutes celles et ceux qui, d'une manière ou d'une autre, ont contribué à l'aboutissement de ce travail.
Avec beaucoup de reconnaissance et un brin d'émotion

Dédicace

À mes parents, pour leur amour inébranlable, leur soutien discret mais constant, et leurs encouragements qui m'ont accompagné à chaque étape de ce chemin. Merci de m'avoir transmis les valeurs de patience, d'effort et de persévérance.
À mes sœurs, pour leur présence rassurante, leurs paroles apaisantes, et leur confiance en moi, même dans mes moments de doute.
À mes ami(e)s, pour leur écoute bienveillante, leur humour salvateur, et leur capacité à me rappeler que la vie ne se résumait pas à ce mémoire.
À toutes celles et ceux qui, de près ou de loin, ont contribué à l'aboutissement de ce travail.
Avec toute ma gratitude et une touche d'émotion.

Remerciement

Avant toute chose, je tiens à exprimer ma profonde gratitude à Allah, le Tout-Puissant, pour m'avoir accordé la force, la patience et la persévérance nécessaires à l'aboutissement de ce travail.

Nous remercions sincèrement Monsieur le professeur BELHADJ Abd-Elmouneïm, pour son encadrement, ses conseils éclairés et sa disponibilité tout au long de ce mémoire. Son accompagnement a été essentiel à la réalisation de ce travail.

dédicace et remerciment

Nous remercions également nos enseignants, le Dr TAHRAOUI Hichem et le Dr EULDJI Amel, pour leur précieuse aide dans la réalisation de notre projet de fin d'études, ainsi que l'ensemble des enseignants qui ont contribué à notre formation et nous ont transmis les connaissances indispensables tout au long de notre parcours universitaire.

Nous tenons également à exprimer notre gratitude à Monsieur ADJA Abdelkader, directeur général de l'usine SOXPLAST, ainsi qu'à l'ensemble de l'équipe de l'usine, notamment Monsieur BENGHERBIA Aboubaker (directeur d'exploitation), Monsieur BENAIMECHE Zakaria (chef du département de production) et Madame KERROUCHE Hafida (cheffe du service technique), pour leur accueil chaleureux et les conditions favorables qu'ils nous ont offertes pour la réalisation de notre stage, dans le cadre de ce projet de fin d'études du master en chimie des matériau

Nous n'oublions pas de remercier Monsieur KEBIR Mohamed, professeur au Centre de recherche et d'Analyse CRAPSI à Bou Ismaïl, pour son aide précieuse qui nous a permis d'accéder aux équipements nécessaires à la réalisation des analyses de caractérisation de nos échantillons. Nous exprimons également notre gratitude à notre ami, Monsieur MAZIGHI Mossaab, ingénieur de laboratoire d'analyse à l'université de Médéa, ainsi qu'à notre ami BOUGHLEF Sedik, pour leurs soutiens dans la mise en forme de ce travail.

Nous tenons également à adresser nos remerciements les plus sincères à nos familles, en particulier à nos parents, pour leur amour, leur soutien indéfectible, leurs encouragements constants tout au long de notre parcours, ainsi que pour les sacrifices qu'ils ont consentis afin de nous permettre de poursuivre nos études dans les meilleures conditions.

Enfin, nous adressons une pensée toute particulière à nos ami(e)s et camarades de promotion, pour les moments partagés, les échanges enrichissants et l'amitié précieuse dont ils nous ont entourés tout au long de cette aventur

Table des matières

Chapitre 1 : partie théorique sur les polymères leur caractérisations et leurs applications..... 5
Principe de l'emballage : 5
Historique des polymères :..... 5
1. Introduction aux materiaux plastique 6
1. Généralités sur les polymères 7
2. Élaboration des polymères..... 7
3. Degré de Polymérisation et Masse Moléculaire 7
Classification des Polymères 8
a. Selon leur Origine..... 8
b. Selon leur Nature Chimique 8
c. Selon leur Échelle Moléculaire 8
d. Selon leur Structure 8
e. Selon leur Comportement Thermique 8
Les élastomères :..... 9
Élastomères thermoplastiques :..... 9
Définition de LLDPE : 12
Films Étirables : Définition et Propriétés..... 12
Formulation Des Films Étirables : 14
Propriétés Mécaniques et Fonctionnelles..... 16
Propriétés Mécaniques 16
Adhérence et Propriétés Tack (Cling) 17
Comportement élastoviscoplastique : 17
Choix de la surface de charge plastique : 17
Techniques de caractérisation et conduite des essais :..... 17
Caractérisation physico- chimique : 18
L'indice de fluidité : 18
Mode de fonctionnement du plastomètre :..... 18
Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF) 18
Résumé du principe de la spectroscopie IRTF..... 19
Impact du Type de LLDPE sur les Propriétés Mécaniques et d'Adhérence des Films Coulés : 20

Table des matiéres

a. Cristallinité 21
b. Orientation cristalline 21
Propriétés des Films Étirables : 21
Méthode rhéologique : 23
Préparation des films composites LLDPE/LDPE: 23
Caractérisation et Mélanges de Résines Polyéthylène à Basse Densité Linéaire (LLDPE) : 24
Partie expérimentale 33
Chapitre 2 : 34
Problématique et mode opératoire 34
1 introduction 35
2. Produits élaborés et matériaux utilisés : 2.1 Produits élaborés : 36
2.1. Film étirable 36
2.2 Matériaux utilisés 37
3. Élaboration des échantillons : 42
Le procédé de l'extrusion gonflage : 42
Principe et fonctionement : 42
Influence Des Paramètres De Production 43
Étapes de procèdé : 44
Conclusion : 54
Observation de nos échantillons au MEBE: 55
Analyse de la microstructure des échantillons par DRX: 56
Chapitre 3 : RESULTATS & DISCUSSION 60
Chapitre 3 : résultats et discussion 61
Tests de traction : 61
Interpretation des courbe (contrainte-déformation) transversale : 64
Calcule de module de young E' : 65
Interpretation des courbe (contrainte-déformation) longitudinale : 66
Module de young E" : 69
Interprétation Des Spectres Ftir 70
4. Interprétation des spectres FTIR (transmitance) 70
Interpretation de spectre FTIR (absorbance) 74
Analyse Thermogravimétrique (ATG) 76
5. Forme de la courbe DTG – Dégradation en plusieurs étapes 77
Conclusion interprétative 78
Interprétation des données d'analyse DSC 78
Analyse du Thermogramme DSC 79

Table des matiéres

Observation générale : 79
LA FUSION 80
Analyse de diffractogramme DRX 83
1. Pics intenses à faible angle (~8–15° 2θ) 83
2. Pics à ~19.4° et ~22.9° 2θ — signaux classiques PE 84
3. Large halo/diffusion amorphe autour de ~20° 2θ 84
4. Cristallinité relative 84
Conclusion et Perspective 85
Conclusion générale 86
Perspectives 86
Polymères à mémoire de forme (SMP) 86
Composites élastomériques à mémoire de forme (SMEC) 87
Composites élastomériques anisotropes à mémoire de forme (A-SMEC) 87

Liste des figures

Chapitre 1 : partie théorique sur les polymères leur caractérisations et leur applications

Figure 1: différentes structures de polyéthylène…….15

Figure 2 : Filmeuse de palettes automatique avec anneau rotation……...16

Figure 3 : Banderoleuse de palettes……..16

Figure 4: structure de l'éthyléne vinyl acytate (EVA)…….20

Figure 5:Diagramme de pareto permettant de déterminer les propriétés……25 macroscopiques des polymères

Partie expérimentale

Chapitre 2 : Problématique et mode opératoire

Figure 1 : éthylène vinyle acytate (EVA)…….45

Figure 2 : linieare low density polyéthyléne (LLDPE)……45

Figure 3 : low density polyéthyléne (LDPE)……45

Figure 4: Schéma du procédé d'extrusion-gonflage……...46

Figure 5 : la bulle de gonflage……..47

Figure 6 :La caméra contrôleur……...47

Figure 7: traitement corona……..48

Figure 8: Enroulement du film…….49

Figure 9 : Caméra de contrôle de l'impression……50

Figure 10 et 11 : des éprouvettes bien découpées…….54

Figure 12 : une prise de vue de la machine de traction uniaxiale utilisée lors de cette étude 54

Figure 13 : éprouvette sous un éffort de traction……55

Figure 14 répture de materiau……..55

Chapitre 3 : RESULTATS & DISCUSSION

Figure 1: courbe contrainte deformation longitudinale de la housse etirable (élastoplastomére) 59

LISTE DES FIGURES ET TABLEAUX

Figure 2: traction transversale d'un film élastoplastique……...60

Figure 3 : courbe de moyenne des essais de traction transversale :……..61

Figure 4 : zone élastique……61

Figure 5: plasticité parfaite de la zone plastique……62

Figure 6 : écrouissage de la zone plastique…….……63

Figure 7 : courbe contrainte déformation (longitudinale)…….…63

Figure 8 : zone élastique……..64

Figure 9 : plasticité parfaite de la zone plastique……..….64

Figure 10 : zone d'écrouissage……65

Figure 11 : spectre de transmission FTIR……66

Figure 12 : spectre d'absorbonce du film etirable……69

Figure 13 : thermogramme ATG-DTG du film élastoplastomére …….75

Figure 14: thermogramme DSC du film élastoplastomére……78

Figure 15 : dérivé de la plage de Tg …… 79

Figure 16 : Image du MEB, morphologie de la surface a 6000X……..80

Figure 17 : Image du MEB, morphologie de la surface a 12000X……80

Figure 18 diffractogramme DRX……..82

Liste des tableaux

Chapitre 1 : partie théorique sur les polymères leur caractérisations et leur applications

Tableau 1 : tableau historique des polyméres…….9

LISTE DES FIGURES ET TABLEAUX

Tableau 2 : film étirable pour palettes……...18

Tableau 3 : Fréquences infrarouges des composés chimiques et exemples de……23 polymères les contenantTableau 4 :Caractérisation des Résines PEBDL Métallocènes et Ziegler-Natta et Élaboration de Mélanges PEBDL/PEBDL 29

Tableau 4 : Propriétés du polymères……

Partie expérimentale

Chapitre 2 : Problématique et mode opératoire

Tableau 1: des exigences technique et physique d'un film tri-couche – étirable :……41

Tableau 2 : Propriétés physiques, thermiques et mécaniques du « MARPOL EVA 1802 » 42

Tableau 3 : . Propriétés physico-mécaniques Thermique EFDC-7087…….43

Tableau 4 : Différentes propriétés de LDPE sous le grade « DOW LDPE 310E »…..44

Tableau 5: types des polymères en fonction des propriétés de la résistance a la traction ...54

Chapitre 3 : RESULTATS & DISCUSSION

Tableau 1: Résultats de l'exécution d'essai:……....59

Tableau 2: récapitulatif des tests de traction transversale du film étirable.....60

Tableau 3: Les paramètres opératoires des observations au MEBE.....83

Introduction Générale

Introduction générale :

Ce travail s'inscrit dans le cadre de l'étude et de la mise en forme de matériaux polymères utilisés pour la fabrication de films multicouches destinés à des applications d'emballage. Plus précisément, il porte sur la préparation d'un film tri-couche élaboré par le procédé d'extrusion-gonflage, conçu pour répondre aux exigences de deux types d'emballages industriels : les films thermorétractables et les films étirables. L'accent est principalement mis sur le développement du film étirable de type élastoplastomère, destiné à répondre aux besoins spécifiques du Groupement Industriel des Ciments d'Algérie (GICA).

Les différentes étapes de formulation et de transformation du matériau, depuis le choix des matières premières jusqu'à l'obtention du film final, sont présentées en détail. Par ailleurs, une attention particulière est accordée à la caractérisation physico-chimique et mécanique des échantillons obtenus, en utilisant plusieurs techniques analytiques complémentaires.

Les analyses ont été menées à l'aide de la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) et de la diffraction des rayons X (DRX), fournissant des informations précises sur la structure chimique et cristalline des matériaux. Ces méthodes ont permis de mieux comprendre la composition et l'organisation interne des films polymères. En parallèle, des essais mécaniques en traction uniaxiale ont été réalisés afin d'évaluer les propriétés mécaniques des films. L'exploitation des courbes de traction a permis de déterminer des paramètres essentiels tels que la limite d'élasticité, la limite de plasticité et le module de Young apparent. Des analyses thermiques, notamment l'analyse thermique gravimétrique (ATG) et l'analyse thermique différentielle (ATD), ont également été effectuées afin d'évaluer la stabilité thermique des matériaux et leurs comportements en fonction de la température.

L'ensemble des résultats obtenus a permis de dégager des conclusions pertinentes sur les performances des films étudiés, en identifiant plusieurs facteurs structuraux, thermiques et mécaniques influençant leur comportement.

Ce mémoire est structuré comme suit : une **introduction générale** expose le contexte et les objectifs de l'étude ; **le premier chapitre** est consacré aux aspects théoriques relatifs aux polymères, à leurs propriétés, méthodes de caractérisation et domaines d'application ; **le deuxième chapitre** présente les matériaux, les méthodes de préparation, ainsi que les

techniques expérimentales employées ; enfin, **le troisième chapitre** regroupe l'ensemble des résultats obtenus, accompagnés d'une discussion approfondie. Ce travail s'achève par une **conclusion générale**, qui synthétise les principaux apports de l'étude et propose des perspectives de recherche future

Chapitre 1 : partie théorique sur les polymères leur caractérisations et leur applications

Chapitre 1 : partie théorique sur les polymères leur caractérisations et leurs applications

Ce document offre une synthèse complète des polymères, depuis leur historique jusqu'à leurs applications actuelles, en abordant leurs propriétés et leurs méthodes d'analyse. Il souligne le rôle clé des films étirables dans l'emballage, notamment pour la palettisation, et explore les innovations dans leur formulation. Les recherches présentées démontrent comment les additifs (comme le PIB) et les mélanges de polymères (tels que LLDPE/LDPE) améliorent leurs performances mécaniques et fonctionnelles. Les techniques de caractérisation (IRTF, DSC, essais mécaniques) y sont détaillées pour évaluer ces matériaux. Enfin, les élastomères thermoplastiques (TPE) y sont décrits comme des solutions polyvalentes, combinant flexibilité et facilité de transformation pour répondre aux besoins industriels.

Principe de l'emballage :

L'emballage, également appelé packaging ou conditionnement, désigne l'ensemble des éléments accompagnant un produit afin d'assurer sa présentation, sa protection et son transport. En 2020, la consommation mondiale d'emballages s'est répartie en cinq grandes catégories : le papier et le carton (31,06 %), les plastiques, qu'ils soient souples (24,85 %) ou rigides (22,28 %), le métal (12,64 %), le verre (6,81 %) et d'autres matériaux (2,35 %).(1)

Historique des polymères :

Avant d'explorer en détail la chimie des polymères, il est important de retracer brièvement les étapes marquantes de l'histoire des polymères tels que nous les connaissons aujourd'hui. Présents depuis l'aube des temps, les polymères constituent les éléments fondamentaux de la vie. Tous les organismes vivants, qu'ils soient animaux ou végétaux, sont essentiellement composés de polymères. Toutefois, ce n'est qu'au milieu du XX^{e} siècle que la véritable nature des polymères a commencé à être pleinement comprise. Cette avancée a été

étroitement liée à l'essor des plastiques, des matériaux synthétiques qui témoignent de manière remarquable de l'ingéniosité et de la créativité humaine. Comme nous le verrons dans les sections suivantes, les polymères sont devenus omniprésents dans notre quotidien, au point qu'il est difficile d'imaginer le monde moderne, avec son confort et ses innovations,sans ces matériaux artificiels (2)

1. Introduction aux materiaux plastique :(2)

Tableau 1 : tableau historique des polymères

Année	Polymère / Résine	Applications principales
1868	Cellulose nitrate	Montures de lunettes
1909	Phénol-formaldéhyde	Combinés de téléphone, crochets, poignées
1919	Caséine	Aiguilles à tricoter
1926	Alkydes	Isolants électriques
1927	Acétate de cellulose	Brosses à dents, emballages
1927	Poly(chlorure de vinyle)	Imperméables, revêtements
1928	Urée-formaldéhyde	Luminaires, interrupteurs
1930	Éthylcellulose	Boîtiers de lampes
1935	Poly(acrylonitrile)	Brosses, écrans
1936	Poly(acétate de vinyle)	Tuyaux d'irrigation
1937	Poly(acétate de cellulose butyrate)	Couvercles, poignées
1938	Nylon (polyamide)	Ustensiles de cuisine, jouets
1938	Poly(vinyl acétal)	Intercalaires de sécurité pour le verre
1939	Poly(vinylidène chlorure)	Films pour sièges auto, papier, revêtements
1941	Mélamine-formaldéhyde	Vaisselle
1942	Polyester (réticulable)	Coques de bateaux
1942	Polyéthylène (faible densité)	Bouteilles compressibles
1943	Silicones	Moules de cuisson, revêtements antidérapants
1944	Polystyrène expansé	Gobelets, isolants
1945	Polyuréthane	Semelles de chaussures
1946	Époxy	Adhésifs, gaines
1947	Acrylique	Panneaux publicitaires, fenêtres
1950	Acrylonitrile-butadiène-styrène (ABS)	Boîtiers d'appareils électroménagers, meubles
1951	Polypropylène	Mousses, récipients
1952	Polycarbonate	Pièces automobiles
1953	Acétal résine	Roulements, engrenages
1954	Polyimide	Isolants thermiques
1955	Polyester saturé	Peintures, fibres de tapis

1957	Polyurée	Appareils électroménagers
1958	Poly(oxyde de chlorure de vinyle)	Tuyaux
1961	Polycarbonate	Machines à écrire
1962	Polyimide	Isolants
1964	Poly(phénylène oxyde)	Pièces électriques, moulages résistant à la chaleur
1966	Polyphénylène sulfure	Roulements, gaines, moulages haute température
1968	Polyimide	Revêtements thermiques pour roulements
1970	Poly(chlorure de vinylidène-acétate)	Films, gaines résistantes aux intempéries
1971	Polyuréthane thermoplastique	Feuilles de pare-chocs
1972	Polyesters insaturés	Pièces électroniques/électriques
1973	Hydroxyalkyl polyesters	Revêtements
1974	Résines acryliques	Lentilles de contact
1975	Polyamides nitrile	Cordes haute résistance
1975	Résines nitriles	Contenants

1. Généralités sur les polymères

Les plastiques sont constitués de polymères, des macromolécules formées par la répétition d'unités monomères**.**

2. Élaboration des polymères

Les polymères ont une masse molaire élevée et sont synthétisés par polymérisation :

- Polymérisation par étape (polycondensation) : implique des réactions successives avec élimination de sous-produits (ex. Eau).
- Polymérisation en chaîne (polyaddition) : réaction sans élimination de sous-produits, utilisée pour la production de polymères industriels (PE, PP, PVC).

3. Degré de Polymérisation et Masse Moléculaire

Le degré de polymérisation (DP) détermine la taille des macromolécules. Lorsqu'il est inférieur à 30, on parle d'oligomère, au-delà, c'est un polymère. (3)

Classification des Polymères

a. Selon leur Origine

- **Polymères naturels : ex**. Cellulose, protéines, caoutchouc.
- **Polymères artificiels :** dérivés de polymères naturels (ex. Acétate de cellulose).
- **Polymères synthétiques** : produits pour des applications variées.

b. Selon leur Nature Chimique

- **Polymères minéraux** : diamant, graphite, silicates.
- **Polymères organiques :** polyacryliques, polyamides.
- **Polymères mixtes :** combinant différentes propriétés**.**

c. Selon leur Échelle Moléculaire

- **Homopolymères** : constitués d'un seul type de monomère.
- **Copolymères :** composés de plusieurs types de monomères (statistiques, alternés, à blocs, greffés).

d. Selon leur Structure

- **Polymères amorphes** : structure désordonnée, sujets à la transition vitreuse.
- **Polymères semi-cristallins** : structure ordonnée avec point de fusion précis.
- **Polymères linéaires, ramifiés, à liaisons transversales et réticulés :** influençant rigidité et résistance.

e. Selon leur Comportement Thermique

- **Thermoplastiques** : malléables à la chaleur, recyclables.
- **Thermodurcissables** : durcissent de manière irréversible.
- **Élastomères** : flexibles et élastiques. (4)

Dans la présente étude, nous nous concentrerons uniquement sur les élastomères et les thermoplastiques.

Les élastomères :

Les élastomères, selon la définition générale de l'iupac, sont des polymères dotés d'une élasticité comparable à celle du caoutchouc. Ils se distinguent par leur comportement viscoélastique, leur faible module d'élasticité, leur grande capacité de déformation avant rupture et leurs faibles forces intermoléculaires. Parmi leurs nombreuses propriétés, ils offrent une bonne résistance à la chaleur, une grande facilité de déformation à température ambiante ainsi qu'une remarquable élasticité et flexibilité.

Grâce à ces caractéristiques, les élastomères sont des matériaux de choix, à la fois performants et économiques, utilisés dans divers secteurs tels que l'automobile, l'industrie, l'emballage ou encore la santé . Leur histoire remonte à environ 3000 ans, lorsque les civilisations mésoaméricaines ont commencé à exploiter le caoutchouc naturel. Toutefois,

C'est l'invention de la vulcanisation en 1839 par Charles Goodyear et Thomas Hancock qui a véritablement accéléré leur développement.

Aujourd'hui, l'industrie des élastomères occupe une place prépondérante sur le marché, portée par une demande croissante et un intérêt soutenu du monde industriel et académique. Cette expansion constante se traduit par une augmentation régulière des revenus mondiaux, estimés à 56 milliards de dollars en 2020.

Les élastomères, utilisés comme matrices polymères, permettent d'obtenir des nanocomposites aux propriétés améliorées. Leur fabrication nécessite un procédé spécifique incluant la vulcanisation et l'ajout d'un activateur de réticulation. Pour optimiser leurs performances, une dispersion homogène des charges inorganiques (silice, silicates, noir de carbone, nanotubes de carbone) est essentielle, ce qui est souvent obtenu par modification chimique des nanocharges . (5)

Élastomères thermoplastiques :

Les élastomères thermoplastiques (TPE) constituent une classe de matériaux polymères à la fois commercialement pertinente et scientifiquement intéressante. De manière générale, il s'agit de matériaux biphasés qui (i) combinent les propriétés des thermoplastiques vitreux ou semi-cristallins et des élastomères souples, et (ii) permettent de transformer des matériaux caoutchouteux en thermoplastiques. Ils peuvent consister en des macromolécules simples, où des segments thermoplastiques distincts, capables de former des domaines ou canaux

rigides à l'échelle nanométrique, sont liés de manière covalente à des segments caoutchouteux qui forment une matrice souple hébergeant ces domaines rigides. Grâce aux liaisons covalentes entre segments chimiquement distincts, ces domaines rigides peuvent constituer un réseau tridimensionnel de points de réticulation physique. En conséquence, les TPE possèdent des propriétés mécaniques comparables à celles des caoutchoucs vulcanisés (réticulés par liaisons covalentes), tout en présentant un réseau et des propriétés thermiquement réversibles. Cette caractéristique rend les TPE particulièrement adaptés aux procédés thermoplastiques à haut rendement, tels que l'extrusion à l'état fondu et le moulage par injection.

Deux types importants de TPE intrinsèques sont les copolymères séquencés à microphases séparées (y compris les greffés) et les polyuréthanes segmentés, bien que d'autres architectures de copolymères soient de plus en plus développées et disponibles. Dans certains cas, les TPE peuvent également être produits à partir d'homopolymères existants par mélange réactif. Dans ce travail, nous identifions et discutons certaines avancées récentes concernant les TPE et leurs applications.

Les copolymères séquencés diffèrent des copolymères segmentés (par exemple, les polyuréthanes) en termes de chimie et d'architecture moléculaire. Les copolymères segmentés peuvent être considérés comme des copolymères multiblocs linéaires, comportant un grand nombre de blocs (m, où m peut dépasser 50) et une polydispersité compositionnelle ou de poids moléculaire généralement élevée. Un copolymère composé des espèces A et B est désigné comme un copolymère séquencé lorsque le nombre de blocs discrets est faible, avec m égal à 2 ou 3 pour les copolymères diblocs et triblocs respectivement (des valeurs de m allant jusqu'à 8 ont été rapportées)

De plus, un copolymère à blocs n'est considéré comme un TPE dans ce travail que si l'un de ses blocs est un matériau souple (avec une faible température de transition vitreuse), tel qu'un polydiene (par exemple, l'isoprène), un siloxane ou un polyéther (par exemple, le glycol éthylène). Si les espèces constitutives sont suffisamment incompatibles, les copolymères à blocs et segmentés subissent une micro-séparation dans l'état fondu, formant des matériaux nanostructurés (biphasés) qui possèdent les propriétés thermo-mécaniques des deux espèces. En raison de leurs valeurs généralement faibles de m et de leur faible polydispersité, les molécules de copolymères à blocs peuvent s'auto-organiser en morphologies très ordonnées,

notamment des micelles sur un réseau cubique, des cylindres sur un réseau hexagonal, des canaux bicontinuous et des lamelles co-alternées. Une description remarquable des processus physiques gouvernant l'auto-organisation des copolymères à blocs est donnée par Hamley, ainsi que des revues spécialisées sur les copolymères à microphases ordonnées et les polymères synthétiques auto-organisés.

En raison de leur architecture moléculaire plus complexe et de leur polydispersité plus élevée, les copolymères segmentés subissent une micro-séparation en éléments

Nanostructuraux moins bien définis. Bien que leurs propriétés biphasées soient souvent préservées, ces matériaux ne s'organisent généralement pas en morphologies périodiques. Les polyuréthanes, en particulier, sont utilisés dans une large gamme d'applications contemporaines, et une vaste compilation de données chimiques et de propriétés concernant divers polyuréthanes a été récemment publiée par Szycher.

Une autre catégorie de TPE, brièvement mentionnée ici, repose sur la chimie des polyoléfines et inclut des polyéthylènes de densité ultrafaible. En outre, des TPE peuvent être générés par des modifications chimiques appropriées (par exemple, la vulcanisation dynamique) de certains homopolymères caoutchouteux. Parmi les ressources générales pertinentes dans ce domaine figurent les ouvrages édités par Martuscelli et al. Et Cheremisinoff . Des stratégies de procédés telles que la pulvérisation à l'état solide (S3P) et l'alliage mécanique cryogénique (CMA,) sont également étudiées comme de nouvelles voies pour disperser des homopolymères dans des mélanges à l'échelle nanométrique et potentiellement produire des TPE par des moyens physiques.

L'importance des TPE dans la technologie commerciale et la recherche fondamentale ne peut être surestimée, comme en témoigne le nombre d'accomplissements récents dans ce domaine fertile. Dans cette brève revue, il est regrettable que tous les progrès réalisés depuis décembre 1998 ne puissent pas être mentionnés. Nous choisissons donc de concentrer notre attention spécifiquement sur les avancées concernant les copolymères séquencés et segmentés TPE. (6)

Définition de LLDPE :

Le polyéthylène linéaire à basse densité (LLDPE) est un copolymère d'éthylène et d'α-oléfine, avec des séquences linéaires et une certaine quantité de ramifications courtes responsables de sa forte cristallinité. Cela confère au LLDPE des propriétés supérieures telles qu'une résistance à la traction, une résistance au déchirement et une bonne résistance à la perforation, ce qui explique son utilisation extensive dans la fabrication de films et pour la modification de polymères.(7)

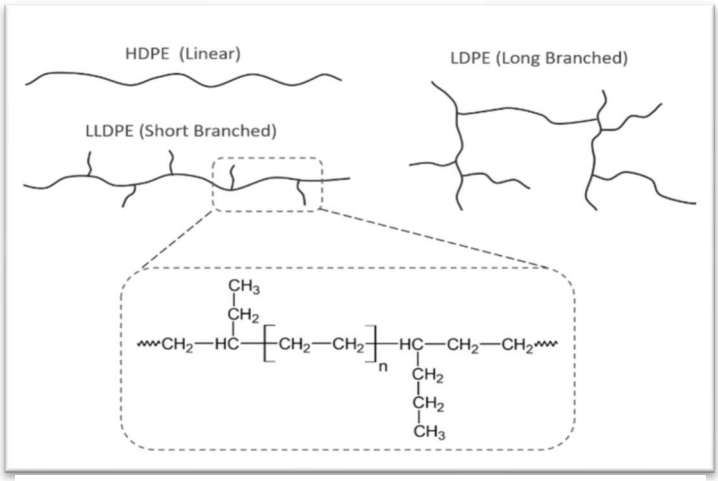


Figure 2: différentes structures de polyéthylène

Films Étirables : Définition et Propriétés

Les films étirables sont des films élasto-plastiques hautement extensibles. Lorsqu'ils sont tendus autour d'un produit, ils génèrent une tension résiduelle qui assure une adhérence ferme à son contour. De plus en plus utilisés en remplacement des rubans, films rétractables et bandes métalliques, ils constituent aujourd'hui une solution privilégiée pour la palettisation et le regroupement des produits. Leur popularité croissante s'explique par plusieurs avantages, notamment (8):

- Réduction des coûts de manutention ;
- Économies de main-d'œuvre ;
- Diminution des frais de transport ;
- Protection efficace des produits ;

- Meilleur contrôle des stocks grâce à la transparence du film, facilitant l'identification des articles.

Le film étirable est employé pour regrouper et stabiliser les marchandises en vue de leur transport. Il s'agit d'un film mince, appliqué soit manuellement, soit à l'aide d'une machine, puis enroulé autour des emballages afin d'assurer leur maintien. Grâce à ses propriétés auto-adhésives, il adhère à lui-même ainsi qu'à la palette, garantissant ainsi la sécurisation de la charge. Dans son utilisation la plus courante, il est appliqué sur une palette empilée à l'aide d'une banderoleuse équipée d'un système de pré-étirage électrique, dans le cadre d'un processus automatisé.(9)



Figure2 : Filmeuse de palettes automatique avec anneau rotation

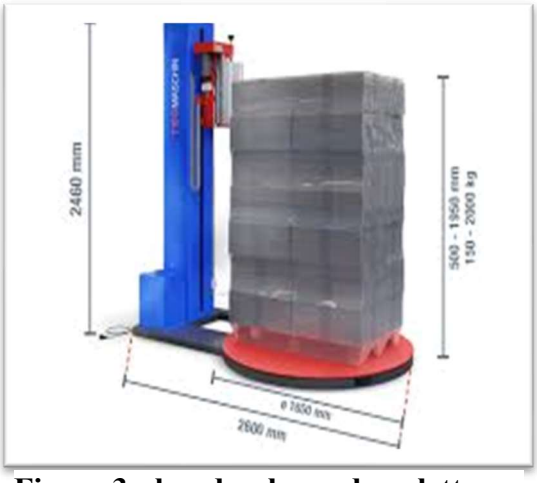


Figure 3 : banderoleuse de palettes

Formulation Des Films Étirables :

Les films étirables ou collants peuvent être fabriqués selon deux procédés : le film coulé (cast) et le film soufflé (blown). La majorité de ces films sont des structures coextrudées composées de trois à sept couches. Actuellement, la plupart des lignes de production de films coulés sont équipées pour réaliser des films à cinq couches, tandis que les films soufflés sont généralement constitués de trois couches.

Le LLDPE constitue le principal composant des films étirables. Toutefois, pour des applications spécifiques, des coextrusions intégrant des couches supplémentaires de PP, EVA, POP, m-LLDPE, EPE ou ULDPE peuvent être employées. Dans la plupart des structures de films étirables, une résine possédant une bonne adhérence naturelle est utilisée sur une ou deux couches de surface afin d'optimiser les propriétés d'adhérence du film.(10)

Tableau 2 : film étirable pour palettes

Structure	Layers (%)			Gauge (μm)
Stretch cling film				
EVA/ULDPE/LLDPE	10	80	10	15–30
ULDPE/LLDPE/ULDPE	10	80	10	15–30
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
EMA/LLDPE/PP	10	80	10	15–30
POP/LLDPE/PP	10	80	10	15–30
ULDPE/LLDPE/LLDPE/e-LLDPE/PP	10	20 | 30 | 30 | 10		10–30

Un agent collant, tel que le polyisobutylène (PIB), peut être incorporé à la structure du film étirable afin d'optimiser son adhérence. Ce type de film est principalement utilisé pour stabiliser et regrouper des palettes, qu'elles soient entièrement ou partiellement chargées, contenant divers produits tels que des sacs de résine, d'engrais, des biens de consommation et des produits alimentaires lors de leur distribution.

Avant la mise en vente des articles emballés, ces films sont généralement retirés par les détaillants. Pour assurer une performance optimale, un film étirable doit répondre à plusieurs critères essentiels :

- Excellente adhérence pour maintenir efficacement les charges,
- Grande extensibilité afin d'optimiser l'utilisation du matériau,
- Bonne rétention de charge pour garantir la stabilité du conditionnement,
- Haute résistance à la perforation afin de prévenir les déchirures accidentelles.

Lors de son utilisation, le film est étiré et orienté à température ambiante. Cet étirage à froid améliore sa résistance mécanique et, si l'étirement reste dans la plage élastique du polymère, les molécules du film tentent naturellement de retrouver leur configuration initiale dès que la contrainte est relâchée, garantissant ainsi un bon maintien des marchandises.(11)

Historiquement, les films étirables étaient principalement fabriqués à partir de LDPE, EVA et PVC. Cependant, le LLDPE métallocène (m-LLDPE) est de plus en plus utilisé en raison de ses excellentes propriétés mécaniques, notamment une meilleure résistance à la déchirure, à l'impact et à la traction.(12)

Le polyéthylène (PE) requiert l'ajout d'additifs, comme le polyisobutylène (PIB), afin d'améliorer son adhérence, tandis que l'eva possède une adhésivité naturellement élevée. L'adhérence de l'eva augmente avec une teneur plus importante en acétate de vinyle (VA), mais cette concentration doit être maîtrisée. En effet :

- Dans un film soufflé, une teneur en VA supérieure à 18 % en poids peut provoquer un blocage des couches.
- Dans un film coulé, une concentration élevée en VA peut entraîner un collage excessif du rouleau refroidisseur, provoquant ainsi une instabilité de la tension de la

Ligne, un refroidissement différentiel et une altération des performances mécaniques.(12)

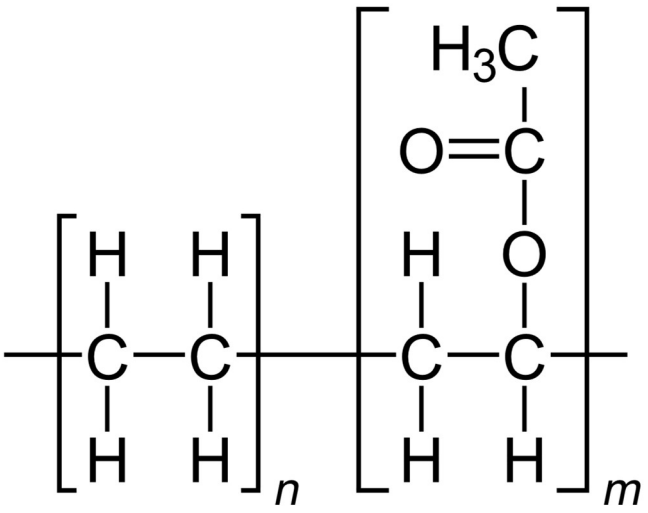


Figure 4: structure de l'éthylène vinyle acétate (EVA)(13)

Propriétés Mécaniques et Fonctionnelles

L'étude a analysé l'effet de la concentration en VA et PIB sur différentes propriétés mécaniques et adhésives des films étirables :

Propriétés Mécaniques

- Une augmentation du VA améliore l'élasticité et la résistance en traction dans la direction machine (MD), mais n'affecte pas significativement la direction transversale (TD).

- L'augmentation du PIB n'a pas d'effet significatif sur la résistance à la traction mais améliore l'élongation du film.

- La présence de VA réduit la cristallinité du film, ce qui affecte légèrement sa rigidité et sa résistance.

Adhérence et Propriétés Tack (Cling)

- Une concentration en VA plus élevée (12-18 %) et en PIB (15-20 %) améliore considérablement l'adhésion du film.

- Le vieillissement du film pendant 14 à 21 jours à 45 °C optimise l'effet de tack, mais au-delà, il y a une légère diminution(13–15)

Comportement élastoviscoplastique :

Choix de la surface de charge plastique :

Dans un premier temps, la phase fluide est considérée comme ayant un comportement purement élastique, ne générant aucun phénomène dissipatif en dehors de ceux associés à la diffusion des espèces mobiles du mélange — telles que la phase amorphe libre, le plastifiant et d'éventuels autres composants.(16)

Techniques de caractérisation et conduite des essais :

Nous présentons ci-après les différentes techniques mises en œuvre pour caractériser les mélanges polymères étudiés, dans le but d'identifier leurs propriétés mécaniques optimales. Les matériaux polymériques sont d'abord mélangés mécaniquement. Les composants, dosés selon différents pourcentages, sont introduits dans un mélangeur à froid, puis extrudés, granulés et enfin injectés.(17)

Des éprouvettes normalisées pour les essais de traction et de résilience sont ensuite préparées. Ces échantillons font l'objet d'une caractérisation physico-chimique incluant la mesure de l'indice de fluidité, la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF), ainsi que l'analyse enthalpique différentielle (DSC – *Differential Scanning Calorimetry*). Les surfaces de rupture, issues des essais de traction ou de résilience, sont examinées au microscope électronique à balayage (MEB).(14,18)

La caractérisation mécanique repose principalement sur des essais de traction uniaxiale et des essais de résilience.

Caractérisation physico- chimique :

Nous nous intéressons aux caractéristiques des mélanges élaborés : tel que leurs indices de fluidité, leurs températures de fusion et les groupements fonctionnels qu'ils possèdent

L'indice de fluidité :

L'indice de fluidité des matières plastiques, en anglais melt flow index (MFI), est la mesure, avec un plastomètre, du débit gravimétrique d'un échantillon extrudé à travers une filière selon des conditions de diamètre, de longueur, de température et de pression spécifiques.

Mode de fonctionnement du plastomètre :

A chaque type de polymère correspondent des conditions normalisées de température et de pression. Cependant pour comparer un même type de polymère les conditions d'essai doivent être identiques.(19) .Le plasomètre peut être considéré comme un rhéomètre fonctionnant dans des conditions de faible cisaillement. Bien que les contraintes et les vitesses de cisaillement soient plus faibles que celles existantes dans la plupart des procédés de fabrication, les résultats obtenus procurent une indication utile sur la fluidité des différents matériaux au cours de leur transformation.(20)

Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF)

L'analyse infrarouge regroupe un ensemble de méthodes non destructives permettant l'identification et le dosage de composés, basées sur l'absorption ou la réflexion des radiations électromagnétiques par l'échantillon. Ces radiations se situent dans une plage allant de 1 à 50 µm, divisée en deux domaines : l'infrarouge proche (1 à 2,5 µm) et l'infrarouge moyen (2,5 à 50 µm).(21)

Bien que le proche infrarouge offre peu d'absorptions spécifiques, il est largement utilisé pour les analyses quantitatives, notamment dans les laboratoires de contrôle. En revanche, le domaine de l'infrarouge moyen fournit des informations structurales beaucoup plus riches, ce qui en fait un outil privilégié pour l'identification des composés organiques, permettant ainsi d'obtenir une véritable "empreinte digitale" des molécules.

Tableau 3 : Fréquences infrarouges des composés chimiques et exemples de polymères les contenant (22)

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

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) est particulièrement répandue dans le milieu industriel, notamment pour l'analyse des polluants, le contrôle en temps réel des procédés, ou encore le tri de matériaux dans le cadre du recyclage.(22)

Résumé du principe de la spectroscopie IRTF

La spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF) repose sur l'analyse des vibrations internes des molécules, notamment les vibrations d'élongation et de déformation. Lorsqu'un rayonnement infrarouge traverse un échantillon, certaines liaisons chimiques absorbent une partie de cette énergie, entraînant des changements dans leur fréquence de vibration. Cette absorption spécifique produit des bandes caractéristiques dans le spectre infrarouge.(23,24)

L'interaction se fait entre la radiation électromagnétique et le dipôle électrique formé par les atomes liés. Si la fréquence du rayonnement coïncide avec celle de la vibration de la liaison, l'énergie est absorbée. Ce phénomène ne se produit que si la liaison possède un moment dipolaire, c'est-à-dire une polarité suffisante.

Les molécules symétriques comme O_2, N_2 ou Cl_2, qui n'ont pas de dipôle permanent, n'interagissent pas avec le rayonnement infrarouge moyen, et sont donc invisibles

(transparentes) dans cette région du spectre. La spectroscopie IRTF est ainsi un outil puissant pour identifier les liaisons chimiques et caractériser les composés organiques.(25)

Impact du Type de LLDPE sur les Propriétés Mécaniques et d'Adhérence des Films Coulés :

Dans cette étude, **Small** analyse l'effet de la variation des paramètres du LLDPE (type de comonomère, densité et indice de fluidité) sur les propriétés mécaniques et adhésives des films coulés monocouches. Le niveau de polyisobutylène (PIB) est maintenu constant à 8 **%** sous forme de mélange-maître.

Les tests réalisés incluent :

- Analyse DSC pour mesurer la cristallinité du film,
- Spectroscopie FTIR pour évaluer l'orientation cristalline,
- Essai de déchirure du pantalon,
- Tests d'adhérence et de traction du film.

Les résultats montrent que l'orientation cristalline diminue lorsque l'indice de fluidité (MFR) est plus faible. Cette diminution entraîne une réduction du module, du taux de cristallinité et de la résistance à la déchirure. Comparativement, le LLDPE à base d'octène présente une meilleure résistance à la déchirure que celui à base d'hexène.

Concernant l'adhérence, elle est influencée par deux facteurs majeurs :

a. **Cristallinité** : Une cristallinité plus faible favorise une plus grande migration du PIB vers la surface, améliorant ainsi l'adhérence.

b. **Orientation cristalline** : Une orientation plus élevée réduit l'adhérence, car elle limite la diffusion du PIB. Dans certains cas, l'effet de l'orientation prédomine sur celui de la cristallinité. (26)

Propriétés des Films Étirables :

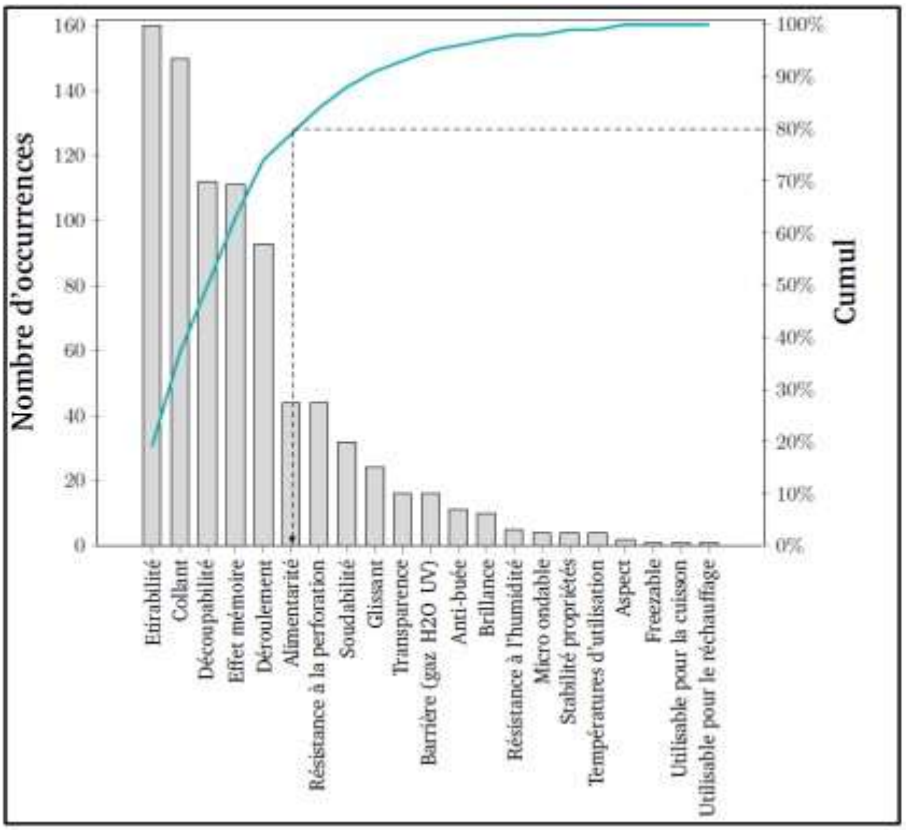


Figure 5:Diagramme de pareto permettant de déterminer les propriétés macroscopiques des polymères

Une analyse fonctionnelle des films étirables, associée à une classification de type **Pareto** a permis de mettre en évidence les principales caractéristiques garantissant leur performance

En phase d'utilisation. Cette étude s'appuie sur l'examen de documents commerciaux et l'analyse des retours clients.

Afin de mieux cibler la recherche, il a été décidé de concentrer l'étude sur les films spécialement conçus pour les machines d'emballage automatique. À cet effet, plusieurs critères ont été retenus :

- L'aptitude à l'étirement .
- La capacité de récupération partielle après étirement .
- L'adhésion du film sur lui-même (cling) .
- Une découpe nette et précise .
- Un déroulement fluide et homogène.

Pour assurer un emballage efficace des barquettes par les machines automatiques, le film doit être suffisamment déformable sans risque de rupture et présenter un retour élastique modéré (également appelé effet mémoire dans l'analyse Pareto). Ce dernier représente l'un des principaux défis liés aux films en polyoléfines. Un retour élastique trop marqué ou trop rapide empêche le film de rester en position étirée avant sa fixation sous la barquette, compromettant ainsi l'emballage.

Par ailleurs, la qualité de la découpe est un facteur déterminant. Une découpe imprécise peut entraîner des tensions excessives lors du fonctionnement de la machine, accentuant ainsi le retour élastique et augmentant le risque de rupture. De même, un déroulement irrégulier du film peut provoquer des contraintes supplémentaires, favorisant les déchirures et une mauvaise tenue de l'emballage.

Enfin, pour garantir le maintien des barquettes après l'emballage, le film doit posséder un bon pouvoir adhésif (cling), lui permettant de bien adhérer à lui-même et d'assurer une fermeture efficace.

Méthode rhéologique :

Les méthodes rhéologiques pour déterminer le comportement thermodynamique des mélanges de polyéthylène linéaire et ramifié ont fait l'objet de nombreuses études (27),(28),(29) . Il a été rapporté que les propriétés thermorhéologiques et de traitement des mélanges sont largement déterminées par les niveaux de poids moléculaire LCB(30) ,(31), Mw et sa distribution (MWD)(30). Dans le cas du polyéthylène basse densité linéaire

(LLDPE), sa miscibilité avec le polyéthylène basse densité (LDPE) est grandement influencée par la distribution des ramifications.(32),(33),(34) La plupart des études s'accordent à dire que le LLDPE/LDPE sont des mélanges miscibles à de faibles compositions de LDPE, qui deviennent immiscibles à des compositions plus élevées.(35),(36) Le comonomère hexène dans le LLDPE favorise l'immiscibilité,(32).(37) tandis que le comonomère octène favorise la miscibilité.(38) De plus, les LLDPE à faible poids moléculaire favorisent mieux la miscibilité que ceux à Mw élevé.(39)

Influence de la Ramification à Longue Chaîne et de la Distribution de Masse Moléculaire sur les Propriétés Rhéologiques des Polyéthylènes Métallocènes :

Préparation des films composites LLDPE/LDPE:

Le LLDPE et le LDPE ont été séchés à 80°C pendant 12 heures. Les films composites ont été préparés à l'aide d'une machine de moulage par soufflage PLE330 Brabender selon un rapport donné de LLDPE et LDPE. Les fractions en poids de LDPE dans les films composites étaient de 0 %, 10 %, 20 % et 30 %. La température de traitement était de 130°C pour la zone d'alimentation, 150°C pour la zone de compression, 170°C pour la zone de fusion et 180°C pour la filère. La vitesse de la vis était de 25 tr/min.(40)

L'hypothèse de cette étude est que la force de maintien appliquée par le film étirable sur la charge palettisée améliore la stabilité de la charge. L'objectif était de déterminer l'existence

D'une corrélation entre le pourcentage de pré-étirabilité du film et l'évolution de la force de maintien ainsi que la stabilité de la charge.(41)

Les films de LLDPE et de mlldpe possèdent des propriétés mécaniques optimales qui les rendent particulièrement adaptés aux applications de films étirables et adhérents. Ils se

distinguent par leur haute résistance à la traction, leur excellente capacité d'étirement ainsi que leur robustesse face à la déchirure et à la perforation. Pour améliorer l'adhérence de leur surface, notamment dans les usages d'emballage, on peut y incorporer du polyisobutylène

(PIB) en tant qu'agent tackifiant. La migration de ce dernier vers la surface du film dépend de la morphologie du polymère développée lors du processus de fabrication. (42)

Caractérisation et Mélanges de Résines Polyéthylène à Basse Densité Linéaire (LLDPE) :

Résines et mélanges de polyéthylène Les résines LLDPE métallocènes utilisées dans cette étude étaient un copolymère d'octane (Affinity PL1840G), fourni par DOW Chemicals, et un copolymère de butane fourni par exxonmobil (Exact 3128). De plus, deux résines LLDPE Ziegler-Natta ont été utilisées : un copolymère d'hexane, fourni par exxonmobil (LL3001), et un copolymère d'octane (Dowlex 2045G), fourni par DOW Chemicals. La résine LLDPE utilisée dans ce travail est la 662I, fournie par Dow Chemicals. Tous les LLDPE présentent un indice de fluidité à chaud (IM) similaire, d'environ 1. La résine LLDPE présente un IM bien inférieur, principalement en raison du LCB. Les résines LLDPE métallocènes ont été désignées respectivement par m-LLDPE I et m-LLDPE II pour les copolymères de butane et d'octane ; de même, les LLDPE Ziegler-Natta ont été désignés respectivement par ZN-LLDPE I et ZN-LLDPE II pour les copolymères d'hexane et d'octane. Le tableau 1 répertorie tous les polymères utilisés, ainsi que leurs indices de fluidité à chaud, leurs masses volumiques à température ambiante et leurs viscosités à cisaillement nul à 150 °C, qui donnent une indication de leur masse moléculaire relative.

La résine LDPE a été mélangée à l'état fondu avec chaque résine LLDPE afin de créer des mélanges LLDPE/LDPE présentant des compositions pondérales de 99/1, 95/5, 90/10, 80/20, 50/50 et 25/75, respectivement. Le mélange a été réalisé comme suit : les composants d'origine ont été mélangés et broyés dans un mélangeur/broyeur Brabender afin de réduire

La taille des granulés. Ensuite, le mélange, sous forme de flocons, a été mélangé et introduit dans une extrudeuse monovis à faible vitesse (25 tr/min), à l'aide d'une vis dont les éléments de mélange étaient situés près de l'extrémité de la zone de dosage. La température de la filière a été maintenue constante à environ 160 °C. Les extrudats ont ensuite été granulés

Pour faciliter leur manipulation. Le mélange 99/1 a été produit en deux étapes de dilution, la première étant la dilution 95/5. Les systèmes de mélange final des différents LLDPE avec le LDPE (662I) sont étiquetés comme suit : les deux systèmes de mélange Zigler-Natta sont appelés ZN-LLDPE I/LDPE et ZN-LLDPE II/LDPE, et les deux systèmes de mélange métallocène sont appelés mllldpe I/LDPE et m-LLDPE II/LDPE.

Les propriétés des différentes résines LLDPE utilisées dans cette étude sont présentées ci-dessous.

Tableau 4 :Caractérisation des Résines PEBDL Métallocènes et Ziegler-Natta et Élaboration de Mélanges PEBDL/PEBDL :(43)

Sample ID	Resin Type	Melt Index (g/10 min) (190 °C)	Density (g/cc) (25 °C)	η_0 (Pa s) 150 °C
m-LLDPE I	Exact 3128	1.3	0.900	11,383
m-LLDPE II	Affinity PL1840G	1.0	0.920	34,116
ZN-LLDPE I	LL3001.32	1.0	0.917	17,448
ZN-LLDPE II	Dowlex 2045G	1.0	0.920	16,994
LDPE	DOW 662I	0.47	0.919	127,900

En complément, une analyse plus détaillée de leurs caractéristiques moléculaires et de leur mise en mélange est donnée ci-après.

Les caractéristiques des différents LLDPE utilisés dans cette étude sont répertoriées dans le tableau 2. Les poids moléculaires et leurs distributions ont été mesurés par chromatographie d'exclusion de taille, réalisée par Rapra Technology Ltd. (UK). Chaque mélange a été

Formulé avec 8 % de masterbatch PIB (Polytechs SA), contenant 52 ± 2 % de PIB dans un LLDPE à base d'octène (densité = 0,919 g/cm³, MFI = 1,1 g/10 min). Les composants ont été soigneusement mélangés avant d'être directement introduits dans la trémie de l'extrudeuse. (42)

Tableau 5 : Propriétés du polymères.(42)

Tableau 5 : propriétés des polymères							
Polymère	Type de polymere	Type de Comonomère	Densité (g/cm^3)	MFI (g/10min)	Mw	Mn	MWD (Pd)
A	Metallocene	Hexene	0.918	4.5	75,400	34,300	2.2
B	Metallocene	Hexene	0.918	2.5	88,000	36,000	2.5
C	Metallocene	Hexene	0.918	2.5	81,300	35,900	2.3
D	Metallocene	Hexene	0.918	1.1	122,500	50,100	2.4
E	Metallocene	Octene	0.917	4.0	85,100	26,800	3.2
F	LLDPE	Octene	0.919	1.1	129,500	32,700	4.0
G	LLDPE	Octene	0.903	1.5	132,500	31,900	4.1
H	Metallocene	Octene	0.920	0.85	130,000	39,700	3.3
I	Metallocene	Butene	0.905	1.0	112,000	54,200	2.1

Bibliographie

BIBLIOGRAPHIE

1. Yhello. Matériaux et procédés d'emballage pour les industries alimentaires, cosmétiques et pharmaceutiques [Internet]. ISTE Group. [cited 2025 Mar 10]. Available from: https://www.istegroup.com/fr/produit/materiaux-et-procedes-demballage-pour-les-industries-alimentaires-cosmetiques-et-pharmaceutiques/

2. Ebewele RO. Polymer Science and Technology. Boca Raton: CRC Press; 2000. 483 p.

3. Mécanique des matériaux solides ; 2e édition - Jean Lemaitre, Jean-louis Chaboche - Dunod - Grand format - Le Hall du Livre Nancy [Internet]. [cited 2025 Feb 5]. Available from: https://halldulivre.com/livre/9782100056620-mecanique-des-materiaux-solides-2e-edition-jean-lemaitre-jean-louis-chaboche/

4. Dupuy JS. Identification des propriétés mécaniques de matériaux composites par analyse vibratoire [Internet] [phdthesis]. Université Montpellier II - Sciences et Techniques du Languedoc; 2008 [cited 2025 Feb 5]. Available from: https://theses.hal.science/tel-00383234

5. Graphene/elastomer nanocomposites. Carbon [Internet]. 2015 Dec 1 [cited 2025 Jan 29];95:460–84. Available from: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S000862231530172X

6. Spontak RJ, Patel NP. Thermoplastic elastomers: fundamentals and applications. Curr Opin Colloid Interface Sci [Internet]. 2000 Nov 1 [cited 2025 Jan 31];5(5):333–40. Available from: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359029400000704

7. Li SC, Li B, Qin XM. Properties of LLDPE Film Modified by LDPE. Polym-Plast Technol Eng [Internet]. 2012 Feb 1 [cited 2025 Feb 18];51(3):307–10. Available from: https://doi.org/10.1080/03602559.2011.639833

8. Researchgate [Internet]. [cited 2025 Mar 13]. Stretch Film Properties - Effects of Equipment and Process Variables. Available from: https://www.researchgate.net/publication/249358431_Stretch_Film_Properties_-_Effects_of_Equipment_and_Process_Variables

9. Researchgate [Internet]. [cited 2025 Mar 13]. PE-Based Multilayer Film Structures. Available from: https://www.researchgate.net/publication/303577818_PE-Based_Multilayer_Film_Structures

10. Butler TI, Morris BA. PE-Based Multilayer Film Structures. In: Multilayer Flexible Packaging [Internet]. Elsevier; 2016 [cited 2025 Mar 16]. P. 281–310. Available from: https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B978032337100100017X

11. Mcnally GM, Small CM, Murphy WR, Garrett G. 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. J Plast Film Sheeting [Internet]. 2005 Jan [cited 2025 Mar 16];21(1):69–83. Available from: https://hal.science/hal-00572058

12. Mcnally GM, Small CM, Murphy WR, Garrett G. 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. J Plast Film

Sheeting [Internet]. 2005 Jan [cited 2025 Mar 17];21(1):69–83. Available from: https://hal.science/hal-00572058

13. Lipsitt, B. (1998). Performance Properties of Metallocene Polyethylene, EVA and Flexible PVC Films. Medical Plastics and Biomaterials. - بحث Google [Internet]. [cited 2025 Mar 17]. Available from: https://www.google.com/search?Q=Lipsitt%2C+B.+(1998).+Performance+Properties+of+Metallocene+Polyethylene%2C+EVA+and+Flexible+PVC+Films.+Medical+Plastics+and+Biomaterials.&oq=Lipsitt%2C+B.+(1998).+Performance+Properties+of+Metallocene+Polyethylene%2C+EVA+and+Flexible+PVC+Films.+Medical+Plastics+and+Biomaterials.&gs_lcrp=egzjahjvbwuybggaeeuyotihcaeqiripajihcaiqiripajihcamqiripatibcdexntvqmgo3qaiisaib8quja9thlhlujg&sourceid=chrome&ie=UTF-8

14. Cho H, Mayer S, Pöselt E, Susoff M, in 't Veld PJ, Rutledge GC, et al. Deformation mechanisms of thermoplastic elastomers: Stress-strain behavior and constitutive modeling. Polymer [Internet]. 2017 Oct 16 [cited 2025 Feb 2];128:87–99. Available from: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0032386117308595

15. Researchgate [Internet]. [cited 2025 Mar 17]. Study of transport of small molecules through ethylene-co-vinyl acetate copolymers films. Part B: CO2 and O2 gases. Available from: https://www.researchgate.net/publication/256971188_Study_of_transport_of_small_molecules_through_ethylene-co-vinyl_acetate_copolymers_films_Part_B_CO2_and_O2_gases

16. Cangemi L. Une approche m□so-macro continue pour la mod□lisation du comportement des polym□res semi-cristallins □ usage structurala mesoscopic continuum modelling for the behaviour of semicrystalline polymers for structural applications. M□canique Ind [Internet]. 2002 Nov [cited 2025 Apr 7];3(6):557–70. Available from: https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1296213902012010

17. Vasile C, Schneider IA. Sur la pseudo-compatibilite des systemes polymere-polymere. Eur Polym J [Internet]. 1973 Oct 1 [cited 2025 Apr 7];9(10):1063–7. Available from: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0014305773900839

18. Massardier V. Etat de l'art concernant la compatibilité des matières plastiques.

19. Le rôle de l'interface dans la mise en forme des mélanges de polymères immiscibles [The Role of the Interface in Shaping Immiscible Polymer Blends] [Internet]. [cited 2025 Apr 7]. Available from: https://www.researchgate.net/publication/236133178_Le_role_de_l'interface_dans_la_mise_en_forme_des_melanges_de_polymeres_immiscibles_The_Role_of_the_Interface_in_Shaping_Immiscible_Polymer_Blends

20. Aid S. Etude de la miscibilité des polymères par la méthode de coalescence des grains en vue du recyclage des DEEE par rotomoulage [Internet] [phdthesis]. Ecole nationale supérieure d'arts et métiers - ENSAM; 2017 [cited 2025 Apr 7]. Available from: https://pastel.hal.science/tel-01769980

21. Cimmino S, Martuscelli E, Silvestre C, Canetti M, De Lalla C, Seves A. Poly(ethylene oxide)/poly(ethyl methacrylate) blends: Crystallization, melting behavior, and miscibility. J Polym Sci Part B Polym Phys [Internet]. 1989 [cited 2025 Apr

7];27(9):1781–94. Available from: https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/polb.1989.090270901

22. Researchgate [Internet]. [cited 2025 Apr 7]. Crystallization and melting behavior of compatibilized polymer blends. Available from: https://www.researchgate.net/publication/338311799_Crystallization_and_melting_behavior_of_compatibilized_polymer_blends

23. Vanneste M, Groeninckx G. Miscibility, crystallization and melting behaviour, and semicrystalline morphology of ternary blends of poly(-caprolactone), poly(hydroxy ether of bisphenol A) and poly(styrene- co-acrylonitrile): 1. Miscibility, crystallization and melting behaviour.

24. Guo Q, Harrats C, Groeninckx G, Reynaers H, Koch MHJ. Miscibility, crystallization and real-time small-angle X-ray scattering investigation of the semicrystalline morphology in thermosetting polymer blends. Polymer [Internet]. 2001 Jun 1 [cited 2025 Apr 7];42(14):6031–41. Available from: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0032386101000933

25. Dreezen G, Fang Z, Groeninckx G. Miscible binary blends of poly(ethylene oxide) and poly(ether sulphone). Part 1: crystallization kinetics, morphology and thermal behavior. Polymer [Internet]. 1999 Oct 1 [cited 2025 Apr 7];40(21):5907–17. Available from: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S003238619800809X

26. Researchgate [Internet]. [cited 2025 Mar 17]. The Effect of Polymer Properties on the Mechanical Behavior and Morphological Characteristics of Cast Polyethylene Film for Stretch and Cling Film Applications. Available from: https://www.researchgate.net/publication/249358358_The_Effect_of_Polymer_Properties_on_the_Mechanical_Behavior_and_Morphological_Characteristics_of_Cast_Polyethylene_Film_for_Stretch_and_Cling_Film_Applications

27. Yamaguchi M, Abe S. LLDPE/LDPE blends. I. Rheological, thermal, and mechanical properties. J Appl Polym Sci [Internet]. 1999 [cited 2025 Mar 9];74(13):3153–9. Available from: https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/%28SICI%291097-4628%2819991220%2974%3A13%3C3153%3A%3AAID-APP18%3E3.0.CO%3B2-T

28. Researchgate [Internet]. [cited 2025 Mar 9]. Melt strength of linear low-density polyethylene/low-density polyethylene blends. Available from: https://www.researchgate.net/publication/230147956_Melt_strength_of_linear_low-density_polyethylenelow-density_polyethylene_blends

29. Hussein, I. A.; Williams, M. C. Rheol Acta 2004, 43, 604–614. - بحث Google [Internet]. [cited 2025 Mar 9]. Available from: https://www.google.com/search?Q=Hussein%2C+I.+A.%3B+Williams%2C+M.+C.+Rheol+Acta+2004%2C+43%2C+604%E2%80%93614.&oq=Hussein%2C+I.+A.%3B+Williams%2C+M.+C.+Rheol+Acta+2004%2C+43%2C+604%E2%80%93614.&gs_lcrp=egzjahjvbwuybggaeeuyotihcaeqiripajihcaiqiripajihcamqiripatibcde4mzlqmgo3qaiisaib8qw2tk6pzh7daa&sourceid=chrome&ie=UTF-8

30. Rheological study of the influence of branch content on the miscibility of octene m-LLDPE and ZN-LLDPE in LDPE [Internet]. [cited 2025 Mar 12]. Available from:

https://www.researchgate.net/publication/227692667_Rheological_study_of_the_influence_of_branch_content_on_the_miscibility_of_octene_m-LLDPE_and_ZN-LLDPE_in_LDPE

31. Researchgate [Internet]. [cited 2025 Mar 12]. A Review on Fault Detection and Process Diagnostics in Industrial Processes. Available from: https://www.researchgate.net/publication/344836896_A_Review_on_Fault_Detection_and_Process_Diagnostics_in_Industrial_Processes

32. Hussein IA, Williams MC. Rheological study of the influence of branch content on the miscibility of octene m-LLDPE and ZN-LLDPE in LDPE. Polym Eng Sci [Internet]. 2004 [cited 2025 Mar 12];44(4):660–72. Available from: https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/pen.20060

33. Al-Attar F, Alsamhan M, Al-Banna A, Samuel J. Thermal, Mechanical and Rheological Properties of Low Density/Linear Low Density Polyethylene Blend for Packing Application. J Mater Sci Chem Eng [Internet]. 2018 Jan 5 [cited 2025 Mar 12];6(1):32–8. Available from: https://www.scirp.org/journal/paperinformation?Paperid=81574

34. Hussein IA. Implications of melt compatibility/incompatibility on thermal and mechanical properties of metallocene and Ziegler–Natta linear low density polyethylene (LLDPE) blends with high density polyethylene (HDPE): influence of composition distribution and branch content of LLDPE. Polym Int [Internet]. 2004 [cited 2025 Mar 12];53(9):1327–35. Available from: https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/pi.1528

35. A Molecular Dynamics Study.

36. Researchgate [Internet]. [cited 2025 Apr 12]. Melt strength of linear low-density polyethylene/low-density polyethylene blends. Available from: https://www.researchgate.net/publication/230147956_Melt_strength_of_linear_low-density_polyethylenelow-density_polyethylene_blends

37. Researchgate [Internet]. [cited 2025 Apr 12]. Rheological study of the influence of branch content on the miscibility of octene m-LLDPE and ZN-LLDPE in LDPE. Available from: https://www.researchgate.net/publication/227692667_Rheological_study_of_the_influence_of_branch_content_on_the_miscibility_of_octene_m-LLDPE_and_ZN-LLDPE_in_LDPE

38. Researchgate [Internet]. [cited 2025 Apr 12]. Thermorheological properties of LLDPE/LDPE blends. Available from: https://www.researchgate.net/publication/226575179_Thermorheological_properties_of_LLDPELDPE_blends

39. Delgadillo-Velázquez O, Hatzikiriakos SG, Sentmanat M. Thermorheological properties of LLDPE/LDPE blends: Effects of production technology of LLDPE. J Polym Sci Part B Polym Phys [Internet]. 2008 [cited 2025 Apr 12];46(16):1669–83. Available from: https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/polb.21504

40. Srivastava D. Studies on Mechanical and Thermal Properties of Ternary Blends of Polyethylenes Having Fixed Percentage of High-Density Polyethylene—II. Polym-Plast Technol Eng [Internet]. 2006 Jun [cited 2025 Feb 18];45(7):879–83. Available from: https://www.tandfonline.com/doi/full/10.1080/03602550600611784

41. The Effect of Stretch Wrap Pre-Stretch on Unitized Load Containment - proquest [Internet]. [cited 2025 Feb 18]. Available from: https://www.proquest.com/openview/0f0ace8a0805bb7bba9d80c35827d9ae/1?Pq-origsite=gscholar&cbl=18750&diss=y

42. Mcnally GM, Small CM, Murphy WR, Garrett G. The Effect of Polymer Properties on the Mechanical Behavior and Morphological Characteristics of Cast Polyethylene Film for Stretch and Cling Film Applications. J Plast Film Sheeting [Internet]. 2005 Jan [cited 2025 Mar 1];21(1):39–54. Available from: https://journals.sagepub.com/doi/10.1177/8756087905052804

43. Chap-03-extrusion-gonflage-s2_2020-etudiants-2.pdf [Internet]. [cited 2025 May 2]. Available from: https://choucheneslim.wordpress.com/wp-content/uploads/2020/05/chap-03-extrusion-gonflage-s2_2020-etudiants-2.pdf

44. Computer-Aided Interpretation of Stress-Strain Curves. J Test Eval [Internet]. 1974 Sep 1 [cited 2025 May 25];2(5):361–9. Available from: https://scispace.com/papers/computer-aided-interpretation-of-stress-strain-curves-2hq8m1emmq

45. Stress Strain Curves. Springer Ser Mater Sci [Internet]. 2024 Jan 1 [cited 2025 May 25];39–58. Available from: https://scispace.com/papers/stress-strain-curves-pimt1kbe4b

Cette partie expérimentale est repartie en deux chapitres :

Partie expérimentale

Chapitre 2 : Problématique et mode opératoire

PARTIE EXPERIMENTALE

CHAPITRE 2 : PROBLEMATIQUE ET MODE OPERATOIRE

1 introduction

Ce chapitre présente, d'une part, les matériaux utilisés dans le cadre de cette étude ainsi que le processus d'élaboration des différents échantillons, réalisés à l'aide de la technique d'extrusion-gonflage, adaptée à la fabrication d'un film tri-couche destiné à l'emballage étirable. Toutes les étapes de cette mise en forme seront détaillées.
D'autre part, ce chapitre expose les différentes méthodes d'analyse utilisées pour la caractérisation des films obtenus, à savoir :

- La détermination des paramètres optimaux du procédé de mise en œuvre (taux de gouflage (TG), taux de tirage (TT), hauteur de la ligne de figeage (FLH)) ;
- Les essais de traction (allongement à la rupture, résistance à la traction et module d'élasticité dans les directions longitudinale et transversale) ;
- La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) ;

Dans cette partie, des rappels théoriques sur les méthodes de caractérisation utilisées sont présentés, afin d'en exposer les principes, les modes opératoires ainsi que les types d'informations qu'elles permettent d'obtenir pour l'analyse de nos échantillons.

Notre objectif est de caractériser le film étirable à base d'élastoplastomères afin d'identifier ses propriétés thermiques et mécaniques, ainsi que les défauts susceptibles de provoquer l'apparition de microfissures à long terme. Pour cela, différentes méthodes de caractérisation seront utilisées, notamment la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR), et les essais mécaniques tels que le test de traction. Ces techniques permettront d'analyser la structure chimique, la cristallinité et le comportement mécanique du matériau. Cette démarche s'inscrit dans une perspective de compréhension approfondie du matériau en vue de proposer des améliorations ultérieures.

2. Produits élaborés et matériaux utilisés :

2.1 Produits élaborés :

Les films synthétisés ont été mis en forme par la technique d'extrusion-gonflage, permettant de transformer la formulation sélectionnée selon le type de conditionnement en un film d'une épaisseur moyenne de 160 µm. Dans cette étude, nous avons porté notre attention exclusivement sur le film étirable, largement utilisé dans le secteur industriel. Ce type de film est particulièrement apprécié pour ses capacités à envelopper, protéger et stabiliser les produits durant le stockage ou le transport. Grâce à ses propriétés mécaniques et sa flexibilité, le film étirable constitue une solution efficace pour l'emballage sans recours à des adhésifs ou dispositifs de fixation supplémentaires.

2.1. Film étirable

Le film étirable est fabriqué à partir d'un mélange de polymères comprenant le polyéthylène basse densité linéaire (LLDPE), le polyéthylène basse densité radicalaire (LDPE) et l'éthylène-acétate de vinyle (EVA). Cette combinaison permet d'obtenir un matériau souple, résistant et apte à l'étirement. Le film étirable appartient à une grande famille de matériaux utilisés principalement pour l'emballage des produits sur palettes, afin d'en assurer la stabilité lors du stockage et du transport. Grâce à ses propriétés mécaniques, il permet de maintenir fermement les charges tout en épousant leur forme. Sa structure lui confère également une bonne brillance et une certaine transparence, ce qui est apprécié dans les applications industrielles. Ce type de film doit répondre à plusieurs critères stricts pour garantir son efficacité dans des conditions d'utilisation variées :

- Resistance à la rupture en traction.
- Allongement à la rupture.
- Souplesse et brillance de film.
- Grande capacite d'étirement.

Tableau 1: des exigences technique et physique d'un film tri-couche – étirable :

Propriété technique	**Unité**	**Exigence**
Largeur	Mm	500 (selon la demande du client)
Épaisseur	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

Propriété physique	**Unité**	**Exigence**
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 transversale	Mpa	33.8
Module d'élasticité longitudinal	Mpa	21
Module d'élasticité transversale	Mpa	31
Grade du PEBD	G/10 min	0.7

2.2 Matériaux utilisés

Pour élaborer nos films on a utilisé les matériaux suivants :

2.2.1. Éthylène-acétate de vinyle (EVA) :

L'éthylène-acétate de vinyle (EVA) est un copolymère obtenu par la polymérisation de

l'éthylène avec l'acétate de vinyle. Ce matériau a été introduit sur le marché en 1950 par la société ICI. Dans le cadre de notre étude, l'EVA est utilisé sous forme de granulés, sous le grade « MARPOL EVA 180 », fabriqué par « Universal Selector » aux États-Unis et distribué commercialement. Ses principales caractéristiques techniques sont précisées dans la fiche technique fournie par le fabricant.

Tableau 2 : Propriétés physiques, thermiques et mécaniques du « MARPOL EVA 1802 »

Propriété	**Unité**	**Valeur**	**Norme**
MFI (Indice de fluidité)	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

2.2.2. Polyéthylène basse densité linéaire (LLDPE) :

Le grade EFDC-7087 est une résine de polyéthylène basse densité linéaire spécifiquement

développée pour l'extrusion de films soufflés tubulaires. Les films obtenus à partir de ce matériau présentent une excellente ténacité, une résistance élevée à la traction ainsi qu'une remarquable résistance à la perforation. Cette résine contient une forte concentration d'agents de glissement et d'additifs antiblocage, ce qui améliore ses performances en transformation. Elle offre également une grande capacité d'étirement, permettant la production de films plus fins sans compromettre leurs propriétés mécaniques. De plus, les films issus de ce polymère possèdent de bonnes aptitudes au scellage et une excellente usinabilité, facilitant leur traitement sur des machines à grande vitesse. Les caractéristiques techniques de cette résine sont détaillées dans la fiche technique fournie par le fabricant.

Tableau 3 : . Propriétés physico-mécaniques Thermique EFDC-7087

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	G/micron	35	ASTM D1922
Résistance à la déchirure Elmendorf TD	G/micron	135	ASTM D1922
Résistance à la traction MD (ultime)	Mpa	34	ASTM D882
Résistance à la traction TD (ultime)	Mpa	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

2.2.3. Polyéthylène basse densité radicalaire (LDPE)

Le LDPE utilisé est un polyéthylène (homopolymère) basse densité additivé. Il contient

Un antioxydant, un antidérapant et un anti-bloquant. Il se caractérise par une bonne résistance à

L'état fondu menant à une bonne stabilité des bulles lors de l'extrusion du film soufflé. Il est livré

Sous forme de pellets sous le grade « DOW LDPE 310E » qui est produit par « The Dow

Chemical Company » et commercialisé. Ses principales propriétés, telles qu'elles sont données

Sur la fiche technique par le fournisseur, sont résumées dans le Tableau 4 :

Tableau 4 : Différentes propriétés de LDPE sous le grade « DOW LDPE 310E »

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
Allongement à la traction MD (ultime)	%	390	ASTM D882

Propriété	**Unité**	**Valeur**	**Norme**
Allongement à la traction TD (ultime)	%	570	ASTM D882
Résistance à la déchirure Elmendorf MD (ultime)	G	350	ASTM D1922
Résistance à la déchirure Elmendorf TD (ultime)	G	260	ASTM D1922
Brillance (45°)	%	58	ASTM D2457
Brume	%	9.2	ASTM D1003
Température de fusion	°C	160 à 195	---

Les photos ci-dessous montre les différentes matières premières utilisées dans nos élaboration .



Figure 1 : éthylène vinyle acytate (EVA)



Figure 2 : linieare low density polyéthyléne (LLDPE)



Figure 3 : low density polyéthyléne (LDPE)

Les trois figures montre les matières premières utilisées dans l'élaboration de nos films, elles sont fabriquées sous forme de granulés blancs de forme ovoïde. Cette forme est très pratique à stocker, à manipuler, et bien adaptée aux processus (remplissage aisé des machines et malaxage facilité).

3. Élaboration des échantillons :

Le procédé de l'extrusion gonflage :

Le procédé d'extrusion-gonflage est une technique de transformation des matières plastiques, principalement utilisée pour la fabrication de films minces et de gaines, tels que les sacs plastiques, les films agricoles ou les emballages alimentaires. Ce procédé est largement répandu dans l'industrie de la plasturgie

Principe et fonctionement :

Le procédé d'extrusion-gonflage consiste à extruder une gaine de matière plastique fondue à travers une filière annulaire. Cette gaine est ensuite gonflée avec de l'air pour former une bulle, refroidie par des courants d'air, puis aplatie entre des rouleaux pour obtenir un film plat.(43)

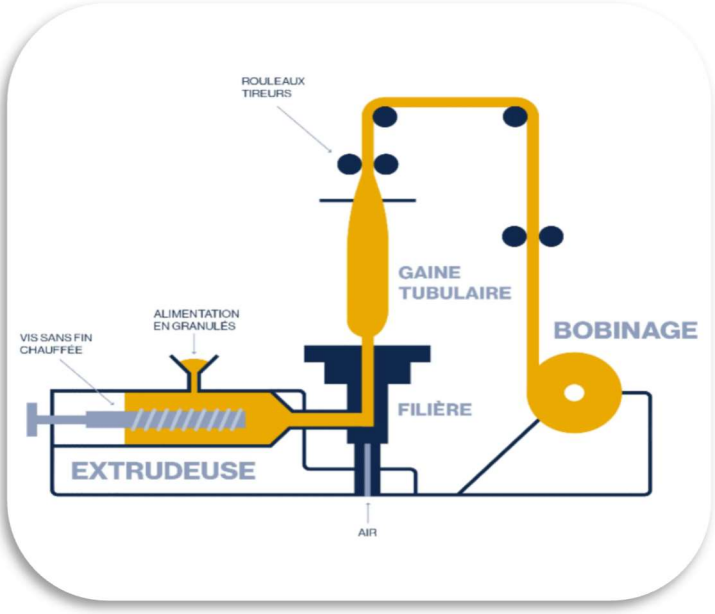


Figure 4: Schéma du procédé d'extrusion-gonflage

Influence Des Paramètres De Production

Plusieurs paramètres ajustables sur les lignes de production de film soufflé ont un impact significatif sur les propriétés des films produits, notamment les propriétés mécaniques et optiques. Les principaux paramètres à prendre en compte sont : le taux de gonflage, le taux de tirage, le débit de l'extrudeuse, la hauteur de la ligne de cristallisation et la température de

la matière.

Le taux de gonflage (TG) est le rapport du diamètre de la bulle et du diamètre de la filière

$$TG = \frac{D}{D_0}.$$

Il représente l'étirage transversale subi par le film. Généralement les films soufflés sont caractérisés par la largeur de la gaine à plat (et non le diamètre de bulle), ainsi, le taux de gonflage peut être défini par l'équation :

$$TG = \frac{2L}{\pi D_0}$$

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.

Le taux de tirage (TT) : est quant à lui caractérisé par le rapport entre la vitesse de tirage du film et la vitesse d'extrusion de la matière en sortie de filière

$$TT = \frac{V}{V_0}$$

l représente l'étirage longitudinal subit par la matière au cours de l'extrusion. Plusieurs relations existent pour relier les caractéristiques de la filière, les paramètres process que sont le
TT et le TG à l'épaisseur finale du film, notamment l'équation :

$$\frac{V}{V_0} = k.\frac{e_0}{e}.\frac{D}{D_0}.$$

$$TT = k.\frac{e_0}{e}.\frac{1}{TG}$$

Avec k le rapport entre la masse volumique à l'état fondu (Text) et la masse volumique à l'état solide (23 °C). Cette valeur est d'environ 0,82 pour le PE. $e0$ correspond à l'entrefer de la filière et e à l'épaisseur du film.

Plus l'entrefer est large, plus l'étirage longitudinal est important pour produire une épaisseur de film donnée, pour un TG donné. Généralement, le TG est limité par rapport à l'équipement et la stabilité de la bulle. Un large entrefer permet donc une augmentation du débit (la vitesse de tirage n'est généralement pas un facteur limitant), mais au détriment de l'équilibre des propriétés mécaniques du film produit.

Étapes de procèdé :

Extrusion de la paraison :

La matière plastique, généralement sous forme de granulés, est fondue dans une extrudeuse et extrudée à travers une filière annulaire pour former un tube

2. Gonflage :

Dans le procédé d'extrusion-gonflage, de l'air est injecté à l'intérieur du tube de matière plastique fondu, appelé paraison. Cette injection provoque le gonflement du tube, formant ainsi une bulle cylindrique. Ce processus permet d'obtenir un film plastique mince après refroidissement et aplatissement.

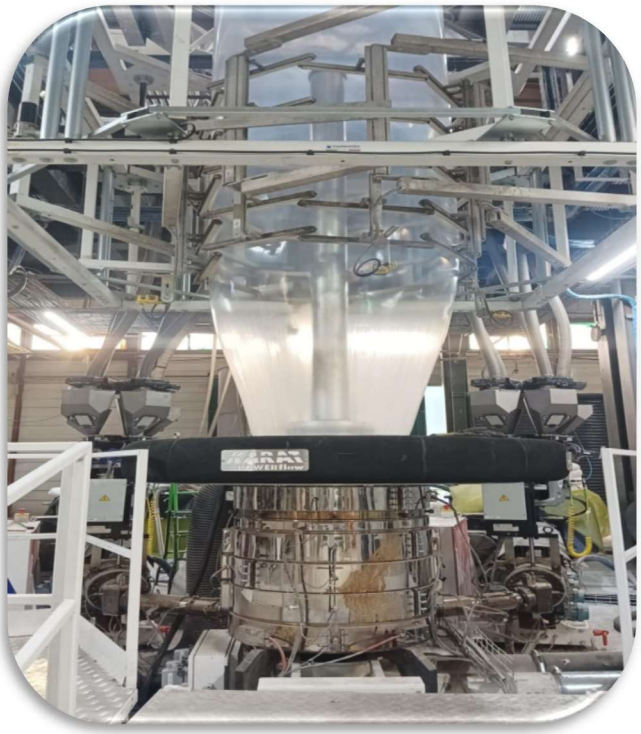


Figure 5 : la bulle de gonflage



Figure 6 :La caméra contrôleur

La caméra contrôleur : La caméra contrôleur est un dispositif essentiel dans le procédé d'extrusion-gonflage, assurant le contrôle en temps réel de l'épaisseur du film plastique. Elle détecte les variations d'épaisseur et permet des ajustements automatiques pour maintenir une qualité constante du produit final. Des systèmes avancés, tels que ceux proposés par Micro-Epsilon, utilisent des capteurs optiques ou laser pour mesurer l'épaisseur du film sans contact physique, garantissant ainsi une homogénéité optimale du film produit. L'intégration de ces technologies dans les lignes d'extrusion permet une surveillance continue et une régulation automatique, réduisant ainsi les déchets et améliorant l'efficacité de la production.

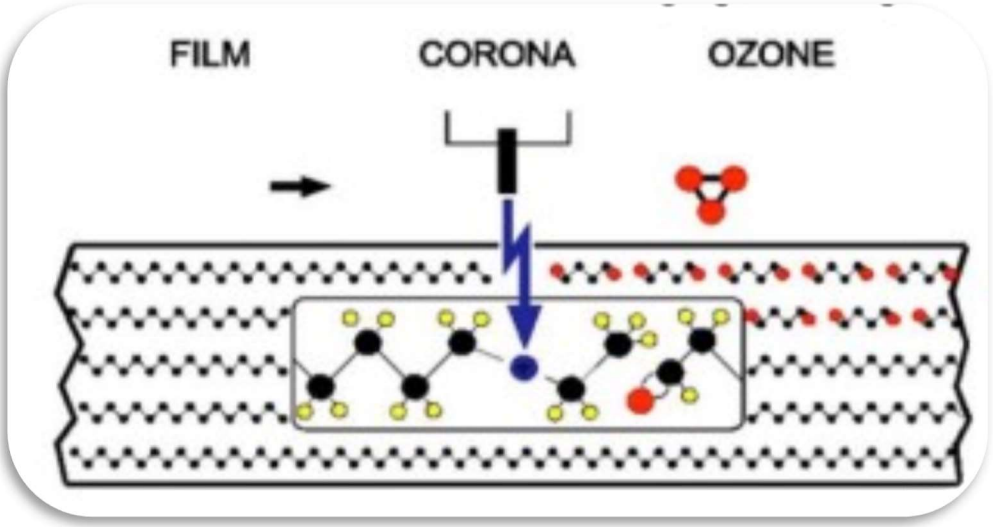


Figure 7: traitement corona

Traitement corona : Le traitement corona est une technique essentielle dans l'industrie de l'extrusion-gonflage pour améliorer l'adhésion des encres, colles et revêtements sur les films plastiques. Il consiste à exposer la surface du film à une décharge électrique à haute fréquence, générant un plasma qui modifie chimiquement la surface du matériau. Cette modification augmente la tension superficielle du film, le rendant plus réceptif aux applications ultérieures telles que

L'impression, le complexage ou l'enduction. Le traitement corona agit uniquement sur la couche superficielle du film, sans altérer ses propriétés mécaniques ou son apparence. Il est particulièrement efficace sur des matériaux comme le polyéthylène et le polypropylène, qui présentent naturellement une faible énergie de surface. Cette méthode est largement adoptée pour sa simplicité d'intégration dans les lignes de production, son efficacité prouvée et son coût modéré .

3. Refroidissement :

La bulle est refroidie par des courants d'air pour solidifier le film.

4. **Aplatissement :**

La bulle est aplatie entre des rouleaux pour obtenir un film plat.

5. **Enroulement :**

Le film est enroulé sur des bobines pour être stocké ou transformé ultérieurement.

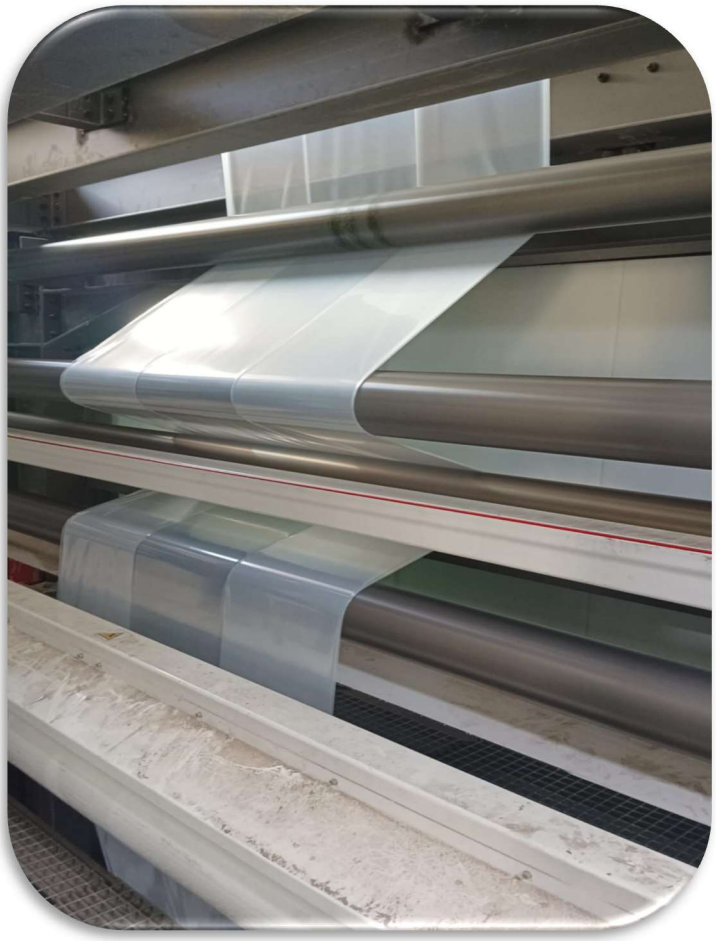


Figure 8: Enroulement du film

6. Impression du film:

L'impression du film est réalisée avec la mixture de 8 couleurs de base ; l'opération est faite en utilisant les solvants (méthoxy ; alcool …etc.) ; un système d'encrage automatique contient des encres à forte viscosité qu'il faut les diluer grâce à une machine qui l'aspire automatiquement puis l'applique sur le film après dilution.

Le contrôle de l'impression est assuré par une caméra haute vitesse qui capture des images en continu sans interrompre la production. Elle suit latéralement le film en mouvement et affiche les images sur un écran de contrôle. En cas de décalage ou d'erreur d'alignement, le système ajuste automatiquement les paramètres d'impression pour garantir une qualité optimale. Ce processus automatisé permet de maintenir une impression précise et homogène tout au long de la production.



Figure 9 : Caméra de contrôle de l'impression

Finalement ; on découpe le film avec une machine spéciale selon les besoins des clients, avec des dimensions précise, et le film tri-couche de conditionnement élaboré est prêt pour l'utilisation

7. Matières plastiques utilisées :

Ce procédé est compatible avec divers thermoplastiques souples, notamment :

- Polyéthylène basse densité (PEBD)
- Polyéthylène haute densité (PEHD)
- Polypropylène (PP)
- Polychlorure de vinyle (PVC) souple

8. Applications courantes :

L'extrusion-gonflage est utilisée pour produire :

- Sacs plastiques (poubelles, congélation, etc.)
- Films agricoles

- Emballages alimentaires

9. Caractérisation des films :

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

Lorsqu'un rayonnement infrarouge (IR) traverse un film, une partie de ce rayonnement est absorbée par le matériau, tandis que le reste est transmis. En spectroscopie infrarouge, c'est ce rayonnement transmis qui est mesuré et transformé en un spectre révélant une signature unique du matériau. Pour obtenir ce spectre exploitable, on utilise une technique mathématique appelée transformée de Fourier, d'où l'appellation (spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR))

Il existe des bases de données de spectres de matériaux standard que le technicien peut utiliser comme point de départ pour déterminer quels matériaux sont présents. Ces bibliothèques, cependant, peuvent ne pas fournir de détails sur des qualités ou des mélanges spécifiques, cela prend de l'expérience (voir tableau 3 dans le chapitre 2)

Les techniques FTIR sont très utiles pour identifier les types de polymères présents. Toutefois, elles ne permettent pas toujours de distinguer les différentes variantes ou qualités d'un même polymère. L'analyse de mélanges de polymères peut également être compliquée, surtout lorsque leurs spectres se chevauchent. Dans certains cas, la FTIR permet de détecter qualitativement la présence d'un type de polymère ou d'un groupe fonctionnel, mais sans courbes d'étalonnage précises obtenues à partir d'échantillons de référence, il est difficile de quantifier les composants dans un mélange ou une coextrusion. Si le film peut être séparé en couches, la technique ATR peut être utilisée sur la surface exposée pour identifier la composition de cette couche. Les échantillons analysés ont été étudiés par FTIR à l'aide d'un appareil FTIR8400 SHIMADZU, au laboratoire d'analyse de l'université de Médéa. Les mesures ont été effectuées dans la gamme infrarouge de 4000 à 400 cm^{-1}, sans préparation préalable des échantillons sous forme de film.

. Propriétés mécaniques des films :

Les polymères ont des propriétés mécaniques qui varient fortement selon la température, la vitesse des tests et leur structure interne. Des caractéristiques comme la résistance à la traction, à la déchirure, aux chocs, à l'éclatement, au pliage, aux trous

d'épingle et à l'abrasion sont essentielles pour évaluer la performance des emballages plastiques.

Tableau 0-1: types des polymères en fonction des propriétés de la résistance a la traction

Type de polymére	Module d'élasticite	Contrainte d'élasticite	Contrainte ultime	Allongement a 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

Propriétés de traction :

On utilise souvent la courbe contrainte-déformation (Figure 8) comme version normalisée de la courbe charge-déformation pour étudier le comportement mécanique d'un matériau d'emballage. Cette courbe montre la relation entre la contrainte appliquée et la déformation subie par un échantillon. En général, elle est obtenue à l'aide d'un appareil qui applique une déformation lente et régulière, tout en mesurant la force nécessaire à l'aide d'un capteur

Les propriétés mécaniques d'un polymère sont étroitement liées à son degré de cristallinité. Une augmentation de cette cristallinité entraîne une amélioration des propriétés reposant principalement sur la force des interactions entre les chaînes moléculaires voisines, telles que la résistance à la traction et le module d'élasticité. En revanche, les propriétés dépendant de la mobilité des chaînes moléculaires, comme la résistance aux chocs et la résistance au déchirement,tendent à diminuer.

Les échantillons ont été analysés à l'aide de la machine d'essais universelle (ou machine d'essais mécaniques) appartenant à la filiale Soexplast de Médéa, relevant du groupe ENPC.

Cet appareil est utilisé pour réaliser les divers essais mécaniques sur nos différents échantillons élaborés, en général normalisés, sur des éprouvettes bien découpées .



Figure 10 et 11 : des éprouvettes bien découpées



Figure 12 : une prise de vue de la machine de traction uniaxiale utilisée lors de cette étude

Pour établir un essai de traction, il est commode de placer une éprouvette normalisée sous un effort de traction entre les mors de la machine. L'essai est effectué jusqu'à rupture de l'éprouvette afin de déterminer les caractéristiques mécaniques.



Figure 13 : éprouvette sous un éffort de traction



Figure 14 répture de materiau

Analyse thermique simultanée :



Figure 15 : Analyse thermique simultanée

L'analyse thermogravimétrique (ATG) :

L'analyse thermogravimétrique (ATG est une technique essentielle dans la science des matériaux, qui se concentre sur la mesure des changements de poids des matériaux en

fonction de la température ou du temps dans des conditions contrôlées. Cette méthode est particulièrement utile pour évaluer la stabilité thermique, la composition et les mécanismes de dégradation de divers matériaux, en particulier les polymères. La précision et la répétabilité de l'ATG en font un outil essentiel pour les chercheurs, permettant une caractérisation et une analyse thermiques détaillées des matériaux.

Principes fondamentaux de l'ATG

Mesure du poids : L'ATG mesure la masse d'un échantillon lorsqu'il est chauffé, fournissant un thermogramme qui trace le poids en fonction de la température ou du temps (1)

Environnement contrôlé : L'analyse a lieu dans une atmosphère contrôlée, ce qui permet d'examiner divers phénomènes physicochimiques tels que la fusion, la combustion et la dégradation (2).

Étalonnage et instrumentation : Un bon étalonnage des instruments est essentiel pour obtenir des résultats précis, garantissant la fiabilité des mesures de température et de poids (3).

Applications en science des matériaux

Caractérisation des polymères : L'ATG est largement utilisée pour évaluer la stabilité thermique et la composition des polymères, ce qui facilite le développement de nouveaux matériaux (4).

Études de décomposition thermique : Elle permet de comprendre les mécanismes de décomposition thermique des matériaux, ce qui est essentiel pour les applications dans le domaine de la sécurité et de la conception des matériaux (5).

Techniques couplées : L'ATG peut être combinée avec d'autres méthodes analytiques telles que FTIR et DSC pour fournir des informations complètes sur le comportement thermique et les changements chimiques au cours du chauffage (6).

La calorimétrie différentielle à balayage (DSC) :

La calorimétrie différentielle à balayage (DSC) est une technique essentielle pour l'analyse des propriétés thermiques des polymères, qui permet de mieux comprendre leurs transitions

thermiques et leur stabilité. En mesurant le flux de chaleur en fonction de la température, la DSC permet d'identifier les caractéristiques thermiques critiques telles que la température de fusion (Tf), la température de transition vitreuse (Tg) et la température de cristallisation (Tc). Cette technique permet de mettre en évidence les phénomènes endothermique et exothermique associes aux transitions d'état d'un polymère, elle est ainsi utilisée pour déterminer le taux de cristallinité des polymères et aussi les enthalpies de réaction (pour connaître les taux de réticulation des polymères). Ces informations sont essentielles pour comprendre le comportement des polymères dans différentes conditions, ce qui est crucial pour leur application dans des industries allant de l'emballage à l'automobile.

Principales propriétés thermiques mesurées par DSC

Fusion et cristallisation : La DSC quantifie les températures de fusion et de cristallisation, qui sont essentielles pour les conditions de traitement et les performances des matériaux (7)(8).

Température de transition vitreuse (Tg) : Ce paramètre indique la plage de températures où les polymères passent d'un état fragile à un état ductile, ce qui affecte leurs propriétés mécaniques(9)(10).

Capacité thermique spécifique (Cp) : La DSC mesure les changements de capacité thermique, qui peuvent indiquer des altérations de la structure du polymère et des transitions de phase(11)(12).

Applications dans la recherche sur les polymères

Développement de matériaux : La DSC joue un rôle essentiel dans le développement de nouveaux matériaux polymères dotés des propriétés thermiques souhaitées, tels que les thermoplastiques à haute résistance mécanique (13).

Analyse de l'électrofilage : Des études sur les nanofibres, telles que le polyamide (PA6), révèlent des changements significatifs dans les propriétés thermiques dus à des méthodes de traitement telles que l'électrofilage (14).

Conclusion :

Dans ce chapitre nous nous sommes intéressés à décrire l'objectif de notre étude, les différents matériaux utilisés dans l'élaboration de nos films, et les différentes formules proposées afin d'étudier les propriétés de notre film à base de polyéthylène basse densité,

Le procédé d'extrusion-gonflage a été présenté en détail dans ce chapitre afin de retracer précisément les différentes étapes suivies lors de la mise en forme de nos échantillons. Les

Techniques employées ont été exposées en mettant en avant leurs principes et modes opératoires, dans le but de clarifier leur rôle dans la caractérisation des échantillons préparés.

Observation de nos échantillons au MEBE:

L'équipement utilisé pour les observations, est un microscope ESEM (Environnemental Scanning Electron Microscope) de la série XL. C'est un appareil numérique de nouvelle génération, travaillant sous environnement Windows NT de Microsoft. Il permet de combiner une facilité d'utilisation à des performances exceptionnelles. Il possède une chambre d'analyse plus au moins grande, pour s'adapter à la taille habituelle des échantillons, des déplacements 50¥50 mm2 en x et y et travaille avec le mode pression contrôlée encore appelée (Low Vacuum) en anglais, des pressions généralement comprises entre 0,1 et 2 mbar. Les principales difficultés rencontrées pour l'observation des échantillons polymères au MEB conventionnel, proviennent de l'accumulation de charges induites par l'impact du faisceau d'électrons sur la surface de l'échantillon, et la faible conductivité électronique du milieu et ainsi l'échauffement local dû à la faible conductivité thermique des polymères. Le MEBE remédie à ce problème, l'atmosphère ionisante qui est de la vapeur d'eau distillé utilisée pour nos essais, le surplus accumulé de charges électriques à la surface est évacué par le gaz résiduel environnant;

l'observation se fait directement. Bien sûr, on était toujours limité par le nombre d'échantillons à observer, qui était de quatre. Les résultats et discussions seront

abordés dans le chapitre suivant :



Figure 16: Microscope électronique à balayage environnemental

Analyse de la microstructure des échantillons par DRX:

La caractérisation des différentes phases cristallines de nos échantillons usinés, a été réalisée par diffraction des rayons X aux grands angles (WAXS) qui caractérise l'évolution de la structure cristalline**.** Les essais et les spectres ont été réalisés et enregistrés dans le centre de recherche et d'analyse CRAPSI a bousmail



Figure 17: Image du diffractomètre

Bibliographie

BIBLIOGRAPHIE

1. Xie, Q., Chen, D., & Ding, Y. (n.d.). Thermogravimetric Analysis and Its Applications in Polymer Characterization. https://doi.org/10.11777/j.issn1000-3304.2021.21210

2. Schirmacher, H. (2022). Thermoanalytical Methods: Fundamental Principles and Features. 1–39. https://doi.org/10.1002/9783527828692.ch1

3. Akash, M. S. H., & Rehman, K. (2020). Thermo Gravimetric Analysis (pp. 215–222). Springer, Singapore. https://doi.org/10.1007/978-981-15-1547-7_19

4. Thermogravimetric analyzer (pp. 223–240). (2022). Elsevier eBooks.

5. MacCallum, J. R. (1989). 37 – Thermogravimetric Analysis (Vol. 37, pp. 903–909).

6. Bernard, M., 38; Battelli, F. (1995). Thermo-gravimetric analysis of chemical substances and systems

7. div class "csl-entry"Raj, S. G. (2025). Differential Scanning Calorimetry (DSC). 193–205

8. (Thermal Characterization of Materials Using Differential Scanning Calorimeter, 2022)

9. (“Comparative Dsc Analysis of Virgin and Nanofiber Mats of PA6,” 2023)

10. Martins, G. S. (2020). Differential Scanning Thermal Analysis of Shape-Memory Polymers, Polymer Blends and Composites (pp. 153–166). Springer, Singapore.

11. Drzeżdżon, J., Jacewicz, D., Sielicka, A., Sielicka, A., & Chmurzyński, L. (2019). Characterization of polymers based on differential scanning calorimetry based techniques. Trends in Analytical Chemistry, 110, 51–56.

12. (Chapter 8. Calorimetry and Thermal Analysis for the Study of Polymer Properties, 2023)

13. Drzeżdżon J, Jacewicz D, Sielicka A, Sielicka A, Chmurzyński L. Characterization of polymers based on differential scanning calorimetry based techniques. Trends in Analytical Chemistry [Internet]. 2019 Jan 1;110:51–6.

14. , Y., Puwanto, H.; Aichouni, M. (2014). Investigation into the Differences Thermal Properties of SLS Polymer Powder Materials Using Differential Scanning Calorimetry (DSC). Applied Mechanics and Materials, 53–56.

Chapitre 3 : RESULTATS & DISCUSSION

Chapitre 3: Résultats et discussion

Chapitre 3 : résultats et discussion

Ce chapitre est consacré à exposer les résultats obtenus des analyses faites sur nos échantillons. Dans un premier temps, nous allons discuter la réponse à la problématique composée dans le chapitre représentant les modes opératoires à savoir le développement et la caractérisation des matériaux élastoplastomères (housse étirable). Dans un second temps, nous allons discuter les applications spécifiques dans plusieurs étapes importantes. De plus, la sélection des matériaux, le processus de fabrication et l'étude expérimentale ont fait l'objet de cette partie. Des projections des notions citées dans le chapitre 2, vont être utiles afin de pouvoir enrichir les discussions, en citant aussi des travaux d'autres auteurs qui ont abordé cette même problématique plus ou moins modifiée selon leurs intérêts. Propriétés mécaniques d'un film élastoplastique :

Tests de traction :

Pour étudier le comportement mécanique d'un matériau d'emballage, on utilise fréquemment la courbe contrainte-déformation. Cette courbe illustre la relation entre la contrainte appliquée et la déformation résultante, généralement mesurée sous forme d'allongement à l'aide d'un appareil à taux de déformation lent et constant, équipé d'un capteur de force.

Dans la présente étude, la résistance à la traction de tous les échantillons se situe au point de rupture, ce qui signifie que le matériau ne présente pas de palier net d'élasticité avant de se rompre. Cette caractéristique permet néanmoins de déterminer des paramètres importants comme la limite d'élasticité et la contrainte au point d'élasticité.
Les courbes obtenues à faibles taux de déformation offrent une représentation graphique précise de la réponse du matériau à l'effort appliqué. Pour assurer la fiabilité des résultats, le test a été réalisé sur quatre éprouvettes, et la moyenne des mesures a été retenue comme valeur représentative.

Chapitre 3: Résultats et discussion

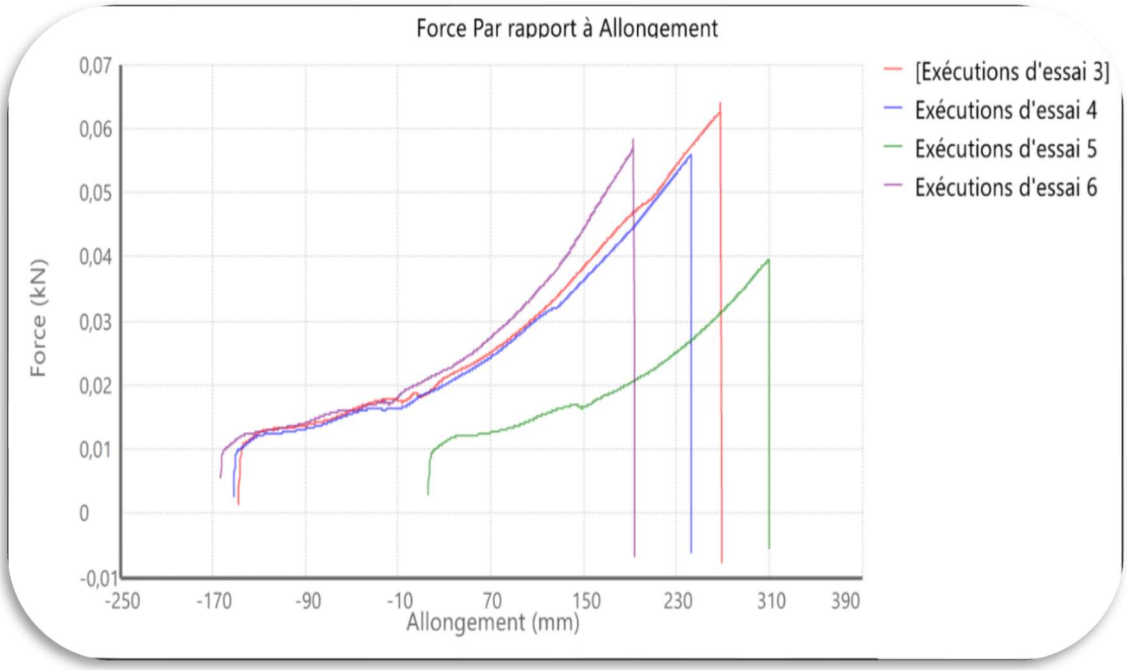


Figure 1: courbe contrainte deformation longitudinale de la housse etirable (élastoplastomére)

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

Tableau 0-1: Résultats de l'exécution d'essai :

Nom	Largeur (mm)	Épaisseur (µm)	Force maximale (N)	Pic de contrainte (mpa)	Modules (mpa)	% Déformation au pic (%)
Exécutions d'essai 3	10,000	160,000	62,719	39,20	7,464	528,500
Exécutions d'essai 4	10,000	160,000	56,023	26,93	5,626	478,509
Exécutions d'essai 5	10,000	160,000	39,395	24,62	13,655	609,731
Exécutions d'essai 6	10,000	160,000	56,876	35,55	9,391	380,258
Moyenne	10,000	160,000	53,753	31,58	9,034	499,249
Écart type	1,500	0,000	10,024	6,92	3,443	96,005

Chapitre 3: Résultats et discussion

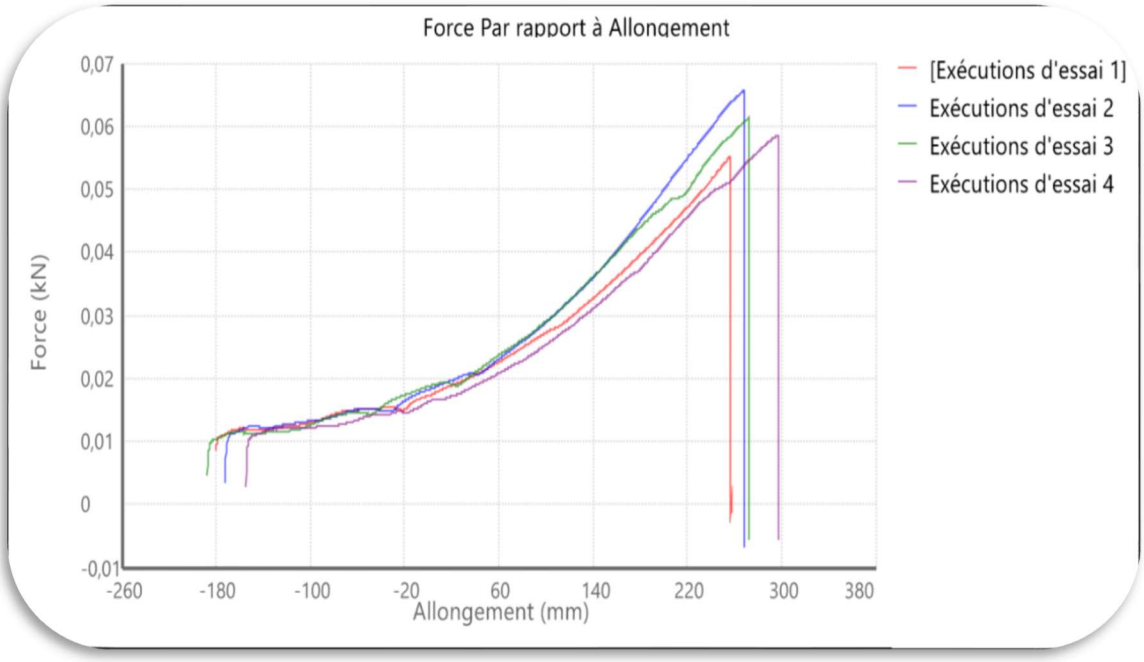


Figure 2: traction transversale d'un film élastoplastique

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

Tableau 2: récapitulatif des tests de traction transversale du film étirable

Nom	Largeur (mm)	Épaisseur (µm)	Force maximale (N)	Pic de contrainte (mpa)	Modules (mpa)	% Déformation au pic (%)
Exécutions d'essai 1	10,000	160,000	55,217	34,51	6,802	505,007
Exécutions d'essai 2	10,000	160,000	65,629	41,02	7,920	527,401
Exécutions d'essai 3	10,000	160,000	61,385	38,37	7,235	536,410
Exécutions d'essai 4	10,000	160,000	58,476	36,55	6,575	585,156
Moyenne	10,000	160,000	60,177	37,61	7,133	538,493
Écart type	0,000	0,000	4,423	2,76	0,592	33,794

Chapitre 3: Résultats et discussion

L'interprétation des courbes contrainte-déformation est cruciale pour comprendre le comportement des matériaux sous charge, car ces courbes donnent un aperçu des propriétés mécaniques telles que la limite d'élasticité, la résistance à la traction et la ductilité. Diverses méthodologies et modèles ont été développés pour analyser ces courbes, chacun contribuant à une meilleure compréhension de la performance des matériaux dans différentes conditions.**(6,14,44,45)**

Interpretation des courbe (contrainte-déformation) transversale :

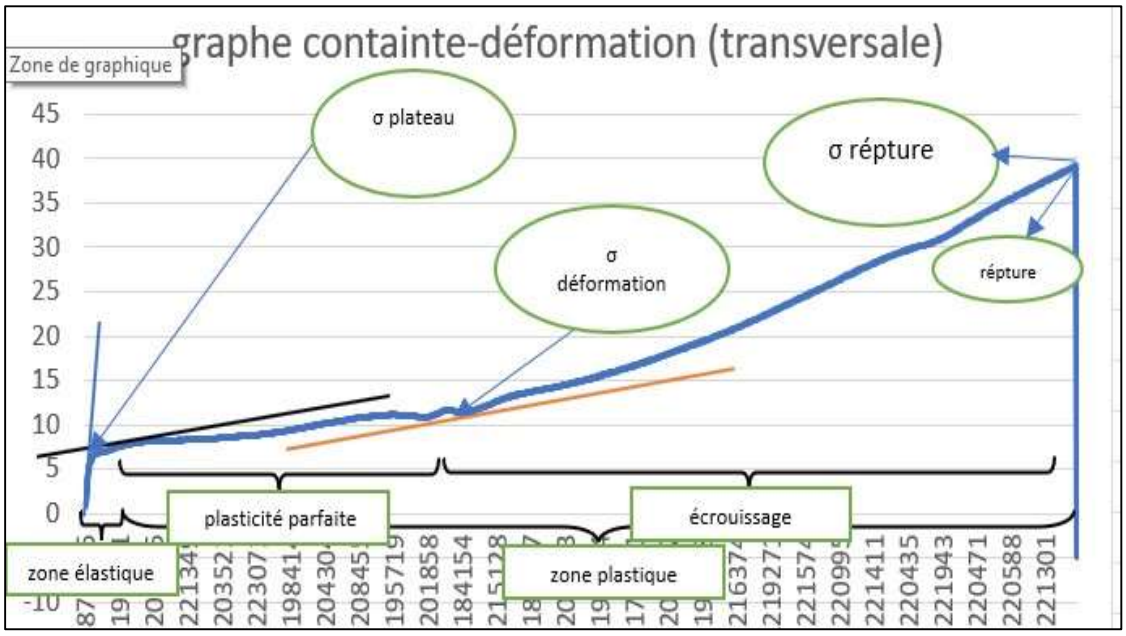


Figure 3 : courbe de moyenne des essais de traction transversale :

On remarque que la zone élastique dans le sense transversale dans ce matériaux (elastoplastoméres) est faible (0.23 % de déformation avec une contrainte de 6.9756 mpa)

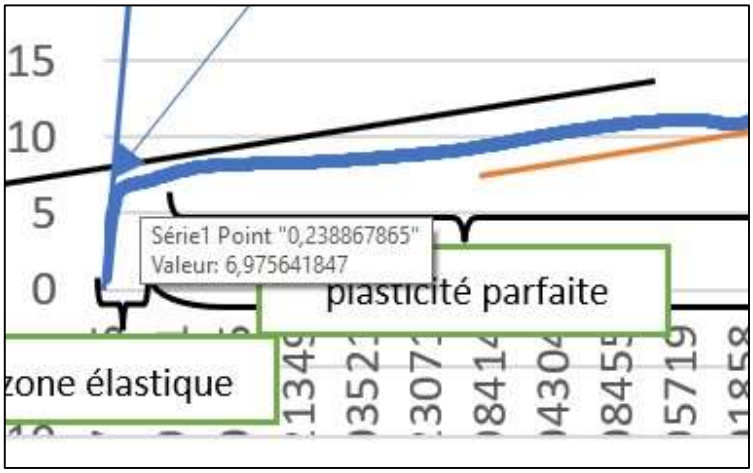


Figure 4 : zone élastique

Chapitre 3: Résultats et discussion

σ plateau : en peux calculer **σ** plateau graphiquement . C'est intersection entre la ponte de la zone élastique et la ponte de la zone plastique (plasticité parfaite) (voir la figure 4)

D'aprés les données :

σ plateau = 7.55 Mpa

Calcule de module de young E' :

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon}$$

E est le **module de Young** (en mpa),

σ sigma : σ est la **contrainte** (stress), exprimée en Pa (ou kn/mm²),

E epsilon :ε est la **déformation unitaire** (strain), sans dimension.

Calcule de module de young graphiquement (module de young apparent)

$$E' = \frac{y2-y1}{x2-x1} = \frac{5.36154628-0.816812664}{0.0655263274-0.0118798149} = 84.716292\ MPa$$

Après on à une zone plastique quelle est constitué de deux phases (plasticité parfaite { de 0.23% jusqu'à 11.33 % de déformation }+ écrouissage { de 11.33 % jusqu'à 39.0921855 % avec une contrainte égal à 13.85219495 mpa})

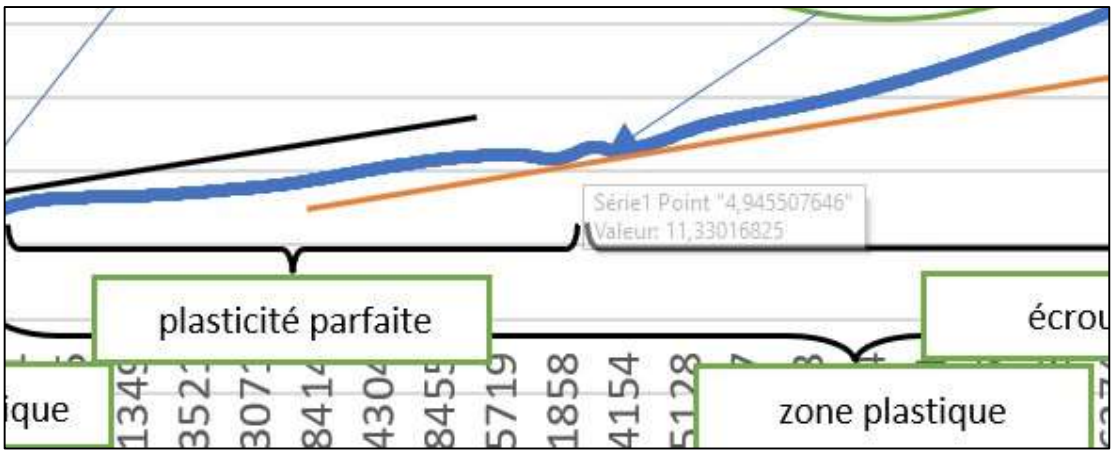


Figure 5: plasticité parfaite de la zone plastique

σ déformation : c'est la ponte de la zone plastique (plasticité parfaite).

Chapitre 3: Résultats et discussion

D'après le grafique :

σ déformation = 10.69 mpa

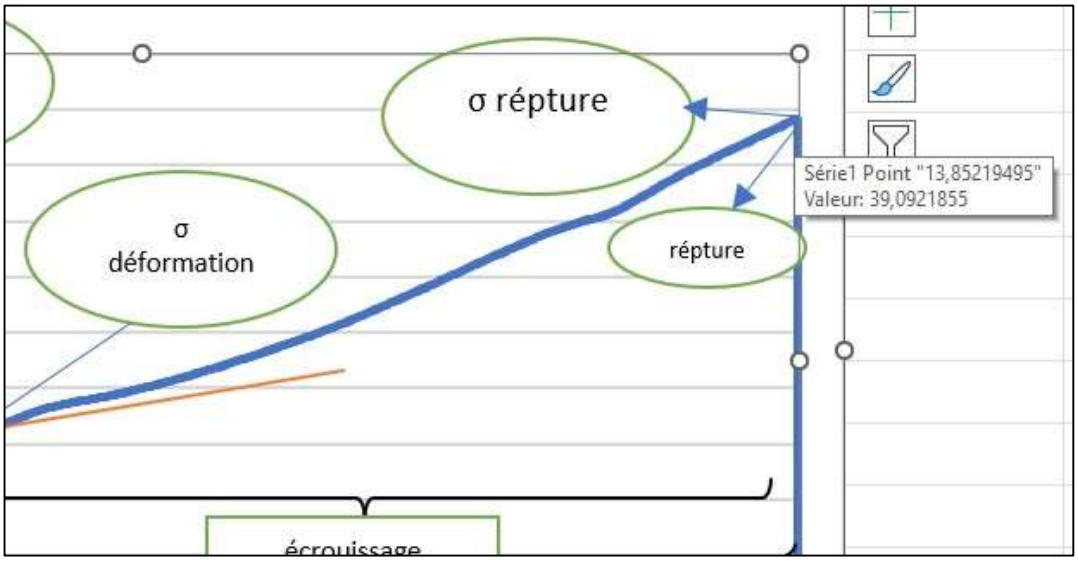


Figure 6 : écrouissage de la zone plastique

σ rupture : c'est la valeur experimentale maximale de σ

σ rupture = 39.09 mpa

Interpretation des courbe (contrainte-déformation) longitudinale :

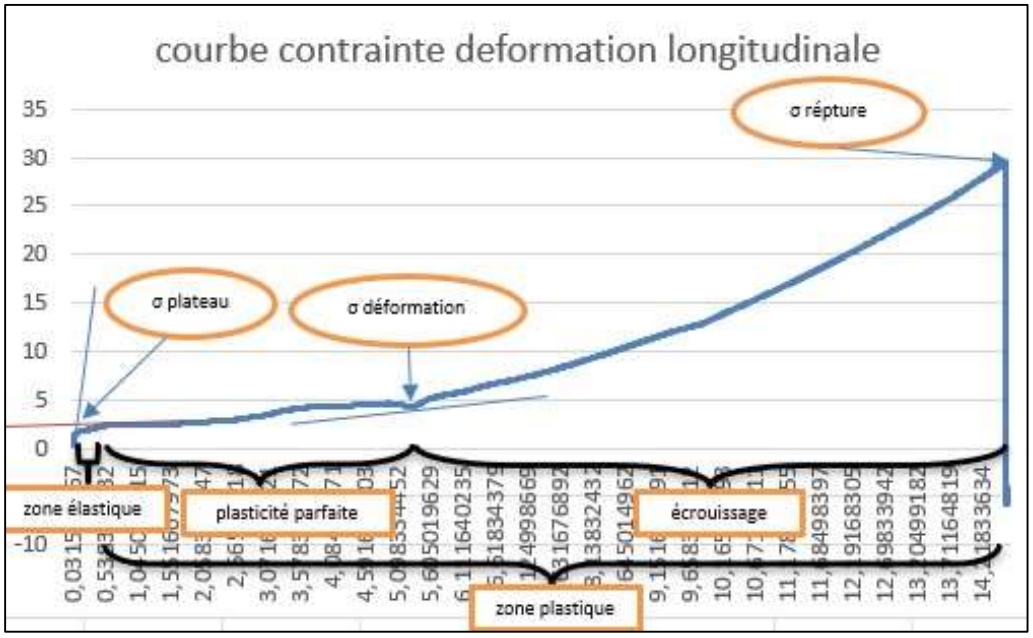


Figure 7 : courbe contrainte déformation (longitudinale

Chapitre 3: Résultats et discussion

On remarque que la zone élastique dans le sense longitudinale dans ce matériaux (elastoplastoméres) est encore plus faible que le sens transversale (environ de 0.2183 % /184736 mpa) d'allongement .

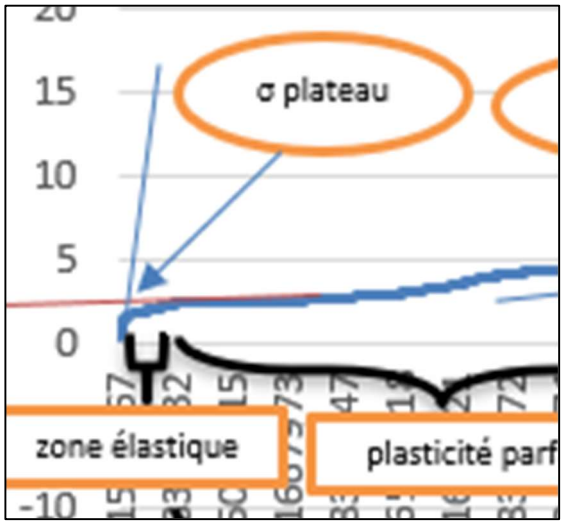


Figure 8 : zone élastique

Mais il présente une zone plastique très importante (plasticité parfaite {de 0.2183% à 4.3626 % de déformation } + écrouissage { de 4.3626 % jusqu'à 14.59 % de déformation avec une contrainte égale à 29.51 mpa)

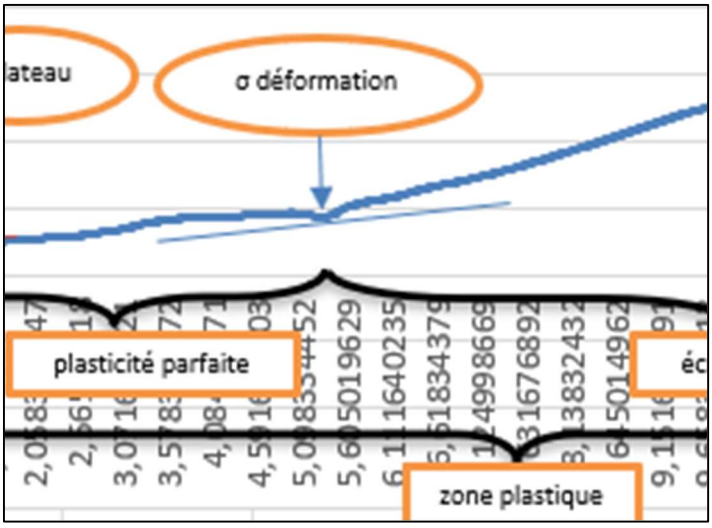


Figure 9 : plasticité parfaite de la zone plastique

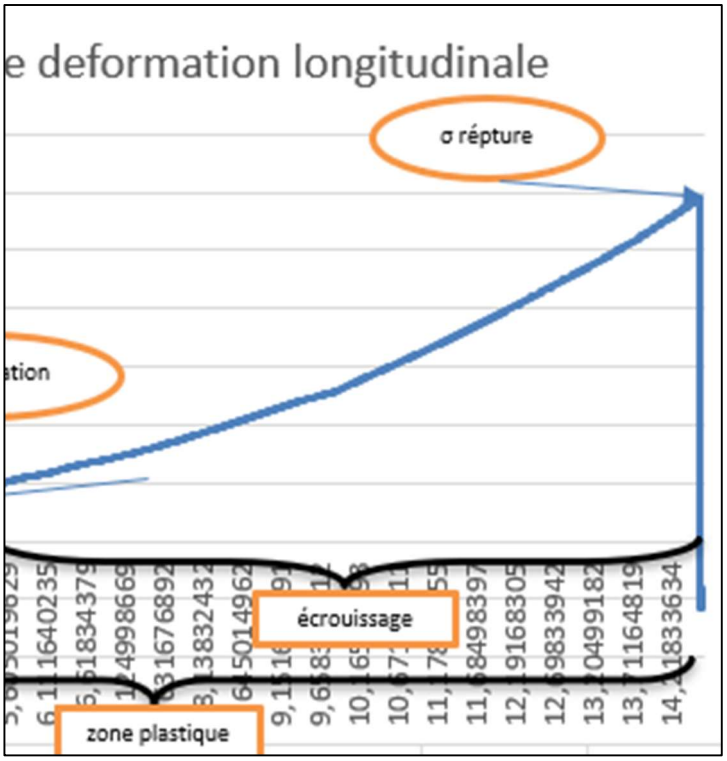


Figure 10 : zone d'écrouissage

σ plateau :

C'est l'intersection entre la ponte de la zone élastique et la ponte de la zone plastique (plasticité parfaite) . (voir la figure 8)

Nous avons le calculer a l'aide de logiciel (origin pro)

σ plateau = 2.89 MPa

σ déformation : c'est la ponte de la zone plastique (plasticité parfaite).

σ déformation = 4.53 MPa

σ rupture ; c'est la valeur maximale du sigma avant la répture

σ rupture = 34.44 MPa

Module de young E" :

$E = \frac{\sigma}{\varepsilon}$

$\Sigma = \frac{F}{S}$ Force appliquée F divisée par la surface de la section S.

E = allongement relatif, c'est-à-dire variation de longueur ΔL sur la longueur initiale L0.

Calcule de module de young graphiquement :

E" $= \frac{y2-y1}{x2-x1} = \frac{0.205-0.04498}{1.822-0.7815} = 0.15\ MPa$

Chapitre 3: Résultats et discussion

Interprétation Des Spectres Ftir

Les figures 5 et 6 nous montre le spectre FTIR du film étirable, nous remarquons que cette technique ne peut pas être en mesure de différencier les types ou les qualités de polymère au sein d'une famille de polymères. Par exemple, différents types de polyéthylène [polyéthylène linéaire basse densité (LLDPE), polyéthylène basse densité radicalaire (LDPE)] ont des pics IR caractéristiques similaires.

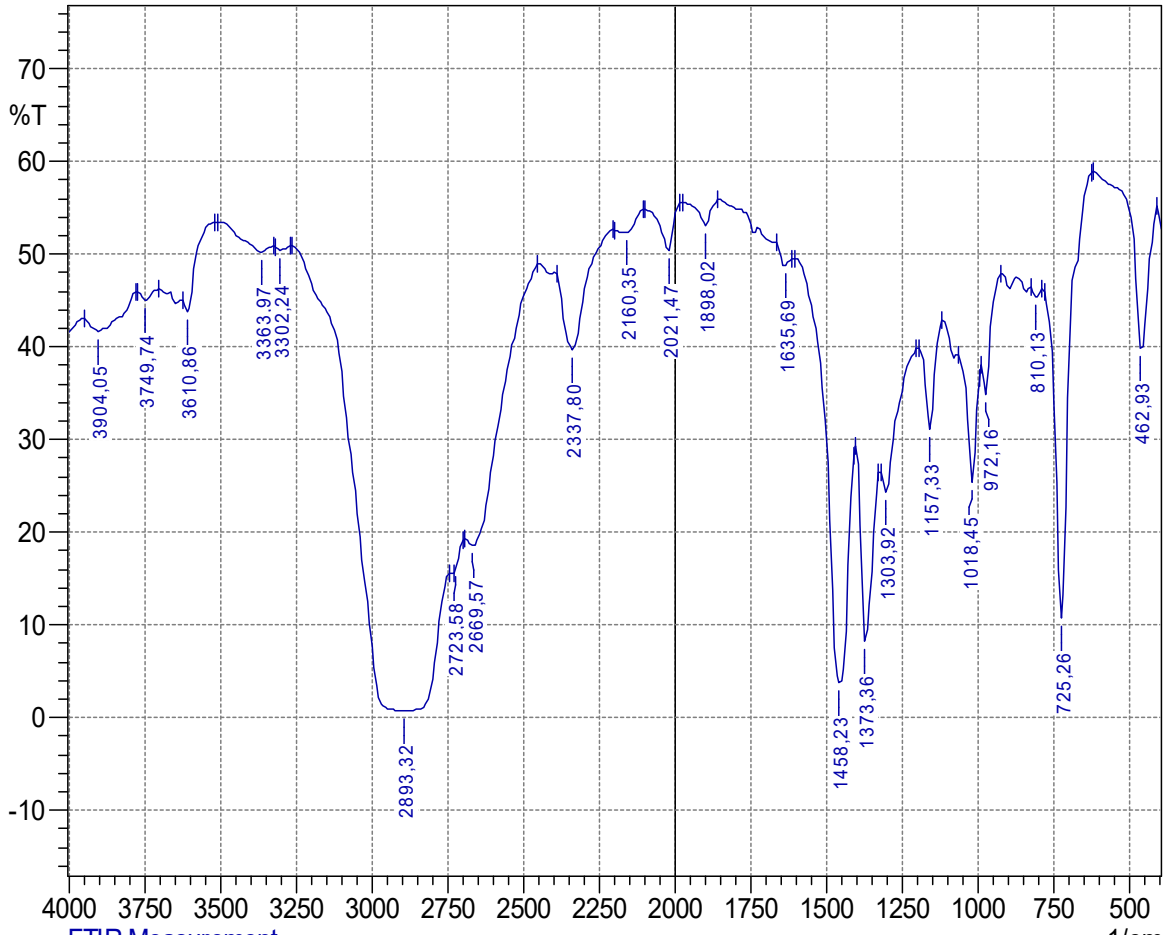


Figure 11 : spectre de transmission FTIR

4. Interprétation des spectres FTIR (transmitance)

- Domaine spectral : 4000–500 cm^{-1}
- Axe vertical : % Transmittance
- Axe horizontal : Nombre d'ondes (cm^{-1})

Zone des liaisons O–H, N–H, et C–H (4000–2500 cm^{-1})

- 3304, 3190, 3010 cm^{-1}

➤ Bandes faibles à moyennes.

➤ 3304 cm^{-1} pourrait correspondre à une liaison O–H (hydrogène lié, humidité ou alcool), mais

La bande n'est pas très large.

➤ 3010 cm^{-1} → vibration C–H sp^2 (présence d'insaturation, éventuellement cycle aromatique).

- 2923, 2853 cm^{-1}

➤ Bandes fortes et nettes.

➤ Typiques des C–H aliphatiques (CH_2 et CH_3) → caractéristiques du polyéthylène (PE) ou

Polypropylène (PP).

➤ Présence dominante d'hydrocarbures linéaires → signature classique des films étirables en

Polymères.

Zone des groupes carbonyles et doubles liaisons (1800–1500 cm^{-1})

- 1737 cm^{-1}

➤ Bande forte → vibration d'un groupe carbonyle C=O, typique des esters, acides carboxyliques

Ou plastifiants (comme les phtalates).

➤ Présence d'additifs plastifiants ou d'un copolymère comme le polyéthylène-co-acétate de

Vinyle (EVA).

- 1636 cm^{-1}

➤ Vibration C=C → présence possible de cycle aromatique ou d'insaturation (ou H–O–H liés à

L'humidité résiduelle).

Zone des vibrations C–H et C–O (1500–1000 cm^{-1})

- 1463 et 1373 cm^{-1}

➤ Déformations de valence de CH_2 et CH_3.

➤ Encore une signature claire de chaînes hydrocarbonées → polymères polyoléfiniques (PE,

PP).

- 1247, 1173, 1103, 1018 cm^{-1}

➤ Vibrations de liaison C–O ou C–O–C → présence de groupes esters ou éthers, souvent issus

Des additifs, stabilisants, ou copolymères.

Zone des empreintes digitales (1000–500 cm^{-1})

- ~720 cm^{-1}

➤ Bande caractéristique des balancements CH_2 → typique du polyéthylène.

➤ Elle est très fréquemment utilisée comme pic diagnostique du PE.

- ~464 cm^{-1}

➤ Basses fréquences → vibrations squelette de la chaîne polymère.

Conclusion générale – Structure probable du film étirable :

Le spectre suggère fortement que le film est composé de :

Matériau de base :

- S ou polypropylène (PP) → en raison des bandes à ~2920, 2850, 1460, et 720 cm^{-1}.

Copolymères / Additifs :

- Groupe C=O à 1737 cm^{-1} → probablement un copolymère EVA (éthylène-acétate de vinyle) ou

Présence de plastifiants esters.

- Groupes C–O–C → suggèrent la présence d'additifs modifiant les propriétés mécaniques ou

Thermiques du film.

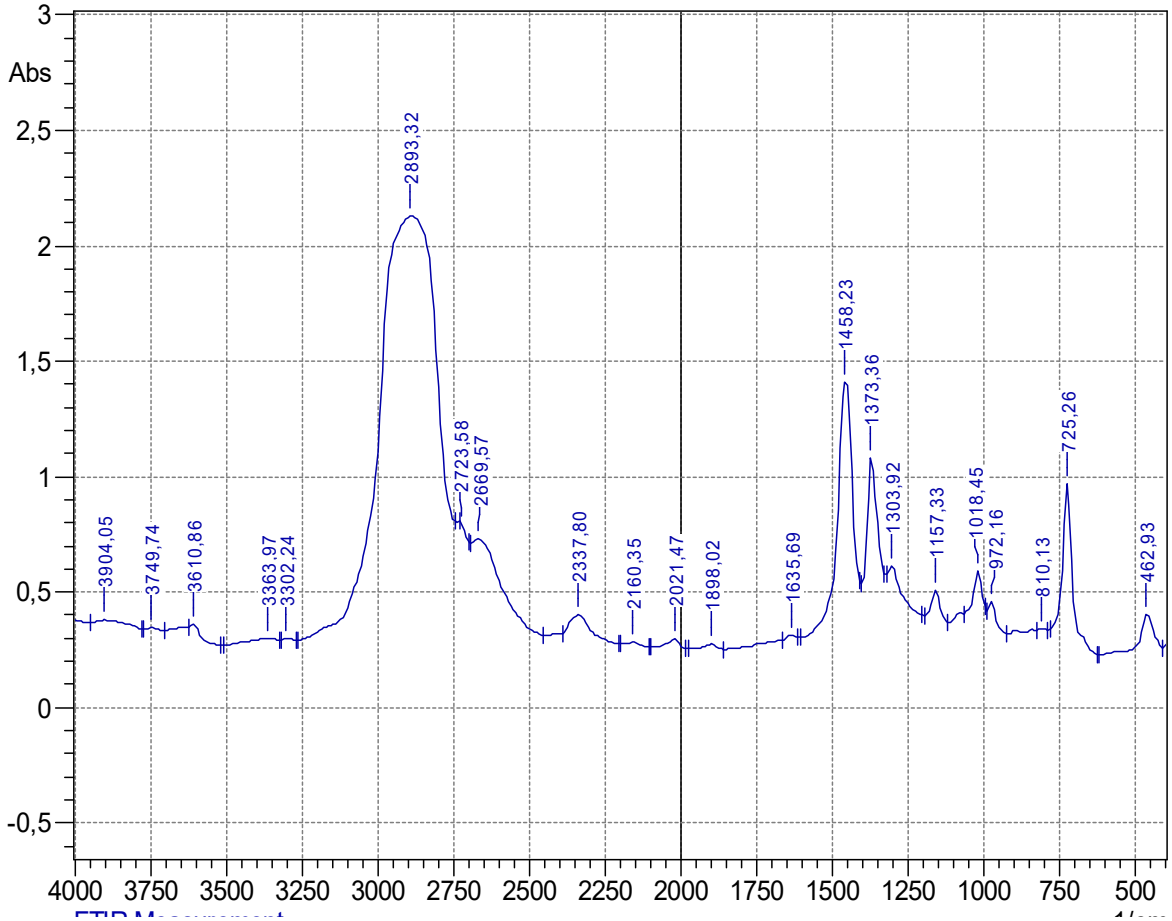


Figure 12 : spectre d'absorbonce du film etirable

Chapitre 3: Résultats et discussion

Interpretation de spectre FTIR (absorbance)

- Type de film : Film étirable (plastique)
- Domaine spectral : 4000–500 cm^{-1}
- Axe vertical : absorbance
- Axe horizontal : Nombre d'ondes (cm^{-1})

Zone 4000–2500 cm^{-1} (liaisons X–H)

- ~3304–3010 cm^{-1} : Petites bandes souvent associées à :

❖ 3010 cm^{-1} → C–H sp^2 (présence possible de groupes insaturés ou aromatiques).

❖ 2917 cm^{-1} et 2849 cm^{-1} → C–H d'alcanes (groupes $–CH_2–$, $–CH_3$). Ces deux bandes sont

Caractéristiques des chaînes hydrocarbonées longues dans les polymères.

Zone 2500–2000 cm^{-1} (triple liaisons)

- Cette région est sans pics significatifs, ce qui confirme ;absence de C≡C ou C≡N.

Zone 1800–1500 cm^{-1} (groupes carbonyles et aromatiques)

- ~1737 cm^{-1} : Pic fort — vibration de valence du groupe carbonyle C=O → probable présence

D'un ester, cétone, ou acide carboxylique. Très courant dans les films plastiques contenant des

Plastifiants (ex : phtalates).

- ~1650–1600 cm^{-1} : Moins intense, pourrait indiquer la présence de C=C (double liaison,

Aromatique ou insaturé).

Zone 1500–1000 cm^{-1} (déformations et vibrations C–O/C–C)

- 1463 cm^{-1} et 1373 cm^{-1} : Déformations de CH_2/CH_3 → typiques des polymères aliphatiques.
- 1173, 1103, 1018 cm^{-1} : Vibrations C–O–C (éthers ou esters), compatibles avec des plastifiants

Ou additifs dans les films.

- Ces bandes soutiennent l'idée d'un film polymère modifié ou contenant des groupes

Fonctionnels polaires.

Zone < 1000 cm^{-1} (empreinte digitale)

- ~720 cm^{-1} : Bande caractéristique de balancement CH_2, très typique des chaînes polymères

Longues comme dans le polyéthylène (PE).

- ~464 cm^{-1} : Bande de squelette — vibrations internes de la chaîne polymère.

Conclusion – Composition probable du film étirable :

Ce spectre FTIR indique que le film est principalement composé de :

- Polymère aliphatique (comme polyéthylène)

Groupes CH_2, CH_3 abondants

- Présence de groupes carbonyles (C=O) → plastifiants ou copolymères à base d'ester
- Groupes C–O–C (éthers ou esters)
- Additifs (plastifiants, antioxydants ou agents anti-UV)

Chapitre 3: Résultats et discussion

Interprétation des données d'analyse ATG :

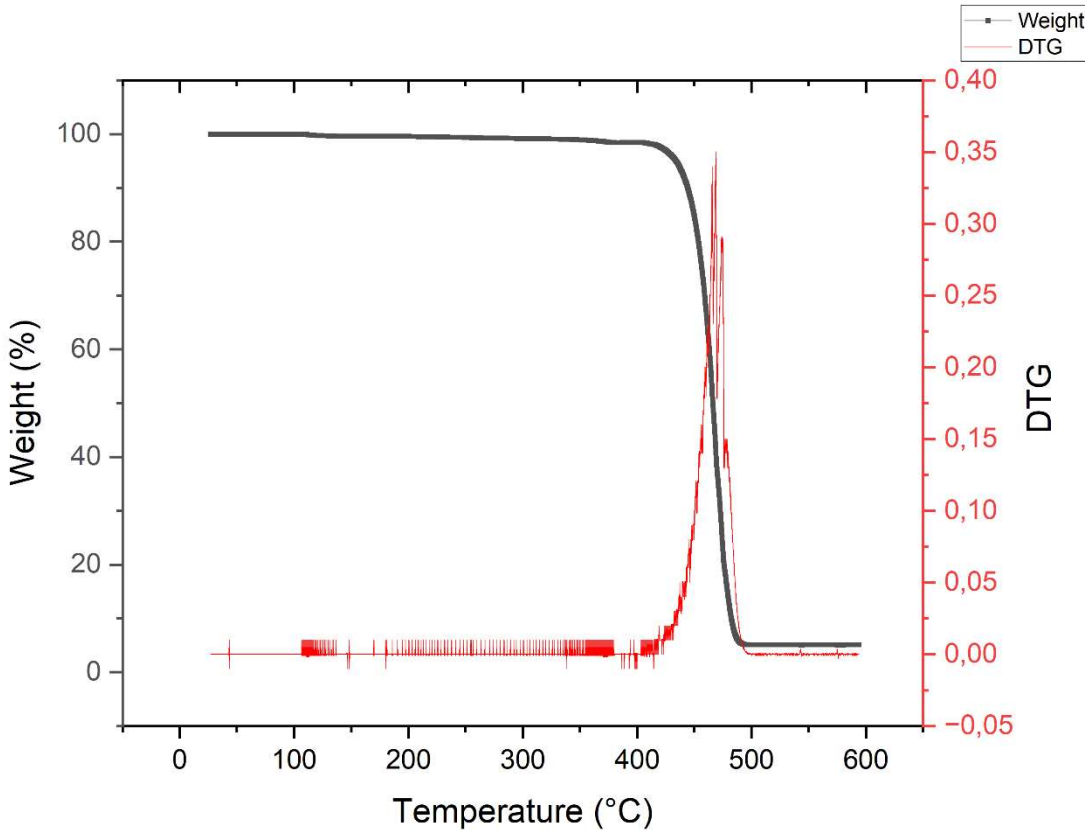


Figure 13 : thermogramme ATG-DTG du film élastoplastomére

Analyse Thermogravimétrique (ATG)

1. Taux d'humidité (déviation initiale)

- La courbe de perte de masse (courbe noire) commence à **100 %** et reste quasiment stable jusqu'à environ **400 °C**.
- Cela signifie que le matériau **ne perd pratiquement pas d'eau** ou de composés volatils jusqu'à cette température, ce qui indique une **très faible teneur en humidité**.
- **Taux d'humidité estimé ≈ 2.6 %**, car il n'y a presque aucune variation de masse avant le début de la dégradation.

. Température de début de dégradation (Onset)

- Le début de la perte de masse significative est observé vers **440 °C**.
- Cette température marque le **début de la décomposition thermique** de la matière organique.
- **Onset ≈ 440 °C**

3. Température de dégradation maximale (Pic de DTG)

- La courbe DTG (courbe rouge) montre un **pic principal** à environ **470 °C**.
- Cette température **correspond** au moment où la vitesse de perte de masse est la plus élevée.
- **T_max ≈ 470 °C**

4. Température de fin de dégradation

- La courbe de perte de masse atteint un plateau à environ **490 °C**, où la perte de masse reste constante jusqu'à 600 °C.
- Cela indique la **fin du processus de dégradation** thermique.
- La masse résiduelle à ce stade est ≈ **5.42 %**, ce qui représente la **fraction inorganique** (cendres ou additifs inertes).
- **T finale ≈ 490 °C**

5. Forme de la courbe DTG – Dégradation en plusieurs étapes

- La courbe DTG présente **trois pics interférés**, ce qui révèle trois événements de dégradation superposés.
- Cela indique un mécanisme complexe :
    - Présence d'intermédiaires instables
    - Dégradation en trois étapes probables
- Les trois maximas suggèrent la **succession rapide de trois processus chimiques**, pouvant correspondre à la rupture de trois types de liaisons ou à la transformation d'un précurseur instable vers un produit plus stable avant la décomposition finale.

6. Nécessité d'une analyse complémentaire

- Pour confirmer ce **mécanisme en trois étapes**, il est nécessaire de coupler la TGA avec des techniques d'analyse de gaz ou produits de dégradation :
    - **TGA-FTIR** (analyse des gaz émis)
    - **TGA-MS** (spectrométrie de masse)
    - **GC-MS après pyrolyse**

Conclusion interprétative

L'échantillon montre une excellente stabilité thermique jusqu'à 440 °C, suivi d'une dégradation rapide avec un pic DTG à 470 °C. La présence de trois pics DTG superposés indique un mécanisme de dégradation en trois étapes avec des intermédiaires instables. La faible teneur en résidu (5.42 %) suggère une composition majoritairement organique. Une analyse complémentaire des produits de dégradation est recommandée pour élucider pleinement le mécanisme thermique de dégradation.

Interprétation des données d'analyse DSC :

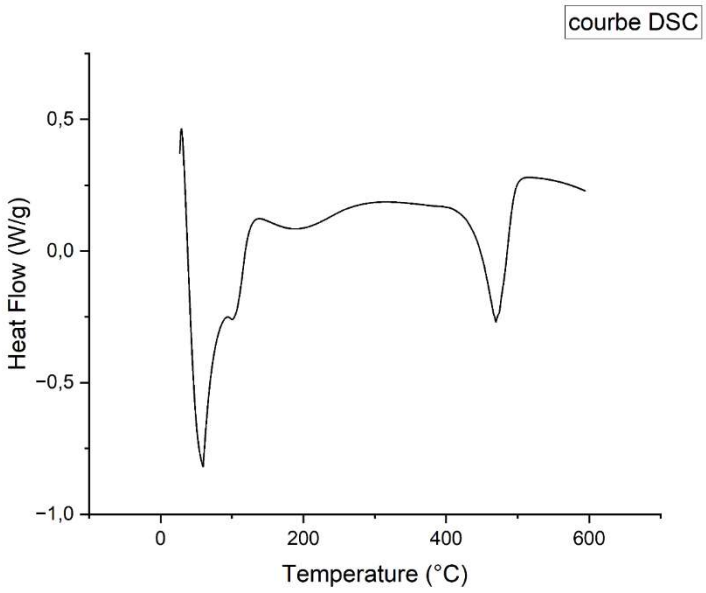


Figure 14: thermogramme DSC du film élastoplastomères

Chapitre 3: Résultats et discussion

Analyse du Thermogramme DSC

Observation générale :

La courbe présente plusieurs événements thermiques bien distincts tout au long de l'élévation en température, avec au moins deux pics marqués.

Plage de temperature Tg (ambiante – 60 °)

Nous remarquons l'existence d'une plage de température correspondante a la température de transition vitreuse qui définit le passage de la phase vitreuse à la phase caoutchouteuse marquante de la partie amorphe du notre film polymère. L'allure de cette partie de courbe rend la détermination exacte de Tg plutôt difficile car la partie amorphe est très réduite devant la partie cristalline qui gêne cette transition, mais nous utilisons la méthode bien connue de la dérivée pour déterminer la Tg.

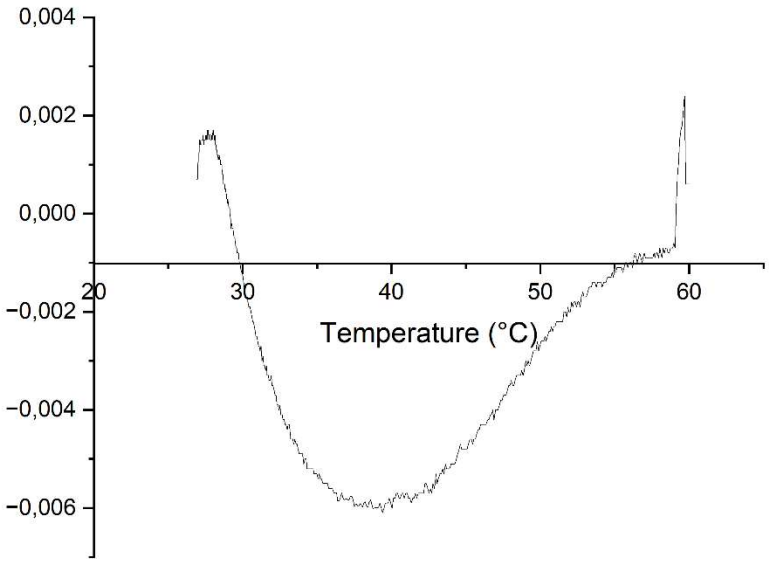


Figure 15 : dérivé de la plage de Tg

A partir de cette dérivée nous pouvons extraire la valeur de la Tg égale à 29.34 °C correspondante a une dérivée nulle.

Cristallisation

Au-dessus de la transition vitreuse, les polymères sont très mobiles. Ils s'agitent et se tortillent, ne restent jamais en position très longtemps. Quand les polymères atteignent la

bonne température, ils ont gagné assez d'énergie pour entrer dans des arrangements très ordonnés que nous appelons des cristaux.

Quand les polymères se transforment en ces arrangements cristallins, ils expulsent de la chaleur, que le thermocouple du récipient témoin peut mesurer (transition exothermique). Cette augmentation du flux de chaleur se voit très bien sur la courbe du flux de chaleur en fonction de la température.

La température au point le plus haut est appelée Température de cristallisation du polymère Tc qui est dans notre cas égale à 136.94 °C. Il est également possible de mesurer l'aire du pic, qui est la valeur de la chaleur latente de cristallisation du polymère.

Le calcule de l'aire s'est fait avec la méthode de trapèze

La méthode de trapèze :

$$\int_a^b f(x)dx = \frac{h}{2}(f(x_0) + 2f(x_1) + 2f(x_2) \dots \dots . + f(x_n)$$

La valeur trouve sous la crête da cristallisation est égal à 9.12 J/g

LA FUSION

La chaleur peut permettre à des cristaux de se former dans notre film, mais trop de chaleur conduit à leur démantèlement. Si on continue à chauffer notre film après son point de cristallisation Tc, on atteint une autre transition thermique appelée fusion.

Quand nous atteignons la température de fusion du notre film Tf, ces cristaux commencent à s'écrouler, c'est qu'ils fusionnent. Les chaînes de molécules sortent de leurs arrangements ordonnés, et commencent à bouger librement.

Quand on atteint la température Tf, le film reprend la chaleur dégagée lors de la cristallisation.
Il existe une chaleur latente de fusion aussi bien qu'une chaleur latente de cristallisation. Quand les cristaux de polymère fondent, ils ont besoin d'absorber de la chaleur (transition endothermique)

L'enthalpie mesurée au cours de cette

Fusion, permet d'obtenir le taux de cristallinité, qui joue en quelque sorte le rôle d'un

Coefficient de pondération entre les propriétés des deux états (cristallines et amorphes)

Qui est donné par la relation :

χc = DHf /DH° f, ou DH° f est l'enthalpie de fusion du même matériau mais 100% cristallin.

χc varie donc entre 0 (à l'état amorphe) et 1 (en fin de cristallisation), ou DHf est l'enthalpie de fusion du matériau considéré, qui est déterminée par une intégration de l'endotherme et DH° F pour un échantillon de laboratoire 100% cristallin.

La fusion est une transformation du premier ordre. Cela signifie que lorsque l'on atteint la température de fusion, la température du film ne s'élèvera pas tant que tous les cristaux n'auront pas fondus.
Cette absorption de chaleur pendant la fusion (baisse de température au niveau du thermocouple du récipient témoin) apparaît sous la forme d'un grand creux sur notre courbe de DSC qui est dans notre cas est égal a 469.81 °C

Ainsi, nous pouvons mesurer la chaleur latente de fusion en mesurant l'aire de cette crête. Grace a la méthode de trapèze et on a trouvé la valeur de 12.83 J/g.

Interprétation des images de MEB (microscope électronique a bailliage) :

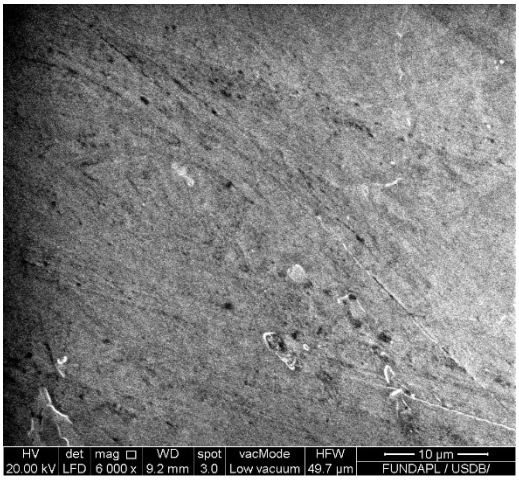


Figure 16 : Image du MEB, morphologie de la surface à 6000X

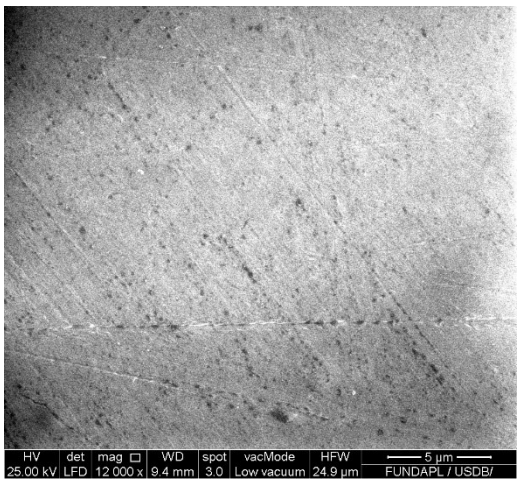


Figure 17 : Image du MEB, morphologie de la surface à 12000X

Description des images des échantillons obtenues par le MEB :

A la fin du calibrage et pour voir l'ultrastructure de notre film, nous avons analysé la morphologie du PEBD en utilisant un microscope électronique à balayage, d'où on a obtenu

les images de surfaces. Les paramètres opératoires pour ces observations sont résumés dans le tableau suivant :

Tableau 1: Les paramètres opératoires des observations au MEBE.

Paramètre / Image	Tension d'accélération (KV)	Agrandissement
Image (1)	**20.00**	**6000 X**
Image (2)	**25.00**	**12000 X**

Il ne faut pas se baser sur ces images pour se faire une confirmation. Ces observations ne sont pas vraiment concluantes et elles ne donnent pas d'informations suffisamment claires, du fait que ces images sont en deux dimensions et le phénomène de l'élaboration de notre film est d'une réalité tridimensionnelle ; aussi on remarque l'incapacité d'identifier la phase amorphe par rapport à la phase cristalline. La morphologie la plus communément admise lors de l'étirage du film lors du gonflage est de type micro fibrillaire. Ce modèle suppose l'existence d'empilements d'entités cristallines séparés par une phase amorphe orientée. En observant attentivement nos images, l'aspect de la morphologie au caractère fibrillaire est frappant (texture fibreuse). Des fibres allongées plus au moins parallèles (en forme de briques empilées) sont dues probablement à une traction continue des macromolécules. Des blocs cristallins qu'ils soient monocliniques ou orthorhombiques, sont tous orientés, en accord avec la bibliographie concernant l'étirage qui induira une cristallisation et une texture fibrillaire. Une formation d'une structure de type colonnaire orientée dans le sens de l'écoulement. C'est la **cristallisation fibreuse**, on obtient ainsi, des matériaux anisotropes.

On remarque que l'aspect fibrillaire du film, est le facteur commun des observations du même image, et avec plusieurs grossissements. Cela veut dire que notre première couche a cristallisé, est en compatibilité avec les résultats trouvés en DSC. La structure des couches adjacentes ne peut pas être déduite, et cela est dû à la limitation du MEB à fournir des informations de la morphologie des couches internes. A titre comparatif et pour en faire un couplage des propriétés mécaniques avec nos résultats (observations), il faut noter que la présence d'orientation moléculaire (cristallisation fibreuse) peut modifier de façon notable les propriétés mécaniques. Ainsi, un polymère semi cristallin orienté de manière

unidirectionnelle présente dans la direction d'étirage, un module d'Young supérieur à celui d'un échantillon similaire non orienté.

Analyse de diffractogramme DRX

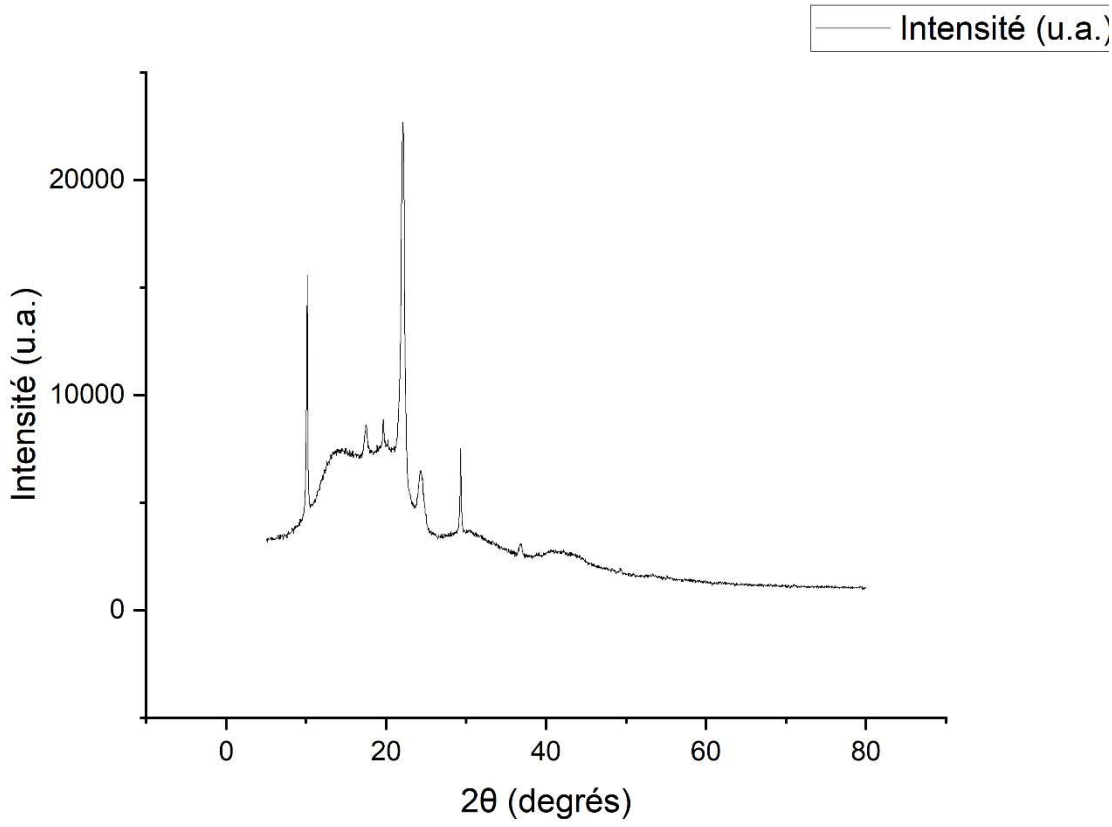


Figure 18 diffractogramme DRX

1. Pics intenses à faible angle (~8–15° 2θ)

Le pic intense vers 8–9° 2θ est inhabituel pour un mélange de polyéthylènes. Il peut résulter de plans inters lamellaires très espacés ou d'une orientation marquée selon le procédé d'étirage/extrusion, surtout s'il y a des lamelles ordonnées au sein du film.

Un autre pic moins marqué autour de 12–14° pourrait provenir d'une phase EVA semi-cristalline ou d'un effet d'orientation spécifique à la structure.

2. Pics à ~19.4° et ~22.9° 2θ — signaux classiques PE

Ce sont les plans (110) (~21°) et (200) (~23–24°) caractéristiques du polyéthylène cristallin (LDPE/LLDPE), confirmant la présence de zones cristallines de PE dans votre film.

Le rapport d'intensité entre ces deux pics reflète typiquement le degré de cristallinité et la distribution de taille des cristallites.

3. Large halo/diffusion amorphe autour de ~20° 2θ

Visible comme un fond continu sous et entre les pics, ce signal amorphe est dû à la présence du EVA, qui crée une matrice désordonnée autour des cristallites PE.

L'intensité du halo pourrait donner des indices sur la fraction EVA dans le film — plus le EVA est abondant, plus le halo domine par rapport aux pics.

4. Cristallinité relative

Si vous quantifiez l'aire sous les pics (après soustraction de la ligne de base amorphe), vous obtiendrez estimer la cristallinité globale (en %, typiquement entre 40-60 % selon le ratio PE/EVA).

La largeur à mi-hauteur (FWHM) des pics indique la taille moyenne des cristallites : pics plus larges = cristallites plus petites.

Conclusion et Perspective

Conclusion et perspective

Conclusion générale

Ce travail nous a permis de mettre en pratique les connaissances théoriques acquises tout au long de notre formation, à travers l'étude et la mise en œuvre d'un film tri-couche destiné à des applications d'emballage spécifiques. Nous avons pu identifier les matériaux adaptés, maîtriser le procédé d'extrusion-gonflage et caractériser les propriétés du film, notamment en termes de structure, de comportement thermique et de performances mécaniques.

L'ensemble des résultats obtenus a démontré la pertinence du choix des matériaux et la performance du film étirable développé, répondant efficacement aux exigences du Groupement Industriel des Ciments d'Algérie (GICA). Ce projet ouvre également la voie à des perspectives intéressantes d'amélioration et d'optimisation, notamment en explorant d'autres combinaisons de polymères ou en intégrant des additifs fonctionnels pour répondre à des besoins spécifiques.

Ainsi, ce PFE représente une étape importante dans notre parcours, enrichissante aussi bien sur le plan scientifique que technique, et nous a permis de renforcer nos compétences en recherche, en analyse et en innovation dans le domaine des matériaux polymères.

Perspectives

Amélioration de la zone élastique dans le sens longitudinal grâce à l'ajout d'éléments élastomères ou de matériaux à mémoire de forme : des stratégies économiques

L'intégration de polymères à mémoire de forme (SMP) et de composites élastomériques représente des solutions innovantes permettant d'améliorer les propriétés mécaniques tout en restant abordables.

Polymères à mémoire de forme (SMP)

Les SMP présentent des modifications importantes de leurs propriétés mécaniques en réponse à des stimuli, comme la température, ce qui permet une redistribution efficace de la pression.
Une mousse à base de polyuréthane, appartenant à la famille des SMP, a montré une

réduction remarquable de 80 % de la pression d'interface, ce qui la rend adaptée aux applications nécessitant un soulagement dynamique de la pression.

Composites élastomériques à mémoire de forme (SMEC)

Les SMEC associent des matrices élastomères à des fibres de polymères semi-cristallins, permettant une phase de commutation réversible qui améliore l'élasticité et la récupération de forme.
Ces composites peuvent être conçus avec des chimies simplifiées, facilitant un développement rapide et économique, tout en offrant des améliorations substantielles des performances mécaniques .

Composites élastomériques anisotropes à mémoire de forme (A-SMEC)

Les A-SMEC, obtenus par infiltration de réseaux fibreux alignés avec des élastomères, présentent une anisotropie marquée des propriétés mécaniques, pouvant être ajustée pour des applications longitudinales spécifiques.
Les essais ont révélé des différences significatives dans le module de Young et la déformation à la rupture entre les directions longitudinale et transversale, permettant ainsi des améliorations ciblées des performances.

Bien que ces avancées offrent des perspectives prometteuses pour l'amélioration des zones élastiques, des défis subsistent concernant l'équilibre entre coût, complexité des matériaux et performances. Des recherches supplémentaires pourraient explorer des matériaux alternatifs ou des systèmes hybrides afin d'optimiser ces propriétés de manière encore plus efficace.