REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE DE MEDEA

FACULTE DES SCIENCES



Mémoire

Présenté pour obtenir le diplôme de **Master**

En chimie

Spécialité : Chimie macromoléculaire

Par :

MEZIANIChaïmaâ

Thème :

ÉTUDE COMPARATIVE DE DEUX MATERIAUX D'EMBALLAGE À BASE DE POLYÉTHYLÈNEBASSE DENSITÉ

Soutenu publiquement le :22 /06 /2022, Devant le jury composé de :

BELHADJ Abd-Elmouneïm	PR.	Université de Médéa	Président
AZIZI Ahmed	MCA	Université de Laghouat	Examinateur
DEBOUCHASaîd	DIRECTEUR	Soexplast	Invité
MEDIA El-Mahdi	MCB	Université de Médéa	Encadrant
EULDJI Amel	MAA	Université de Médéa	Co-encadrant

Année universitaire : 2021/2022

دراسة مقارنة لماديي تغليف قائمة على البولي إيثيلين منخفض الكثافة

ملخص

هذا الموضوع البحثي مخصص لدراسة ومقارنة نوعين من مواد التعبئة والتغليف، فيلم الانكماش الحراري والأغشية المرنة، ومقارنة الخواص الميكانيكية الهيكلية والحرارية. يعد تحديد معلمات العملية المثلى ضروريًا من أجل تحديد أفضل الظروف لإعداد الأغشية، مثل معدل التضخم ومعدل السحب وارتفاع خط التجميد. تمت دراسة ال غشاءين ميكانيكياً، أظهر اختبار الانكماش على الغشاء القابل للتقلص بالحرارة أن الخطي يعطي الفيلم الذي يعتمد على PEbd مرونة معينة، مما يولد سهولة في التنفيذ على مستوى غلاف الانكماش. بالنسبة لاختبارات الانكماش، لاحظنا استطالة منخفضة للغاية للفيلمين، مما يؤدي إلى مادة مرنة بشكل ضعيف، سواء في الاتجاه الطولي أو في الاتجاه العرضي، في حين أن الاستطالة عند الكسر أكثر أهمية في الاتجاه العرضي منها في الاتجاه الطولي والذي يظهر سلوكًا مرنًا لزجًا. يعد اختبار الاحتكاك للأغشية ضروريًا لإظهار انزلاق الفيلم نحو سطح آخر يتلامس معه. يُظهر التحليل الطيفي بالأشعة تحت الحمراء بوضوح وجود المجموعات المميزة للبوليمرات المكونة لل غشاء، ويدرس قياس حيود الأشعة السينية تبلور ال غشاءين المنتجين، ويظهر نظامًا معيني مستقيموأن غرزة الوحدة لم يتم تعديلها للغشاءين.

.

الكلمات المفتاحية:تغليف، غشاء، قابل للتقلص بالحرارة، قابل للتمدد،تضخم، مرن، معيني مستقيم، غرزة الوحدة.

ÉTUDE COMPARATIVE DE DEUX MATERIAUX D'EMBALLAGE À BASE DE POLYÉTHYLÈNE BASSE DENSITÉ

RESUME

Ce thème de recherche est consacré à étudier et comparer entre deux types de matériaux de conditionnement, le film thermo-rétractable et le film étirable, et faire la comparaison entre leurs propriétés mécaniquesstructurales et thermiques. La détermination des paramètres optimaux du procédé est nécessaire afin de sélectionner les meilleures conditions d'élaboration des films, comme le taux de gonflage, le taux de tirage et la hauteur de la ligne de figeage. Les deux films ont été étudié mécaniquement, le test de rétraction sur le film thermorétractable a montré que le linéaire donne au film qui est à base de PEbd une certaine élasticité, ce qui engendre une facilité de mise en œuvre au niveau de la fardeleuse. Pour les tests de rétraction, on a remarqué pour les deux films un très faible allongement élastique, ce qui conduit à un matériau faiblement élastique, que ça soit dans le sens longitudinal ou dans le sens transversal, alors que l'allongement a la rupture est plus important dans le sens transversal que dans le sens longitudinal et qui montre un comportement viscoélastique. Le test de friction des films est nécessaire afin de montrer le glissement du film envers autre surface mise en contact avec lui. La spectroscopie infrarouge montre bien l'existence des groupements caractéristiques des polymères constituants le film, et la diffractométrie des rayons X étudie la cristallinité des deux films élaborés, et montre un système orthorhombique et que la maille élémentaire n'a pas été modifiée pour les deux films.

Mots clés : Emballage, film, thermo-rétractable, étirable, gonflage, élastique, orthorhombique, maille.

COMPARATIVE STUDY OF TWO LOW-DENSITY POLYETHYLENE-BASED PACKAGING MATERIALS

ABSTRACT

This research theme is devoted to studying and comparing two types of packaging materials, heat-shrink film and stretch film, and comparing their structural and thermal mechanical properties. The determination of the optimal process parameters is necessary in order to select the best conditions for the elaboration of the films, such as the inflation rate, the draw rate and the height of the freeze line. The two films were studied mechanically, the shrinkage test on the heat-shrinkable film showed that the linear gives the film, which is based on PEbd a certain elasticity, which generates an ease of implementation at the level of the shrink wrapper. For the shrinkage tests, we noticed for the two films a very low elastic elongation, which leads to a weakly elastic material, whether in the longitudinal direction or in the transverse direction, whereas the elongation at break is more important in the transverse direction than in the longitudinal direction and which shows a viscoelastic behavior. The friction test of the films is necessary in order to show the sliding of the film towards another surface brought into contact with it. Infrared spectroscopy clearly shows the existence of the characteristic groups of the polymers constituting the film, and X-ray diffractometry studies the crystallinity of the two films produced, and shows an orthorhombic system and that the unit cell has not been modified for the two movies.

Keywords: Packaging, film, heat-shrinkable, stretchable, inflation, elastic,orthorhombic, unit cell.

REMERCIEMENTS

Je tiens tout d'abord à remercier, le bon DIEU, pour m'avoir donné le courage et la détermination nécessaire pour finaliser ce travail de recherche qui compte tant pour mon avenir intellectuel et professionnel.

Je tiens tout particulièrement à adresser mes vifs remerciements à mon directeur de thèse, Monsieur MEDIA El-Mahdi, ainsi à la la co-directrice de thèse, MadameEULDJIAmel, pour m'avoir proposé ce sujet de recherche et surtout pour leurs orientations et remarques fructueuses. Qu'ils trouvent ici l'expression de mon profond respect.

C'est avec une certaine sincérité que je voudrais remercierle DirecteurGénéral de la filiale SEOXPLAST du groupe ENPC, Monsieur DEBOUCHA Saîd, qui m'a accueilli au sein de sa société, ainsi qu'à l'ensemble d'équipe, spécialement Monsieur BENGHARBIA Aboubakr,Directeur de l'Exploitationde la société et Madame KAROUCHEHafidha, la Responsable Technique de la société, qui ont sacrifié de leurs temps pour me suivre, et pour tout ce qu'ilsm'ont appris sur le domaine des films. Qu'ils trouvent ici l'expression de ma sincère reconnaissance.

Je suis très sensibles à l'honneur que nous a fait MonsieurBELHADJ Abd-Elmouneïm, Professeur à l'université de Médéa, pour l'intérêt qu'ila accordé à ce travail en acceptant de présider le jury.

Mes remerciements s'adressent également à Monsieur AZIZI Ahmed, Maître de conférences à l'Université de Laghouat, pour m'avoirhonoré de sa présence en acceptant de juger ce travail. Ses critiques et suggestions seront certainement constructives.

Ce serait manquer à un devoir très important que de ne pas remercier Monsieur le directeur du hall technologique,Monsieur MOULOUDSoufiane, pour son agréable accueil, ainsi qu'à Madame BENHAOUA Meriem, la Responsable des analyses chimiques du hall, pour les analyses FTIR de mes échantillons.

Et à la fin, je remercietoutes les personnes qui m'ont soutenu, de près ou de loin, tout au long de mon cursus universitaire.

DEDICACES



Ce travail a été réalisé grâce à la guidance d'Allah le Très Haut, qui m'a facilité toute issue favorable afin de pouvoir finir mon projet de fin d'étude ;

Je dédie ma remise de diplôme et toute ma joie à ceux qui ont récolté les épines de mon cheminpourm'ouvrir la voie de la science

" Ma Mère FELFLI Mesaouda et Mon Père Abdelkrim " ;

À mes très chères sœurs Ghanîa et Fatne et leurs enfants Yosra, Rafik et Amine ;

A mon professeur EULDJI Amel, qui m'a dirigée et conseillée, et je lui en suis reconnaissant

À mes très chèr frères Hamid, Farouk, Hamza, Elabbass, et Youcef ;

Je remercie mes chères amies et particulièrement CHERIF Razika que j'ai passé de très bon souvenirs précieux et inoubliables avec elle ;

À tout ceux qui me sont chers et qui me respectent.



GLOSSAIRE

LISTE DES ABREVIATIONS

D_e	Nombre de Deborah
AEP	Alimentation en Eau Potable
ATR	Réflectance totale atténuée
DP_i	Degré de polymérisation
DMA	Analyse mécanique dynamique
DRX	Diffraction Des Rayons X
EDI	Echange de données informatisé
EPE	Expanded polyethylene
EVA	Éthylène vinyle acétate
FLH	Frost Line Height
G	Énergie de fracture
GRV	Grands récipients pour vrac
H	Enthalpie
IR-TF	Spectroscopie Infrarouge a Transformée de Fourrier
L_0	Longueur initiale du côté (100 mm)
L_f	Longueur du côté après rétrécissement
LCB	Long Chaine Branching
LDPE	Polyéthylène basse densité radicalaire
LLDPE	Polyéthylène basse densité radicalaire linéaire
MD	Sens Machine
MDO	Machine Direction Orientation
MEB	Microscopie Électronique a Balayage

GLOSSAIRE

MFI	Melt Flow Index
MFR	Melt flow rate
mLLDPE	Polyéthylène basse densitélinéaire métallocène
PCI	polyisobutylène
PE	Polyéthylène
PEBD	Polyéthylène basse densité
PEHD	Polyéthylène haut densité
PET	Polyéthylène téréphtalate
PIB	Polyisobutylène
PLA	Acide polylactique
POP	Polluant organique persistant
PP	Polypropylène
PVC	Polychlorure de vinyle
PVDC	Polychlorure de vinylidene
S	Entropie
SCB	Short Chaine Branching
SL	Sens longitudinale
ST	Sens transversale
t_c	Temps de relaxation
t_p	Tempsde déformation
TD	Direction Transversale
TG	Taux de gonflage
TMA	Analyse Thermomécanique

TPO	Thermoplastique Polyoléfine
TT	Taux de tirage
ULDPE	Ultra low densite polyethylene

NOMENCLATURES ET SYMBOLES

NOMENCLATURES

FT	**Couche01 :**90% LLDPE + 10% LDPE + 0% EVA **Couche02 :** 90% LLDPE + 10% LDPE + 0% EVA **Couche03 :** 90% LLDPE + 10% LDPE + 0% EVA
FE	**Couche01 :** 5% LLDPE + 95% LDPE + 0% EVA **Couche02 :** 0% LLDPE + 68% LDPE + 32% EVA **Couche03 :** 5% LLDPE + 95% LDPE + 0% EVA

SYMBOLES

Tg	Température de transition vitreuse
°C	Temperature

INDICES

G	Vitreux

SOMMAIRE

Abstract/Résumés/ملخص

Remerciements

Dédicaces

Glossaire

Sommaire

Liste des figures

Liste des tableaux

INTRODUCTION GENERALE

1. Contexte de l'étude a

2. Objectifs du mémoire et organisation du manuscrit b

PARTIE 1 : ETAT DE L'ART

CHAPITRE I : EMBALLAGE FLEXIBLE

1. Introduction 1

2. MISE EN OEUVRE, L'EXTRUSION DE FILMS MINCES 1

2.1. EXTRUSION-GONFLAGE 2

2.1.1. DESCRIPTION DU PRECÉDÉ 2

2.1.2. INFLUENCE DES PARAMÈTRES DE PRODUCTION 3

2.1.3. FILM MULTICOUCHE 7

2.2. COMPOSITION, INPORTANCE DE LA FORMULATION 7

2.2.1. MATIÈRES PREMIÈRES 7

2.2.2. FORMULATION 8

2.2.3. ADDITIFS FACILITANT LA TRANSFORMATION 8

2.2.4. ADDITIFS APPORTANT DES PROPRIÉTÉS D'USAGE 9

2.3. FILMS D'EMBALLAGE 12

SOMMAIRE

2.3.1. FILMS ETIRABLES 12

a. DÉFINITION ET PROPRIÉTÉS 12

b. FORMULATION 14

c. ADHÉSION 18

d. PROPRETES DES FILMS ETIRABLES 19

2.3.2.FILMS RETRACTABLES 21

a. DÉFINITION ET PROPIÉTÉS 21

b. ORIENTATION DU FILM 22

c. PROPRIÉTÉS DE RÉTRACTION 23

d. FILMS PSEUDO-RÉTRACTABLES 24

e. RÉTRÉCISSEMENT 25

f. COMPARAISON DES FILMS RÉTRACTABLES 27

2.3. PROBLÉMATIQUES RENCONTRÉES ET CONCEPTS PHYSIQUESASSOCIÉS 27

2.3.1. PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES 27

a. ÉLASTICITÉ, VISCOSITÉ ET VISCOÉLASTICITÉ 27

b. DÉFORMATION ÉLASTIQUE 28

c. ÉTIRABILITÉ 30

d. DÉFORMATION PERMANENTE 32

e. INFLUENCE DE L'ORIENTATION MACROMOLÉCULAIRE 34

2.3.2.PROPRIÉTÉS OPTIQUES 37

a. BRILLANCE 38

b. VOILE ET TRANSPARENCE 38

c. CRISTALINITÉ 38

d. CAVITATION 39

3. CONCLUSION 40

BIBLIOGRAPHIE DE LA PARTIE I 41

PARTIE 2 : PARTIE EXPERIMENTALE

CHAPITRE II. PROBLEMATIQUE ET MODE OPERATOIRE

1. INTRODUCTION 46

2. Produits élaborés et matériaux utilisés 46

2.1. Produits élaborés 46

2.1.1. Films thermorétractables 46

2.1.2. Film étirable 47

2.2. Matériaux utilisés 48

2.2.1. Éthylène vinyle acétate (EVA) 48

2.2.2. Polyéthylène basse densité radicalaire (LDPE 49

2.2.3.Polyéthylène basse densité radicalaire linéaire (LLDPE) 50

3. Élaboration des échantillons 52

3.1. Le procédé de l'extrusion gonflage 52

3.2. Le mode opératoire du procédé 52

3.2.1. Emmagasination de la matière première 52

3.2.2. Formulation des différents échantillons 53

3.2.3. Alimentation et dosage de la matière première 53

3.2.4. Extrusion de la matière première 55

3.2.5. Gonflement de l'extrudât 55

3.2.6. Contrôle du film 56

3.2.7. Traitement corona 56

3.2.8. Enroulement et bobinage 57

3.2.9. Impression du film 58

4. Caractérisation des films 58

4.1. Identification des plastiques à l'aide de la spectrophotométrie IR 58

4.2. Propriétés mécaniques des films 60

4.2.1. Propriétés de traction 60

4.2.2. Résistance à la déchirure 61

4.3. Diffraction des Rayons X (DRX) 63

5. Conclusion 64

CHAPITRE III. RESULTATS & DISCUSSION 65

1. INTRODUCTION 65

2. DÉTERMINATION DES PARAMÈTRES OPTIMAUX DU PROCÉDÉ 65

2.1. TAUX DE GONFLAGE (TG) 66

2.2. TAUX DE TIRAGE (TT) 67

2.2. HAUTEUR DE LA LIGNE DE FIGEAGE (FLH) 69

3. PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES DES DEUX FILMS 69

3.1.1. MODE OPÉRATOIRE 69

3.1. TEST DE RÉTRACTION 70

3.2. TESTS DE TRACTION 76

3.3. TESTS DE FRICTION 79

4. INTERPRÉTATION DES SPECTRES FTIR 83

5. ANALYSE DE LA MICROSTRUCTURE DES FILMS PAR DRX 85

6. CONCLUSION 86

BIBLIOGRAPHIE DE LA PARTIE II 86

CONCLUSION GENERALE

SOMMAIRE

Conclusions de la thèse 87

ANNEXES

LISTE DES FIGURES

PARTIE 1 : ETAT DE L'ART

CHAPITRE I : EMBALLAGE FLEXIBLE

1	Représentation schématique d'une ligne d'extrusion-gonflage	2
2	Représentation schématique de la ligne de figeage	5
3	Représentation schématique de la forme de la bulle avant la ligne de figeage	6
4	Représentation schématique d'une bulle tri-couche A/B/A	7
5	Formule du PE	8
6	Dépendance de la viscosité des mélanges LLDPE/LDPE à la temperature	9
7	Evolution de la force du cling de films LLDPE contenant 6 % de PIB en fonction des conditions de process et du vieillissement	10
8	Banderoleuse de palettes à pré-étirage électrique	13
9	Diagramme de pareto permettant de déterminer les propriétésmacroscopiques à étudier	19
10	Représentation schématique du besoin d'étirabilité du film pourutilisation sur machine d'emballage (a) film dans les pinces (b) film pré-étiré dans la direction transverse	20
11	Représentation des éléments schématiques des propriétés élastiques, viscoélastiques et visqueuses	29
12	Représentation d'un essai de traction uniaxial pour les trois différentes classes de polymères	30
13	Représentation de l'évolution du module en fonction de la températurepour un polymère amorphe, un polymère semi-cristallin et unélastomère	31
14	Représentation schématique d'une rupture ductile	33
15	Représentation schématique d'une craquelure	34
16	Représentation schématique de la déformation (a) d'un polymère linéaire et (b) d'un polymère présentant des enchevêtrements noeuds de réticulation et des	nb34
17	Représentation schématique du développement de la morphologie cristalline pour le LDPE, LLDPE et HDPE	36

18	Représentation schématique du voile et de la transparence	38

PARTIE 2 :PARTIE EXPERIMENTALE

CHAPITRE II. PROBLEMATIQUE ET MODEOPERATOIRE

1	(a) LDPE, (b) LLDPE et (c) EVA	51
2	Les silos d'emmagasination de la matière première	53
3	Trémies et système de dosage	54
4	Les zones de la vis	55
5	Parties de l'extrudeuse (vis +fourreau)	55
6	La bulle de gonflage	56
7	Les auvents pincés	56
8	Caméra contrôleur	56
9	Traitement corona de la surface du film	57
10	Enroulement du film	57
11	Bobinage du film	57
12	Système de contrôle de l'impression	58
13	Camera de contrôle de l'impression	58
14	Un exemple de courbe contrainte-déformation	60
15	Machine d'essais universelle	62
16	Famille de plans cristallins en condition de Bragg	63

CHAPITRE III. RESULTATS & DISCUSSION

1	Représentation schématique de la forme de la bulle avant la ligne de figeage	68
2	Test de rétraction du film thermorétractable	69
3	Eprouvettes du film thermorétractable	70

LISTE DES FIGURES

4	Courbes contrainte-déformation longitudinale du film thermorétractable	71
5	Courbes contrainte-déformation transversale du filmthermorétractable	73
6	Courbes contrainte-déformation longitudinale du film étirable	74
7	Courbes contrainte-déformation transversale du film étirable	75
8	Courbes de friction du film thermorétractable	76
9	Courbes de friction du film étirable	77
10	Spectres FTIR du film thermorétractable	79
11	Spectres FTIR du film étirable	80
12	Réaction de la formation du groupe cétone de l'EVA	81
13	Réaction des macroradicaux avec le groupe vinylidène	82
14	Diagrammes de DRX des deux films FT et FE	84

LISTE DES TABLEAUX

PARTIE 1 : ETAT DE L'ART

CHAPITRE I : EMBALLAGE FLEXIBLE

1 Film étirable pour palettes

2 Liste des propriétés macroscopiques des films étirables à étudier

PARTIE 2 : PARTIE EXPERIMENTALE

CHAPITRE II.PROBLEMATIQUE ET MODE OPERATOIRE

1 Exigences techniques d'un film tri-couche thermorétractable 47

2 Exigences techniques et physiques d'un film tri-couche étirable 48

3 Propriétés physiques, thermiques et mécaniques du « MARPOL EVA 1802» 49

4 Différentes propriétés de LDPE sous le grade « DOW LDPE 310E » 49

5 Propriétés physico-mécaniques Thermique EFDC-7087 50

6 Différents échantillons élaborés 53

7 Fréquences infrarouges des composés chimiques et exemples de polymèresles contenant 59

8 Types des polymères en fonction des propriétés de résistance à la traction 61

CHAPITRE III. RESULTATS & DISCUSSION

1 Calcul des taux de gonflage des deux matériaux FT et FE 66

2 Calcul des taux de tirage des deux matériaux FT et FE 66

3 Calcul des taux de variation dimensionnelle des deux matériaux FT et FE 70

4 Tableau récapitulatif des tests de traction longitudinale du filmthermorétractable 72

5 Tableau récapitulatif des tests de traction transversale du film thermorétractable 73

6 Tableau récapitulatif des tests de traction longitudinale du film étirable 75

7 Tableau récapitulatif des tests de traction transversale du film étirable 76

LISTE DES TABLEAUX

8	Tableau récapitulatif des tests de friction du film thermorétractable	77
9	Tableau récapitulatif des tests de friction du film étirable	87
10	Bandes de la spectroscopie FTIR caractéristiques du film thermorétractable	80
11	Valeurs des distances inter-réticulaires	84

INTRODUCTION GENERALE

INTRODUCTION GENERALE

La fonction première d'un emballage est de protéger le produit, et c'est à travers cette fonction que la société tire le plus d'avantages en prévenant le gaspillage, en permettant des économies d'échelle dans la production et la distribution des biens. L'emballage a évolué pour répondre aux besoins changeants de la chaîne de valeur ; par exemple, l'emballage à l'époque moderne sert de plus en plus de plate-forme de communication, fournissant des informations sur le contenu, des instructions et un message marketing. Les emballages souples sont parfaitement adaptés pour relever les défis du marché et constituent la forme d'emballage qui connaît la croissance la plus rapide. La technologie des films multicouches stimule cette croissance en permettant de combiner des couches spécialisées avec des propriétés d'étanchéité, de barrière ou de résistance aux abus pour répondre aux exigences d'emballage de la manière la plus rentable possible.

A cela s'ajoute la variété des procédés de fabrication qui peuvent être utilisés pour assembler ces structures. Les tendances futures conduiront à une plus grande spécialisation, ce qui souligne la nécessité d'une compréhension fondamentale de la technologie de l'emballage flexible (souples).

Les emballages flexibles ont connu une croissance plus rapide que les autres formes d'emballage au cours des dernières décennies. Le facteur principal a été le coût. Les emballages flexibles utilisent généralement moins de matériau sur une base de poids que les autres formes d'emballage, ce qui entraîne une utilisation moindre de matériau ainsi que des économies de transport. Les emballages rigides détenaient historiquement l'avantage en termes de refermabilité (bouchons et couvercles) et de stérilisation à haute température, mais les emballages souples ont comblé l'écart avec l'introduction de nouvelles technologies.

Cette étude se concentre spécifiquement sur les films rétractables et étirables utilisés pour les emballages secondaires et les emballages de palettes dans le but d'« étudier les propriétés de ces deux films à base de polyéthylène basse densité, et faire comparer entre ces deux matériaux d'emballage, en matière de propriétés mécaniques, thermiques et économiques. Le manuscrit est structuré en quatre chapitres dont :

CHAPITRE I :EMBALLAGE FLEXIBLES, qui rappelle les notions nécessaires sur les films flexibles en général et surtout les deux films qu'on va étudier, le film thermoréctractables, ainsi que les propriétés clés qui décrivent ce type de films, et aussi le film étirable, qu'on va consacrer tout un sous chapitre également pour le définir et étudier ses propres propriétés.

CHAPITRE II : PROBLEMATIQUE ET MODE OPERATOIRE, qui a pour objectif

de présenter d'une part, les matériaux utilisés danscette étude, la préparation des échantillons en utilisant l'extrusion gonflage, pour un film tri-couche de deux emballages : thermorétractable et étirable, en détaillant toutes les étapes de cette mise en forme, et les diversestechniques qui ont permis la caractérisation des films préparés.

CHAPITREIII :RESULTATS ET DISCUSSION, qui est consacré à exposer les résultats obtenus des analyses faites de nos échantillons, et les discuter afin de répondre à la problématique composée. Des projections des notions cités dans les chapitres précédant vont être utiles afin de pouvoir enrichir les discussions.

PARTIE 1 :

ETAT DE L'ART

CHAPITRE I :

EMBALLAGE FLEXIBLE

CHAPITRE I : EMBALLAGE FLEXIBLE

1. INTRODUCTION

Un emballage (packaging, conditionnement) est l'ensemble des éléments vendus avec le produit pour en assurer sa présentation, sa conservation ou son transport.La consommation mondiale d'emballages en 2020 s'est répartie entre cinq catégories principales : le papier et le carton (31,06 %), les plastiques (souples 24,85 % et rigides 22,28 %), le métal (12,64 %), le verre (6,81 %) et les autres matériaux (2,35 %).[1]Ces chiffres s'expliquepar les divers avantages que les plastiques procurent : facilité de transformation, bonne résistance aux chocs,légèreté,etc. Les films sont particulièrement intéressants puisqu'ils permettent de répondreau cahier des charges tout en offrant une grande légèreté et une très faible utilisation desressources.Il existe de nombreux types de systèmes de polymères naturels et synthétiques qui peuvent être transformés en films d'emballage. Des exemples bien connus sont les cellulosiques, les polyoléfines, les polyesters, les vinyles et les nylons. Tous ces éléments peuvent être façonnés en feuilles minces (0,0076 cm ou moins) qui constituent la famille des films. [2]

Les films de polyéthylène sont des produits largement utilisés dans l'industrie de l'emballage. Ces films sont largement utilisés dans les emballages souples d'un large éventail de produits.Ils offrent une très bonne combinaison de propriétés physiques et mécaniques, qui répondent aux exigences techniques de l'industrie de l'emballage.[3]Cependant, seuls quelques-uns peuvent être préparés de telle manière que, lorsqu'ils sont appliqués à la chaleur, ils se rétractent de façon ordonnée, ou lorsqu'ils sont étirés autour d'un produit, génèrent une tension résiduelle qui contracte le film au contour du produit.

L'objectif de ce chapitre est d'examiner les méthodes de fabrication des films et d'identifier et de comparer les propriétés de certains types clés (thermorétractables et étirables). En corollaire, nous relierons ensuite ces propriétés aux utilisations finales à l'industrie.

2. MISE EN ŒUVRE, L'EXTRUSION DE FILMS MINCES

Les polymères peuvent être mis en forme par le biais de différents procédés, chacun étantadapté à la nature des matériaux à transformer ainsi qu'aux caractéristiques des produits finis recherchées. Les technologies de mise en forme des thermoplastiques sont par exemple :l'injection, l'extrusion, le calandrage ou le thermoformage. L'extrusion est l'une des techniquesles plus utilisées pour la mise en œuvre des thermoplastiques (voir Annexe A). Elle présentel'avantage d'être un procédé continu. [4]Les films minces de polymères peuvent à la

fois être mis en œuvre au travers de procédéssoufflés(extrusion-gonflage) ou par extrusion à plat (dit cast).

2.1. EXTRUSION-GONFLAGE

2.1.1. DESCRIPTION DU PRECÉDÉ

La fabrication de film mince par extrusion gonflage consiste à faire passer la matière fondueà travers une filière annulaire et à gonfler et étirer simultanément la gaine de polymère forméejusqu'à l'obtention des dimensions souhaitées (diamètre de bulle et épaisseur respectivement).

Une ligne d'extrusion-gonflage (Figure 1) est constituée d'une extrudeuse, d'une filièreannulaire, d'un système de refroidissement, d'un système de gonflage, de barreaux de guidage,de panneaux d'aplatissement et d'un banc de tirage et d'enroulement.

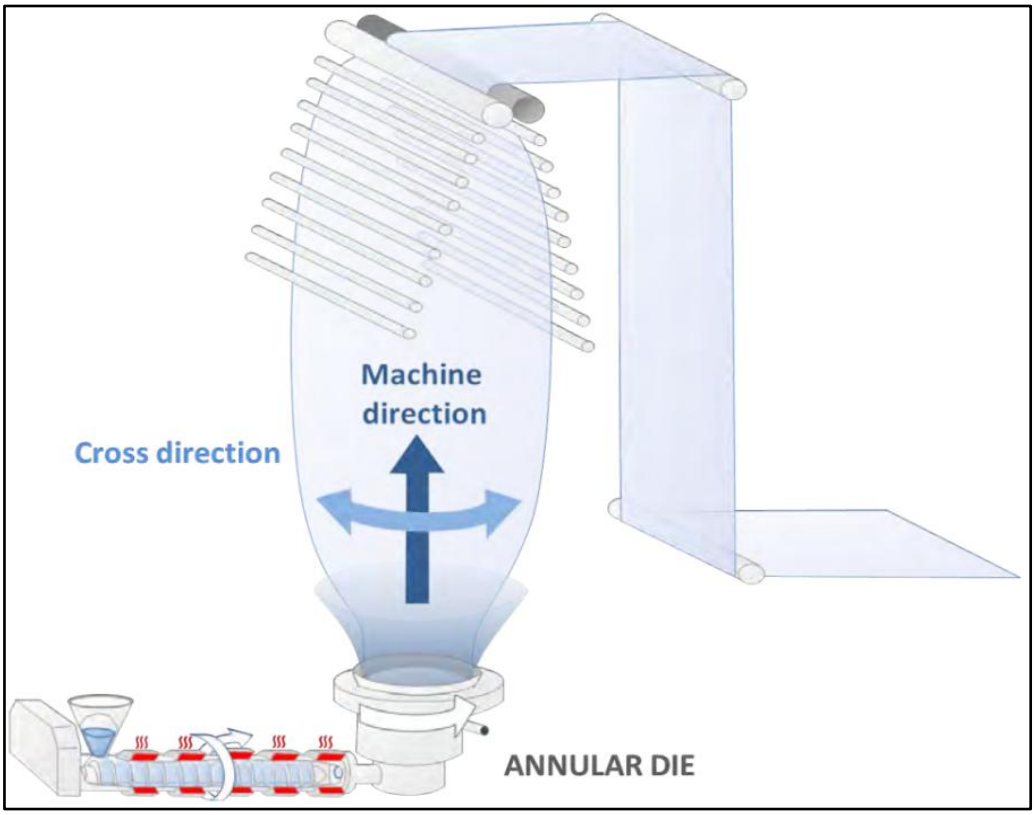


Figure 1. Représentation schématique d'une ligne d'extrusion-gonflage[5]

L'extrudeuse est constituée d'un fourreau régulé en température par le biais de plusieurs zones de chauffe et d'unevis sans fin. Ces deux éléments permettent la fusion et le cisaillement de la matière ainsi queson acheminement jusqu'à la filière. La vis se caractérise par son rapport L/D et son taux decompression. Le profil optimal de la vis (noyaux cylindrique ou conique, pas constant ou passuccessifs différents, etc.) dépend de la matière extrudée et de la filière utilisée. Les filières annulaires sont généralement définies par leur

diamètre nominal et l'entrefer (gap en anglais) quicorrespond à la largeur du passage de la matière fondue. Cette filière est maintenue en température par des colliers chauffants. La gaine formée à la sortie de la filière est étirée grâce à unposte de tirage de vitesse réglable afin de réguler l'épaisseur du film produit. De l'air est injectépar un trou au centre de la filière. La pression provoque le gonflement de la bulle. Une pressionrégulière et constante permet un contrôle uniforme de l'épaisseur du film. La gaine est ensuiteaplatie, les extrémités sont coupées et la gaine est généralement séparée afin d'être enrouléesur deux postes d'enroulement distincts. Le refroidissement du film peut se faire par différentsdispositifs internes et/ou externes. Le refroidissement externe peut se faire par un anneau d'air.

Outre le refroidissement de la matière fondue, cet anneau permet une stabilisation de la bulle etun meilleur contrôle de l'épaisseur. Il est important que le débit d'air soit grand, mais la pressionfaible afin de refroidir efficacement sans endommager la gaine de matière fondue. Un refroidissement efficace est nécessaire pour limiter le phénomène de blocking, c'est-à-dire le collage desfaces internes de la gaine lors de sonpincement.

Les films produits par le procédé d'extrusion-gonflage sont toujours plus ou moins bi-orientés.Généralement, les films présentent une orientation supérieure selon le sens machine (sens del'extrusion).[5]

2.1.2. INFLUENCE DES PARAMÈTRES DE PRODUCTION

Plusieurs paramètres ajustables sur les lignes de production de filmsoufflé ont unimpact significatif sur les propriétés des films produits, notamment les propriétés mécaniques etoptiques.[6] Les principaux paramètres à prendre en compte sont : le taux de gonflage, le tauxde tirage, le débit de l'extrudeuse, la hauteur de la ligne de cristallisation et la température dela matière.

Le **taux de gonflage** (TG) est le rapport du diamètre de la bulle et du diamètre de la filière(eq. (1)).

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

Il représente l'étirage transversale subi par le film. Généralement les films soufflés sontcaractérisés par la largeur de la gaine à plat (et non le diamètre de bulle), ainsi, le taux degonflage peut être défini par l'équation (2).

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

L'accroissement du taux de gonflage entraîne une augmentation de l'orientation macromoléculaire transversale, au détriment de l'orientation longitudinale. Ainsi, l'extrusion

gonflagepermet 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 tiragedu film et la vitesse d'extrusion de la matière en sortie de filière (eq. (3)).

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

Il représente l'étirage longitudinal subit par la matière au cours de l'extrusion. Plusieursrelations existent pour relier les caractéristiques de la filière, les paramètres process que sont leTT et le TG à l'épaisseur finale du film, notamment l'équation (4).

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

ainsi,

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

avec k le rapport entre la masse volumique à l'état fondu (T_{ext}) et la masse volumique àl'état solide (23 °C). Cette valeur est d'environ 0,82 pour le PE.$e_0$correspond à l'entrefer de lafilière et e à l'épaisseur du film.

Plus l'entrefer est large, plus l'étirage longitudinal est important pour produire une épaisseurde film donnée, pour un TGdonné. Généralement, le TG est limité par rapport à l'équipementet 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 despropriétés mécaniques du film produit.

Dépendamment des applications, le niveau d'orientation macromoléculaire présente un rôle plus ou moins important. Ainsi, au cours de l'extrusion-gonflage, l'orientation des chaînes macromoléculaires est provoquée par les contraintes appliquées à la matière. Il est possible de dénombrer trois sources de contraintes qui ont différentes influences :[7]

- La contrainte de cisaillement qui permet l'écoulement du fondu à travers de la filière. Elle induit une orientation des chaînes dans le sens longitudinal.
- La contrainte induite par l'étirement du fondu par la rotation du pinceur entraîne également une orientation dans le sens machine.
- La contrainte dite circonférentielle provoquée par le gonflage de la bulle. A la différence des deux précédentes contraintes, cette dernière entraîne une orientation des chaînes dans la direction transverse.

Généralement l'orientation induite par le passage au travers de la filière est négligeable par rapport à celle induite par l'étirement provoqué par les pinceurs.

CHAPITRE I : EMBALLAGE FLEXIBLE

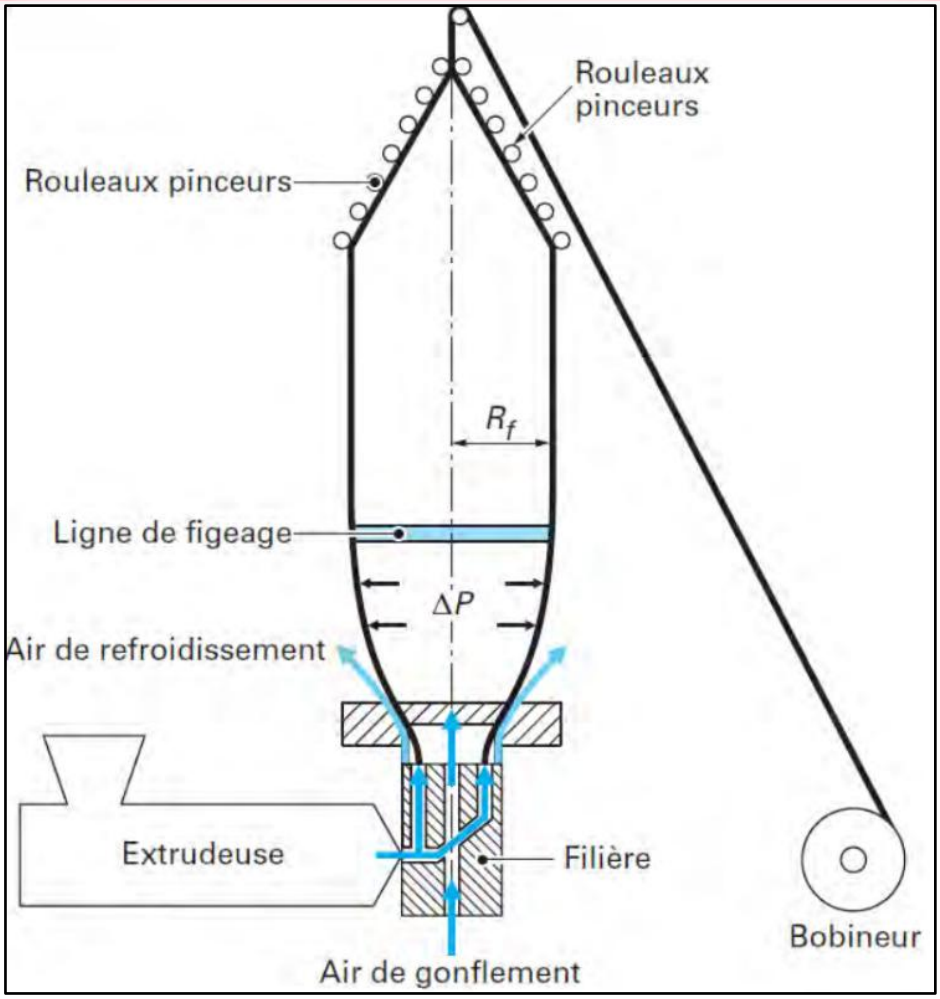


Figure 2. Représentation schématique de la ligne de figeage [8]

Bien que le TT et le TG jouent un rôle primordial dans le développement de l'orientationmacromoléculaire, il est nécessaire de prendre en compte la hauteur de la ligne de figeage(FLH pour Frost Line Height), Figure 2 et la forme de la bulle au niveau de celle-ci (Figure3). La hauteur de la ligne de figeage marque le passage de l'état fondu à l'état solide de lagaine, c'est-à-dire la diminution de la mobilité des macromolécules constituant le film. Ainsi,c'est la forme de la bulle juste avant le figeage qui confère le niveau d'orientation macromoléculaire aux chaînes polymères.

La hauteur de la ligne de figeage dépend du refroidissement de la gaine. Elle se déplace doncsous l'influence du débit de l'extrudeuse, de la vitesse de tirage du film ou du débit d'air fournipar l'anneau de refroidissement. Elle dépend aussi des propriétés thermiques et rhéologies de lamatière transformée. [8]Généralement, pour un même taux de tirage et un même débit d'air,l'augmentation du taux de gonflage provoque naturellement une augmentation du diamètre dela bulle et donc une plus grande surface d'échange thermique. De plus, le film s'amincie plusrapidement, ainsi, la matière se fige à une hauteur plus faible

lorsque le taux de gonflage estsupérieur. Au contraire, une augmentation du taux de tirage entraîne une augmentation de lahauteur de figeage. La bulle gonfle moins rapidement, la déformation élongationnelle est favorisée, ainsi le film atteint sa température de figeage à une hauteur plus importante. De même,le débit ou la température de l'air de refroidissement influencent également cette hauteur. Finalement, le comportement plus ou moins viscoélastique des matières transformées conditionnele paramétrage de la ligne de production afin d'obtenir la bulle la plus stable possible. En effet, généralement, cette hauteur est ajustée afin d'obtenir la bulle la plus stable possible et laproductivité la plus importante possible.

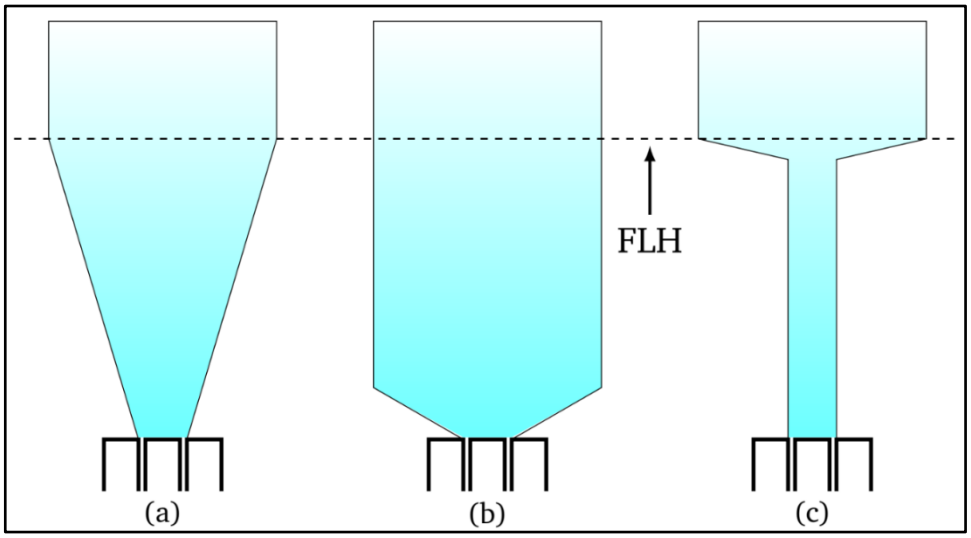


Figure 3. Représentation schématique de la forme de la bulle avant la ligne de figeage [7]

La forme de la bulle juste avant le figeage influence la cinématique de l'étirement et ainsil'orientation macromoléculaire qui sera figée. Cela est comparable à l'étirement simultané ouséquentiel en bi-étirage. Les chaînes de polymères ayant la capacité de relaxer les contraintes,l'orientation induite en sortie de filière peut être relaxée avant d'atteindre la ligne de figeage.

Il convient de considérer l'allure de la bulle et le taux de tirage par rapport au gonflage justeavant le figeage de la matière (c'est-à-dire au niveau de la FLH). Comme l'atteste la Figure 3,la géométrie de la bulle favorise plus ou moins l'orientation longitudinale ou transversale. Surcette figure, la bulle (a) subit un étirement simultanément en SL et ST, parmi les trois bullesprésentées c'est celle qui peut présenter l'orientation la plus équilibrée entre le SL et le ST.Concernant la bulle (b), l'étirage dans le sens machine prédomine clairement avant la FLH, lefilm sera principalement orienté en SL. Tandis que pour la bulle (c) (high stalk bubble), justeavant la ligne de figeage c'est un étirement transversal qui prédomine, l'orientation des chaînesen ST est donc favorisée.

2.1.3. FILM MULTICOUCHE

La coextrusion permet la fabrication de films multi-couches. Il est ainsi possible de combinerles propriétés des différentes couches afin de palier les lacunes que pourraient présenter lescouches une à une. Il existe des lignes de coextrusions permettant de réaliser des films soufflésde plus de onze couches. Néanmoins, les films étirables polyoléfines présentent généralementtrois (ou cinq) couches, produites soit par le biais de deux extrudeuses (A et B), menant à unestructure de type A/B/A (Figure 1.4) ou encore trois extrudeuses A/B/C. La couche à cœurpermet généralement d'apporter la tenue mécanique et les couches externes sont caractériséespar leur optique et leurs propriétés de surface. Ce sont dans les couches externes que sontajoutés les additifs dont le rôle est de migrer à la surface, tels que les agents anti-buée ou lesagents collants.[5]

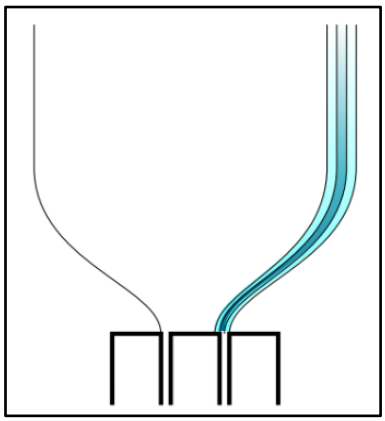


Figure 4. Représentation schématique d'une bulle tri-couche A/B/A[5]

2.2. COMPOSITION, INPORTANCE DE LA FORMULATION

2.2.1. MATIÈRES PREMIÈRES

Les polyoléfines et plus particulièrement le polyéthylène sont parmi les polymères les plusutilisés dans l'industrie de l'emballage et notamment dans l'industrie du film. Ils sont égalementune des familles de polymères les plus étudiées. Les PE sont basés sur une simple unité répétitive−CH2 − CH2− (Figure 5) et permettent d'obtenir une large gamme de propriétés physiqueset mécaniques qui sont accessibles grâce au contrôle fin de l'architecture moléculaire par lasynthèse du polymère (densité, poids moléculaire et sa distribution, ramification à chaîne courteet longue (SCB et LCB pour short chain branching et long chain branching), etc.) De plus, ils sonttrès bon marché. Ainsi, ils sont utilisés pour une variété d'applications allant de la feuille rigideau film soufflé ou encore des films orientés biaxialement. Les propriétés des produits finauxdépendent à la fois des caractéristiques de la

résine et des conditions de transformation. Il estpossible d'obtenir une structure, une orientation moléculaire et une cristallinité différente, quiinfluencent, par exemple, les propriétés mécaniques et l'optique des films produits.

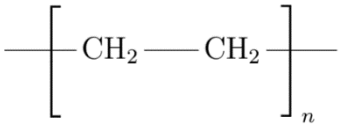


Figure 5. Formule du PE

Ainsi, selon la voie de synthèse, différents types de polyéthylènes peuvent être obtenus. LesPE sont généralement catégorisés en fonction de leur densité, leur linéarité (ou le nombre et lalongueur de leur ramifications) et leur masse molaire. Les plus utilisés dans l'industrie du packaging sont les HDPE, LDPE et LLDPE. Dans la famille des polyoléfines se trouvent également lespolypropylènes qui peuvent être des homopolymères ou des copolymères (propylène copolymérisé avec une autre oléfine, généralement de l'éthylène). Les EVA avec différents pourcentagesde motifs acétate de vinyle sont également très utilisés pour la fabrication de film.[5]

2.2.2. FORMULATION

La formulation peut être considérée comme la science du mélange. Dans le cas des polymères elle peut consister en l'additivation de résines polymères ou à des mélanges polymère/-polymère afin de conférer certaines propriétés au produit fini et/ou d'en faciliter la transformation.

Les polymères se présentent généralement sous forme de granulés ou de poudre et les additifs sous forme liquide ou de poudre. Il est possible de directement mélanger les additifs aupolymère quelque que soit leur forme. Il est également possible de travailler à partir de mélange-maîtres. Ils se présentent sousforme de granulés qui contiennent une forte concentration d'additif dispersée uniformémentdans une résine support. Ils permettent un dosage plus précis des additifs. Les films étirablesen polyoléfines sont généralement produits à partir de granulés de polymère et de mélanges-maîtres directement mélangés dans les proportions souhaitées dans des doseurs avant leur passage dans l'extrudeuse.

Il est possible de diviser les additifs incorporés dans la formulation des films étirables endeux catégories : ceux qui facilitent la transformation et ceux qui apportent une propriétéd'usage.

2.2.3. ADDITIFS FACILITANT LA TRANSFORMATION

Pour ce qui est de l'extrusion des polyoléfines, les granulés de polymères sont généralementdéjà additivés par le fournisseur. Certains grades sont disponibles avec ou sans agent glissant etlubrifiant ou anti-oxidant. Mais la plupart des grades contiennent des stabilisants thermiques.

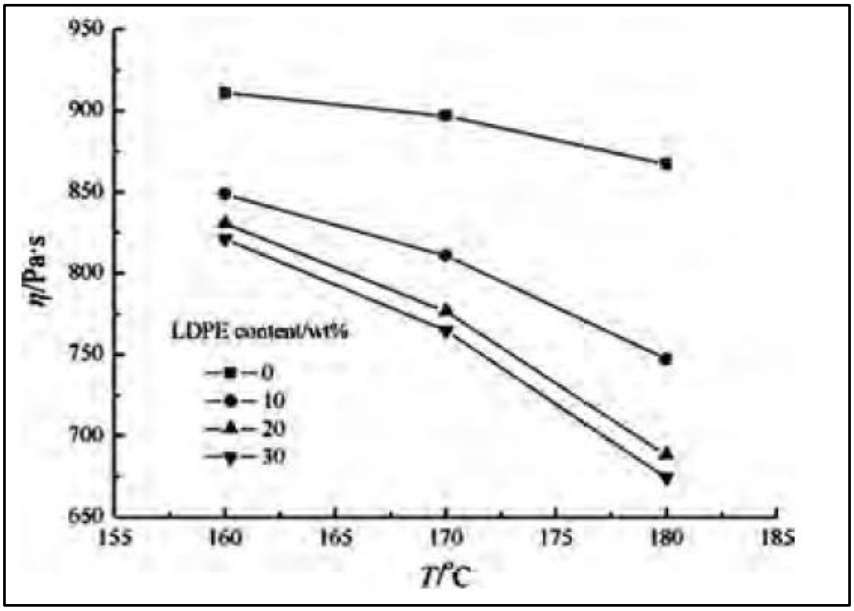


Figure 6. Dépendance de la viscosité des mélanges LLDPE/LDPE à la température [9]

Outre l'incorporation d'additifs, il est également possible de mélanger les polymères entreeux. Cela permet l'élargissement de la gamme de produits disponibles sans avoir recourt àde nouvelles matières. Il est également possible d'améliorer la processabilité par le biais dumélange de polymères. C'est notamment le cas de l'incorporation de quelques pourcents deLDPE dans le LLDPE. En effet, le LLDPE, qui ne contient que de courtes ramifications et quiprésente généralement une distribution de masse molaire étroite est plus difficile à transformerque le LDPE. Pour les niveaux de cisaillement mis en jeux dans l'extrudeuse (100 à 1 000 s^{-1}),la viscosité du grade linéaire à l'état fondu est plus élevée. Le couple induit par ces gradesest trop important. L'incorporation de LDPE permet la diminution de cette viscosité, et aussiplus globalement d'améliorer sa sensibilité aux variations de température ou de cisaillement(Figure 6). Les longues ramifications du LDPE permettent la formation d'enchevêtrements quisont plus sensibles au cisaillement. Ainsi, l'incorporation de LDPE permet la diminution de laviscosité dans l'extrudeuse et donc la réduction du couple et aussi une meilleure tenue de labulle, car dès la sortie de filière la viscosité augmente.

2.2.4. ADDITIFS APPORTANT DES PROPRIÉTÉS D'USAGE

Les propriétés adhésives des films polyoléfines peuvent d'une part provenir de la matièrede la couche externe et de ses propriétés intrinsèques, comme l'EVA par exemple dont

les propriétés adhésives évoluent avec l'augmentation du pourcentage de motifs AV.D'autre part, ilest possible d'utiliser des additifs qui vont migrer en surface afin de lui conférer des propriétésadhésives, c'est le cas du PIB. L'intérêt d'utiliser cet additif est double puisque le collant du filmse développe dans les jours qui suivent l'extrusion par la migration progressive des moléculesdu cœur vers la surface, ainsi, le film n'est pas collant pendant le processus d'extrusion. Lavitesse de migration de l'additif en surface dépend notamment des conditions d'extrusion, dupourcentage d'additif, de sa masse molaire, de la cristallinité du film et des conditions de stockage (température). McNally, Small et leurs collègues [9–11] ont réalisé plusieurs études pourquantifier l'influence de ces paramètres sur la migration du PIB en surface de films polyoléfines(Figure 7).

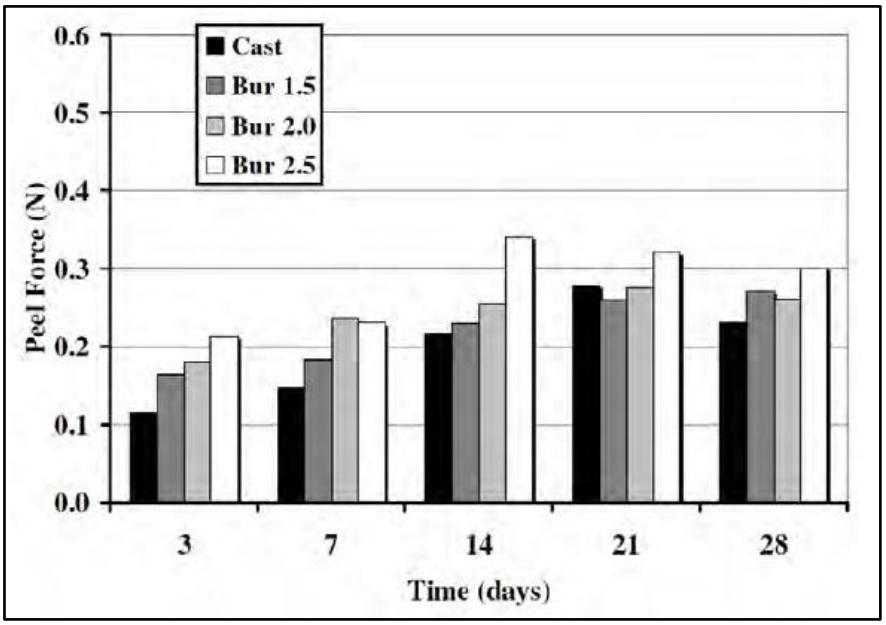


Figure 7. Evolution de la force du cling de films LLDPE contenant 6 % de PIB en fonctiondes conditions de process et du vieillissement [10]

Par le biais des mélanges de polymères, il peut y avoir une synergie qui se traduit macroscopiquement par une amélioration de certaines propriétés. Toutefois, les propriétés obtenuescorrespondent généralement à la moyenne des propriétés des grades mélangés, ce qui permetun ajustement des propriétés en fonction du ratio du mélange.

Il faut différencier les mélanges miscibles, c'est-à-dire entre deux polymères compatibles etsolubles l'un dans l'autre, des mélanges incompatibles qui mènent à la formation d'un mélangecomposite, hétérophasé. La thermodynamique à l'état fondu permet d'appréhender la miscibilitéde deux grades.

L'énergie libre de mélange (ΔG_m) est définie par l'équation (6) selon le second principede la thermodynamique.

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

avec ΔH_m et ΔS_m l'enthalpie et l'entropie de mélange, respectivement.

Il est nécessaire que l'énergie libre du mélange soit négative pour que le mélange soit homogène et stable. Cependant, cette condition est rarement vérifiée dans le cas de mélanges depolyéthylènes. [11]En effet, puisque les constituant sont de nature très proches, ΔH_m est trèsfaible. Pour que l'enthalpie de mélange soit élevée, il faut que l'affinité entre les deux polymèressoit plus importante que l'affinité d'un polymère avec lui-même. De plus, lorsque les massesmolaires sont très élevées, ce qui est le cas des polyoléfines, la variation de l'entropie est elleaussi très faible (eq. (7)). Ainsi, c'est l'état immiscible qui est énergétiquement favorisé.

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

avec DP_i le degré de polymérisation.

Ainsi, la plupart des mélanges de polymères mènent à la formation d'un mélange immiscible.Ces derniers peuvent avoir différentes morphologies :

- Nodulaire
- Fibrillaire
- Lamellaire
- co-continue

La morphologie du mélange dépend à la fois des propriétés des matières premières, de leurpourcentage, mais également du procédé de mise en œuvre. Les propriétés du mélange évoluent en fonction de la nature de la morphologie. Chacune présentant des avantages et des inconvénients en fonction des applications. Les morphologies nodulaires permettent par exempled'améliorer les propriétés à l'impact de polymère fragile par inclusion de nodules de phase élastomérique dispersés dans la matrice. Les morphologies fibrillaires améliorent généralement lespropriétés en traction des mélanges. Les morphologies lamellaires sont intéressantes pour modifier les propriétés barrières par l'augmentation de la tortuosité. Finalement, la morphologieco-continue, qui est la seconde plus répandue avec la morphologie nodulaire, permet d'obtenirdes mélanges qui présentent à la fois les propriétés de chacune des phases. Il est égalementpossible de moduler les propriétés de l'interphase.

Il est également possible de faire varier un dernier paramètre dans le cas de la formulation des polyoléfines. Par exemple, dans le cas où les films sont produits par le biais de deuxextrudeuses qui mènent à la formation de film de type A/B/A, il est possible de faire

varier larépartition des couches afin de favoriser ou non le comportement des couches externes vis-à-visde la couche interne ou inversement. Les propriétés mécaniques sont généralement assuréespar la couche interne tandis que les additifs tels que les agents anti-buée ou collant sont ajoutésdans les couches externes.[5]

2.3. FILMS D'EMBALLAGE

Les emballages flexibles ont connu une croissance plus rapide que les autres formes d'emballage au cours des dernières décennies. Le facteur principal a été le coût. Les emballages flexibles utilisent généralement moins de matériau sur une base de poids que les autres formes d'emballage, ce qui entraîne une utilisation moindre de matériau ainsi que des économies de transport. Les emballages rigides détenaient historiquement l'avantage en termes de refermabilité (bouchons et couvercles) et de stérilisation à haute température, mais les emballages souples ont comblé l'écart avec l'introduction de nouvelles technologies.

La taille du marché de l'emballage souple dépend de la façon dont il est défini. La Flexible Packaging Association ainsi que PCI Films Consulting le définissent comme suit: « L'emballage flexible, tel que PCI Films Consulting le définit, englobe la fabrication, la fourniture et la transformation de films plastiques et cellulosiques, de feuilles d'aluminium et de papiers qui sont utilisés séparément ou en combinaison, pour les emballages primaires de produits alimentaires de détail ; applications d'emballage non alimentaires telles que les aliments pour animaux de compagnie, le bricolage [do it yourself], le suremballage de produits d'hygiène,détergents ménagers, tabac; et certains autres secteurs spécialisés de l'emballage non alimentaire, tels que les emballages médicaux et pharmaceutiques. »[12]

La définition de PCI concerne spécifiquement les emballages souples à valeur ajoutée fournis par les transformateurs (imprimés, laminés, coextrudés ou transformés en sacs et pochettes). La valeur des emballages souples se mesure au niveau de l'emballeur. Cette définition exclut notamment les **films rétractables** et **étirables** utilisés pour les emballages secondaires et les emballages de palettes, les sacs de transport, les sacs de libre-service et de comptoir des supermarchés, les sacs d'ensilage, les sacs poubelles, les GRV industriels et autres emballages industriels, etc.

2.3.1. FILMS ETIRABLES

a. DÉFINITION ET PROPRIÉTÉS

Les films étirables sont des films élasto-plastiques extensibles qui, lorsqu'ils sont étirés autour d'un produit, génèrent une tension résiduelle qui contracte le film au contour du produit. Les films étirables et les housses ont de plus en plus remplacé les rubans, les films

rétractables et les bandes métalliques pour la palettisation et le groupement.Certains avantages des films étirables dans ces applications sont les suivants :[13]

- Coûts de manutention réduits ;
- Économies de main-d'œuvre ;
- Économies de transport ;
- Protection ;
- Contrôle des stocks (identification plus des produits en raison de la clarté du film).

L'industrie du film étirable est une industrie très empirique, pour laquelle peu de littérature existe puisque les formulations et les procédés développés il y a plusieurs décennies sont très efficients et relativement stables. Cependant, les évolutions réglementaires et sociétales tendent à s'orienter vers des films plus éco-responsables et forcent à se remettre en question.Les premiers films étirables destinés au contact alimentaire, produits par la société DowChemical dans les années 1950, étaient en PVDC. Dès les années 1960, les films étirablessontprincipalement produits à partir de PVC plastifié. Depuis les années 1980, des films en polyoléfines sont produits.[5]

Le film étirable est utilisé pour unifier les marchandises pour le transport. Un film mince est étiré, soit à la machine, soit à la main, et enroulé autour des emballages pour maintenir les marchandises ensemble. Le film adhère à lui-même et à la palette, sécurisant la charge. Dans sa forme la plus courante, le film étirable est appliqué sur une palette empilée à l'aide d'une banderoleuse de palettes à pré-étirage électrique dans le cadre d'une opération automatisée (Figure 8). Dans cette opération, le film est étiré, entre 100% et 300%, par des rouleaux tournant à différentes vitesses et est ensuite appliqué sur une palette chargée qui repose sur un plateau tournant mobile.[14]



Figure 8.Banderoleuse de palettes à pré-étirage électrique

b. FORMULATION

Le film d'emballage pour machine est généralement fourni sur des rouleaux de 20 ou 30 pouces. (51 ou 76 cm) de large. Le film d'emballage à la main est fourni sur des rouleaux plus petits. Les films étirables/collants peuvent être fabriqués par un procédé de film coulé ou de film soufflé. La plupart des films étirables/collants sont des structures coextrudées contenant trois à sept couches. La plupart des lignes de film coulé sont maintenant installées avec une capacité à cinq couches, et les films coextrudés en film soufflé sont généralement à trois couches. LLDPE est le composant principal de la plupart des films étirables. Pour les applications spécialisées, des coextrusions contenant des couches mineures de PP, EVA, POP, m-LLDPE, EPE ou ULDPE peuvent être utilisées (tableau 1). Pour la plupart des structures

de film étirable, une résine avec une bonne adhérence inhérente est utilisée sur l'une ou les deux couches de surface.[14]

Tableau 1. Film étirable pour palettes[14]

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 poisseux (collant), tel que le poly-isobutylène, peut également être ajouté à la structure pour fournir la force d'adhérence souhaitée. Le film étirable est utilisé pour unifier des palettes entières ou partielles empilées avec des produits tels que des sacs de résine, des sacs d'engrais, des biens de consommation et des produits alimentaires pendant la distribution. La plupart des films étirables sont retirés par le détaillant avant de mettre en vente les articles emballés. Les films étirables doivent avoir les éléments suivants :

- Bonne adhérence ;
- Extensibilité ;
- Rétention de charge ;
- Résistance à la perforation.

Un film étirable est étiré et orienté par l'utilisateur à température ambiante. L'étirage à froid augmente la résistance et si l'étirement se produit dans la plage élastique du polymère, les molécules tentent de revenir à leur configuration d'origine une fois la contrainte relâchée.[15] Cela contraste avec les films rétractables où le film est étiré par le producteur de film à une température élevée avec la contrainte résiduelle gelée en place. Cette contrainte est soulagée lorsque le film est exposé à une température élevée par l'utilisateur, ce qui entraîne un rétrécissement.

Les films étirables ont toujours été fabriqués à partir de LDPE, EVA et PVC. Le LLDPE-mcommence à être utilisé en raison de ses propriétés mécaniques plus élevées (déchirure, impact, résistance à la traction). Le PE nécessite des additifs, tels que le polyisobutylène (PIB), pour l'adhérence, tandis que l'EVA est naturellement collant. L'adhésivité de l'EVA augmente avec l'augmentation de la teneur en VA, mais la teneur en

VA a des limites. Dans un film soufflé, un VA élevé (supérieur à environ 18 % en poids) provoque un blocage ; dans le film coulé, il provoque le collage du rouleau refroidisseur, ce qui peut entraîner une variabilité de la tension de la ligne et un refroidissement différentiel et des performances mécaniques. [15]Le LLDPE métallogénie offre une plus grande résistance et une plus grande résistance aux chocs par rapport au LLDPE conventionnel, permettant un calibrage inférieur.[13]

Les films étirables / collants sont passés du mono au multicouche (3, 5, 7 et 9 couches). Les mélanges et les coextrusions sont de plus en plus utilisés pour optimiser et personnaliser les performances des films étirables et collants pour une variété d'applications. Par exemple, les films coextrudés peuvent être réalisés avec du collant d'un côté et du glissant de l'autre ou avec des couleurs différentes.[13] Une coextrusion typique à trois couches a le rapport de couches 1:3:1 avec le noyau une couche élastique (EVA ou oléfine thermopolastique) et les enrobe une polyoléfine telle que m-LLDPE (avec glissement et antiblocage).[16]

Les films coulés et soufflés sont utilisés pour fabriquer des films étirables, avec environ 70% de films coulés en 2001. Le processus de film coulé offre une grande clarté. [13]Certaines des propriétés qui sont importantes pour les films étirables comprennent la résistance, la résistance à la perforation, la résistance à la déchirure, le pourcentage d'étirement à la rupture, la rétention de charge, le voile, la brillance et l'adhérence. [13]

Shelley [16] évalue les films soufflés à trois couches pour applications de capot étirable. La couche centrale est constituée à partir de mélanges d'un mélange constitué d'oléfine thermoplastique à base de PP (TPO) avec de l'EVA (6,6% VA) ou du LDPE. Le rapport TPO sur EVA ou LDPE varie de 100:0 à 0:100. Le film est soufflé à 3:1 BUR avec une épaisseur de 100 ou 80 mm. Ils proposent d'utiliser un test de contrainte résiduelle (ASTM D5748) sur la relaxation des contraintes pour mieux simuler les contraintes imposées lors de l'emballage des palettes. Le test consiste à imposer une extension initiale de 100 %, à réduire la déformation à 75 % et à mesurer l'évolution de la contrainte après 180 s. Ils utilisent un test de récupération élastique comme indication du retour en arrière, important une fois que la capuche extensible est relâchée (afin qu'elle puisse tenir dans le produit). Ce test consiste à mesurer la contrainte après avoir imposé une déformation initiale de 100 % pendant 10 s et la relâcher à zéro. L'augmentation de la teneur en TPO et le passage du LDPE à l'EVA dans le mélange augmentent la récupération élastique. La résistance à la déchirure Elmendorf et la résistance à l'impact des fléchettes augmentent également avec l'augmentation de la quantité

de TPO dans le mélange de la couche centrale. Les auteurs postulent que ces propriétés peuvent être en corrélation avec la quantité de phase amorphe dans le noyau

Small[17] étudie l'effet de la concentration en PIB, des conditions d'extrusion, de la température de stockage et du vieillissement sur les propriétés mécaniques, la cristallinité et le clouer de surface. Le PIB migre vers la surface après extrusion pour fournir une adhérence. Cette migration est similaire à la migration de l'additif de glissement et est affectée par bon nombre des mêmes facteurs : compatibilité entre l'additif et le polymère, la morphologie du film, les variables d'extrusion et le conditionnement du film. Une discussion plus approfondie de la migration de glissement est fournie au chapitre 12. Petites marques de films soufflés et coulés d'un mélange 70/30 de LLDPE et LDPE contenant 0e4% de PIB. Pour le film soufflé, trois taux de soufflage différents (1.5, 2 et 2.5) sont utilisés. Les résultats montrent qu'à ces faibles niveaux de PIB, il y a peu d'effet sur les propriétés mécaniques du film. L'adhérence augmente avec le niveau de PIB comme prévu. L'adhérence augmente également avec le temps de stockage (jusqu'à environ 20 jours) et la température de stockage.

Small constate que le film coulé n'a pas une plus grande adhérence que le film soufflé. Les chercheurs précédents proposent que les petites molécules de PIB migrent à travers les régions amorphes. Étant donné que le film coulé a plus de régions amorphes que le film soufflé, Small s'attendait à ce que le collant soit plus grand pour le film coulé. Ils suggèrent que la cocristallisation entre le LLDPE et le LDPE dans le film coulé peut expliquer leur observation.

Des preuves de cocristallisation apparaissent dans les mesures DSC. D'autres facteurs, non pris en compte par Small, peuvent également être impliqués, tels que la perte d'additif due à la température (le film coulé est généralement produit à températures plus élevées que le film soufflé), les différences de rugosité de surface du polymère et effets de cristallinité(le film coulé a généralement un niveau de cristallinité inférieur que le film soufflé, ce qui affecte lasolubilité de l'additif dans le polymère.

Dans une deuxième étude, Small[15] compare des films coulés (EVA-mLLDPE-EVA) [2,5/20/2,5 mm] à des films monocouche mLLDPE. L'EVA varie de 6 à 18 % en poids de VA. De zéro à vingt pour cent d'un mélange maître de PIB (52 % de PIB dans du LLDPE) est ajouté aux couches EVA. La teneur en VA et le niveau de PIB n'ont qu'un faible effet sur la plupart des propriétés de traction du film, mais le module s'avère diminuer avec l'augmentation de VA dans la couche d'EVA. Des niveaux de PIB plus élevés augmentent l'allongement à la rupture et diminuent le module. L'augmentation du niveau VA augmente

également l'allongement à la rupture. Les films (EVA-mLLDPE-EVA) donnent une meilleure adhérence et des propriétés mécaniques comparables aux films monocouches mLLDPE. En ajoutant du PIB uniquement dans la couche de surface, il existe un potentiel de réduction des coûts en utilisant la structure coextrudée. Le développement du collant est également plus rapide.

Dans une troisième étude, Small[18] considère l'effet de la variation du type de LLDPE (cosmonomie, densité et indice de fluidité) sur les propriétés mécaniques et d'adhérence des films coulés monocouches. Le niveau de PIB est fixé à 8% mélange-maître d'ajout du. Les mesures comprennent la DSC pour la cristallinité, la FTIR pour l'orientation cristalline, la déchirure du pantalon, l'adhérence du film et les propriétés de traction. Ils constatent que l'orientation cristalline diminue avec la diminution du MFR. Lorsque l'orientation diminue, le module, le pourcentage de cristallinité et la résistance à la déchirure diminuent. L'octène LLDPE a une résistance à la déchirure plus élevée que l'hexène LLDPE. L'adhérence est influencée à la fois par la cristallinité et l'orientation : la diminution de la cristallinité augmente l'adhérence en raison d'une plus grande migration du PIB vers la surface et une orientation plus élevée entraîne moins d'adhérence. Dans certains cas, l'orientation domine la cristallinité.

La technologie des microcouchesa été adoptée pour les films étirables pour l'emballage de palettes et d'autres applications. AEP a commercialisé une structure à 27 couches avec une structure sandwich divisée de 11 microcouches de chaque côté d'un noyau et des couches de peau intermédiaires. Ils auraient envisagé d'acheter une ligne à 9 ou 11 couches, mais ont découvert que la technologie des microcouches donnait des films plus résistants. Les deux sections de microcouche représentent chacune 10 % de la structure, le cœur en LLDPE 40 %, les couches de peau 10 % et les couches intermédiaires 10 %. Ainsi, chaque microcouche représente environ 1 % de la structure globale. Un film de calibre 70 (17,8 mm) étiré à 250 % a des couches de seulement 0,057 mm d'épaisseur. Faire passer le même matériau dans toutes les extrudeuses crée un effet contreplaqué, renforçant le film. L'AEP trouvé en utilisant le processus pour un film entièrement en LLDPE a donné la même résistance qu'un film multi matériau (9000 psi [62 MPa] contre 6000 psi [41,4 MPa]) pour un film d'emballage étirable typique. Les gros gains avec le film multi matériaux résident dans la force de maintien et la résistance à la déchirure. [19] Le passage aux multicouches améliore l'extensibilité, la résistance à la déchirure et la résistance à la perforation. Le fournisseur d'équipement Nordson EDI fait état d'un étirement supérieur de 34 % avec un film étirable LLDPE à 48

microcouches par rapport aux films conventionnels. La productivité peut également être améliorée car les gels sont moins susceptibles de provoquer des ruptures de ligne en raison des autres couches qui les encapsulent.[20]

c. ADHÉSION

L'étirement et l'orientation des films multicouches peuvent réduire considérablement l'adhérence entre les couches. Jusqu'à 90% de la force de liaison de péorientation peut être perdue pendant le MDO des films barrières avec des résines de liaison conventionnelles à base d'anhydride maléique. Il existe un certain nombre de facteurs qui ont été impliqués ou postulés pour cette perte d'adhérence, notamment les suivants :

- La création d'une nouvelle zone interfaciale lors de l'étirement, réduisant le nombre de liaisons chimiques (créées avant l'orientation) par unité de surface ;
- L'amincissement de la structure, entraînant une diminution de la résistance à la traction et de la rigidité ;
- Durcissement par déformation de certaines résines de liaison lors de l'étirement, réduisant leur élasticité et leur capacité à absorber et à dissiper les contraintes interfaciales ;
- L'écrouissage lors de l'étirement dû aux liaisons formées entre le liant et la résine barrière ;
- Augmentation de la cristallinité, contribuant à une moindre élasticité du lien et de la barrière ;
- Une modification de la morphologie cristalline lors de l'étirement, influençant les propriétés mécaniques qui affectent la résistance au pelage ;
- Contrainte de gel créée lors de l'orientation et de la trempe rapide ;
- Contrainte différentielle entre la polyoléfine et la barrière lors de l'étirement, concentrant la contrainte à l'interface.

Un exemple de perte d'adhérence dans un film (LLDPE-tie-EVOH-tie-LLDPE) lors de l'orientation dans un procédé MDO est donné à la figure 10.42. Ceci est tiré de Lee [21] qui a trouvé des preuves d'un certain nombre de ces facteurs dans leur étude. Bon nombre de ces facteurs peuvent être atténués grâce à la conception de la résine de liaison. Une étroite consultation avec le fabricant de résine de liaison est importante lorsqu'il s'agit de structures orientées.

d. PROPRETES DES FILMS ETIRABLES

CHAPITRE I : EMBALLAGE FLEXIBLE

Une analyse fonctionnelle du film étirablesuivi d'un classement de type Pareto (Figure9) a permis de cibler les propriétés indispensables que doit présenter un film étirable pour être fonctionnel sur la phase d'usage.

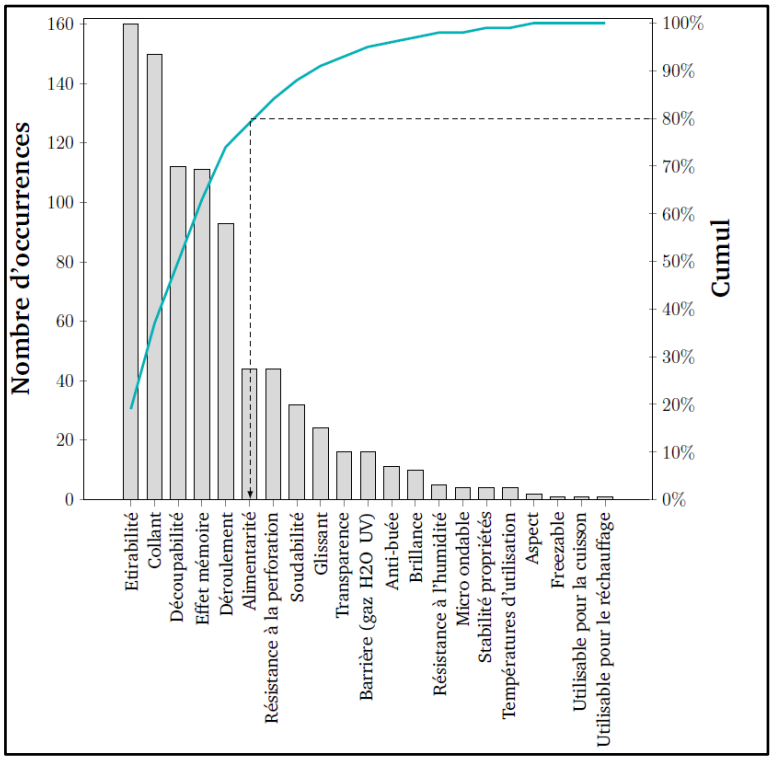


Figure 9. Diagramme de pareto permettant de déterminer les propriétésmacroscopiques à étudier[5]

Cetteanalyse a été réalisée à partir de documents commerciaux et des réclamations clients. De plus,il a été décidé de n'axer cette étude qu'autour des films pour utilisation sur machine d'emballageautomatique. Ainsi, il a initialement été décider de travailler sur :

- L'étirabilité ;
- Le retour élastique ;
- Le cling ;
- La découpe ;
- Le déroulement.

En effet, pour que les barquettes puissent être emballées, grâce au film, par les machinesautomatiques, il faut que le film soit **suffisamment étirable** pour ne pas rompre (Figure 10)et qu'il présente un **retour élastique modéré** (aussi appelé effet mémoire dans le Pareto). Leretour élastique est la principale problématique rencontrée avec les films polyoléfines. Si leretour élastique du film est trop rapide ou trop important, alors le film se

retrouve à son étatinitial, non-étiré, avant même d'avoir été fixée sous la barquette, ainsi, le film n'emballe paslabarquette.

Il faut également que le film se découpe correctement. Car une mauvaise découpe, peutengendrer des tensions supplémentaires lors du cycle de la machine et favoriser le retour élastique voire même la déformation à rupture. De la même manière, il faut que le film se déroulecorrectement. Le risque est à nouveau d'engendrer des tensions supplémentaires et de favoriserle retour élastique, voire des déchirures. Finalement, pour que les barquettes restent emballées,il faut que le film présente un bon cling, c'est-à-dire du collant. Il faut qu'il adhère sur lui-même.

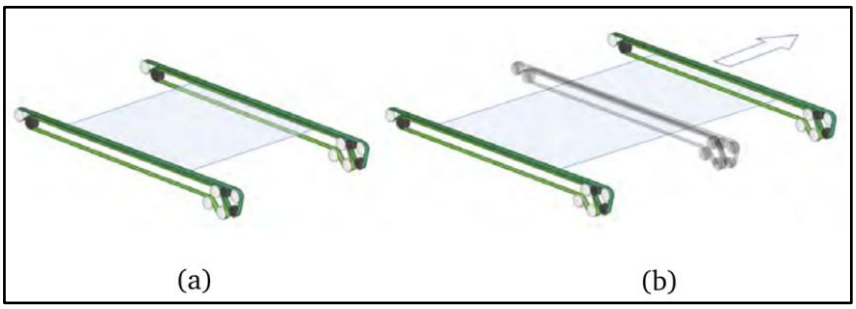


Figure 10. Représentation schématique du besoin d'étirabilité du film pour utilisation surmachine d'emballage (a) film dans les pinces (b) film pré-étiré dans la direction transverse

De la même manière, dans l'industrie alimentaire de produit frais, il est primordial que leproduit emballé soit bien visible. Ainsi, il faut que le film présente une bonne transparence.Ainsi, le blanchiment sous contrainte a été ajouté à laliste des caractéristiques à étudier.

Afin d'étudier et d'améliorer les propriétés des produits finis, il est nécessaire d'être capablede caractériser, mais également de comprendre les phénomènes qui influencent ces propriétés.

Tableau 2. Liste des propriétés macroscopiques des films étirables à étudier[5]

Propriétés macroscopiques à étudier		
Mécanique	**Optique**	**Adhésion**
Étirabilité	Blanchiment	Cling
Retour élastique	sous contrainte	
Déformation permanente		

2.3.2. FILMS RETRACTABLES

CHAPITRE I : EMBALLAGE FLEXIBLE

a. DÉFINITION ET PROPIÉTÉS

Les films thermorétractables sont des films synthétisés de telle manière que, lorsqu'ils sont appliqués à la chaleur, ils se rétractent de façon ordonnée. Ces films sont dits les polymères à mémoire de forme, ils sont couramment utilisés pour de nombreuses applications d'emballage dans l'industrie comme les dispositifs médicaux afin d'assurer l'étanchéité. Actuellement, divers matériaux rétractables fabriqués à partir de polyesters orientés, de polystyrène, de polyoléfines, de PLA biodégradable, de PVC, etc. sont disponibles dans le commerce. La demande d'utilisation de matériaux sans PVC, a augmenté avec les mouvements récents des exigences réglementaires favorisant l'utilisation de matériaux sans PVC.

L'effet de mémoire de forme se caractérise par la capacité d'un matériau à passer de sa forme d'origine à une forme programmée et, lorsqu'il est stimulé, à revenir à la forme d'origine. Les stimuli programmables incluent la chaleur, l'irradiation infrarouge, les champs magnétiques alternatifs et même l'exposition à l'eau.[22] Le trait de mémoire de forme est idéal pour programmer plusieurs états de matériaux et a été utilisé dans diverses applications.

Les polymères thermorétractables sont généralement étudiés dans le cadre des polymères à mémoire de forme en raison du changement de forme induit par un stimulus thermique. Ils sont généralement créés en allongeant le matériau tout en augmentant la température du matériau au-dessus de la température de transition, qui est souvent la température de cristallisation ou la température de fusion du polymère. [22]Le matériau est ensuite refroidi tout en restant allongé en dessous de la température de transition, gelant efficacement les molécules en place. [22]Lorsque la température du matériau est à nouveau augmentée au-dessus de la température de transition, le polymère revient à son état initial.[22]

Trznadel et Kryszewski [23] décrivent le rétrécissement comme un événement thermodynamique entraîné par l'équilibre entre l'énergie interne, qui se rapporte aux interactions entre les chaînes macromoléculaires, et l'entropie, qui se rapporte au degré d'orientation.

La stabilité de l'orientation dans les chaînes macromoléculaires peut être assurée si une diminution de l'énergie interne accompagne la diminution de l'entropie résultant de l'orientation moléculaire.[22]

Le rétrécissement est dérivé des tendances entropiques des macromolécules orientées à former une structure enroulée pour soulager leurs contraintes internes. [22]Différentes

techniques ont été rapportées pour mesurer les propriétés de retrait des alliages/polymères à mémoire de forme.

Riesen et Schawe [24] ont rapporté l'utilisation de l'analyse thermomécanique (TMA) pour mesurer les caractéristiques de retrait et d'expansion des fibres de poly (téréphtalate d'éthylène) (PET), calculer l'expansivité et le coefficient de retrait et mesurer le module de Young. Surzhikov et al. [25] ont utilisé un dilatomètre pour mesurer les propriétés de retrait linéaire des composites.

b. ORIENTATION DU FILM

L'orientation est simplement le processus d'étirage du film dans une ou les deux directions à une température inférieure à son point de fusion. Ce différentiel de température distingue l'orientation de l'étirage qui se produit dans le processus de coulée.

Les films à fente et à matrice circulaire peuvent être orientés. Pour les filières plates, une opération de cadre de rame est généralement utilisée. Il peut être agencé séquentiellement de sorte que le film soit d'abord étiré dans le sens machine entre des rouleaux pinceurs fonctionnant à des vitesses différentes, puis tiré dans le sens transversal en rentrant la rame. Il peut également être effectué simultanément avec un cadre de rame si les pinces se déplacent à des vitesses différentielles. Le film de filière circulaire est orienté par une modification du processus de tube soufflé. Une zone de trempe est ajoutée pour refroidir le tube coulé à la température appropriée, puis il est soufflé pour donner une orientation transversale tout en étant tiré pour donner une orientation dans le sens de la machine.

Après orientation, le film, toujours retenu, peut être soit recuit, soit refroidi rapidement. Si le premier est fait, la cristallisation se produit et le film devient dimensionnellement stable à des températures allant jusqu'à la température de recuit et est appelé thermofixé. S'il est rapidement refroidi, il devient thermorétractable ; il commencera à se rétrécir à son état moulé à mesure que la température de son environnement augmentera.

L'orientation d'un film améliore de nombreuses propriétés telles que la résistance à la traction, le module et la clarté. Cependant, l'orientation n'améliore pas toutes les propriétés. Il a, en effet, un effet néfaste sur l'allongement, la thermoscellabilité et la propagation des déchirures.

La majorité des films rétractables ont été orientés biaxialement en quantités égales, ce qui donne des propriétés équilibrées à la fois dans le sens machine et dans le sens travers. Il y a des cas, cependant, dans lesquels la surorientation a été donnée dans une direction. Il en résulte des différences de propriétés physiques entre les deux directions.[2]

c. PROPRIÉTÉS DE RÉTRACTION

Les films orientés non thermodurcissables sont thermorétractables en raison de la mémoire élastique du polymère. Au cours de leur étirement, ils ont été soumis à une contrainte similaire à celle qui existe au début de la courbe contrainte-déformation. Au fur et à mesure que les films sont réchauffés, ils s'en souviennent et cherchent à soulager le stress en revenant à leur forme d'origine. Si le film était orienté biaxialement, il rétrécirait également dans les deux sens s'il est équilibré, ou plus dans un sens s'il était déséquilibré.

En théorie, un film peut rétrécir exactement de la même quantité qu'il a été étiré, à condition qu'il ne soit pas retenu, et ses propriétés physiques reviendront à celles d'un film coulé. Dans la pratique, bien sûr, le film est finalement retenu par l'objet emballé, conservant ainsi une partie de son orientation et présentant des propriétés intermédiaires entre entièrement orienté et le brut de coulée.

Les films rétractables commerciaux sont disponibles avec un retrait maximum de 15 à 80 %. La quantité de retrait dépend de la résine polymère et de la composition du film ainsi que du degré d'orientation.

La quantité de retrait pouvant être obtenue dans n'importe quel film est fonction de la température à laquelle il est chauffé. Ainsi, le pourcentage de retrait peut théoriquement être contrôlé par la température de retrait. Malheureusement, ce n'est pas pratique avec la plupart des tunnels à air chaud car la température du film ne peut pas être contrôlée avec précision. Même si nous pouvions amener le film à une température de 240°F. (environ 116 °C.) dès qu'il entrerait en contact avec l'emballage, sa température chuterait à ce point en raison du transfert de chaleur et ses caractéristiques de retrait changeraient en conséquence. Par conséquent, pour tenter de compenser, les tunnels de rétraction fonctionnent toujours à une température de l'air bien supérieure à la température requise du film.

De plus, étant donné qu'un temps fini est nécessaire pour que le film atteigne tout son retrait disponible à une température donnée, cette approche permet de réduire le temps de production.La force de rétraction, également appelée tension de rétraction ou contrainte de libération d'orientation, est la contrainte qu'un film exerce lorsqu'il est empêché de se rétracter à une température particulière. La quantité de contrainte varie avec le type de polymère, la température et la quantité de retrait qui a déjà eu lieu. La force de retrait sera réduite à mesure que la quantité de retrait augmente. Lorsque la quantité totale de retrait à une température particulière a été atteinte, la force de retrait aura été réduite à zéro à cette température.

Différentes applications nécessitent des quantités variables de force de rétraction.Dans un emballage multiple où l'on souhaite contenir deux articles ou plus, une force de rétraction élevée est généralement requise ; tandis qu'un autre emballage peut nécessiter une faible force de rétraction pour éviter l'écrasement ou la déformation.

Comme pour le contrôle du pourcentage de retrait avec la température, il est très difficile de contrôler la force de retrait avec la température du tunnel. Souvent, la force de rétrécissement peut être contrôlée à un degré limité par l'étanchéité de l'emballage avant le rétrécissement. Un pré-emballage lâche réduira la force de rétraction, et un pré-emballage serré donnera une force de rétraction maximale.La raison pour laquelle la force de retrait varie avec le type de polymère est liée à la manière dont le polymère a été orienté et formé en un film.

Les chaînes polymères s'enroulent les unes autour des autres à l'état massif et doivent être séparées et alignées lors de l'extrusion et de l'orientation. Toutes choses étant égales par ailleurs, la quantité de contrainte qui doit être appliquée en orientation est fonction du degré d'enroulement de ces chaînes et de leur mobilité à la température d'orientation. La logique dicte qu'un matériau extrudé à l'état fondu nécessiterait un effort substantiel pour s'étirer sauf à la température de fusion et par conséquent de tels films ont des forces de rétraction élevées en conséquence. Inversement, un film contenant un plastifiant a ce matériau servant de lubrifiant entre les chaînes pendant l'étirement et une force minimale est requise.[2]

d. FILMS PSEUDO-RÉTRACTABLES

Comme cela a été souligné, la mémoire élastique d'un polymère est le facteur déterminant dans le développement du retrait dans un film orienté. Cette mémoire existe aussi bien dans un film brut de coulée que dans un film orienté. Dans le premier cas, la mémoire n'a tout simplement pas la force motrice de la contrainte appliquée et n'entre pas en jeu tant que le film coulé n'a pas été chauffé très près de son point de fusion.

La quantité d'étirage donnée à la masse fondue dans le sens machine déterminera la quantité de retrait MD (sens machine) qui est atteignable. De même, le degré de gonflement donné à un film de traitement tubulaire déterminera le rétrécissement TD (direction transversale) disponible.

Etant donné que l'étirage dépasse généralement le gonflement, on s'attendrait à ce que le retrait soit plus important dans le MD.Il n'y a pratiquement pas de force de retrait exercée par ce type de film puisque ses changements dimensionnels ont été effectués initialement à ou au-

dessus de la température de fusion lorsqu'une contrainte minimale était nécessaire pour démêler les chaînes polymères.[2]

e. RÉTRÉCISSEMENT

Le retrait thermique linéaire non restreint d'un film est lié à l'orientation moléculaire. Ajji [26] trouve que le rétrécissement est en corrélation avec la biréfringence ; l'orientation des phases amorphe et cristalline est importante.La norme ASTM D2732 [27] décrit une méthode de mesure du retrait par immersion du film dans un bain liquide. Le liquide est choisi de manière à ne pas plastifier le film. Un mélange eau glycolée PE est souvent utilisé. Le liquide est contrôlé à une température spécifiée de $\pm 0.5°C$. Un échantillon de film de $100 \times 100\ mm$est placé sur un support qui permet un mouvement libre dans les directions latérales mais garantit que le film est immergé dans le bain. Les spécificités du titulaire sont données dans la norme. L'échantillon est immergé dans le bain liquide à une température spécifiée pour une durée donnée.

Le film est retiré et placé dans un bain liquide à température ambiante pour refroidir rapidement. L'échantillon est retiré et les dimensions linéaires dans le sens machine et dans le sens travers sont mesurées.

Le retrait sans pourcentage est donné par l'équation. (8):

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

où L_0=longueur initiale du côté (100 mm),

L_f =la longueur du côté après rétrécissement.

Si l'échantillon s'allonge, le % de retrait sera négatif dans le sens de l'allongement.

Certaines investigations utilisent un four à air ou à vide pour exposer le film à la température spécifiée. Les spécimens sont parfois suspendus verticalement (clipsés au bord supérieur) pour assurer un rétrécissement libre, ou placés horizontalement sur une surface rugueuse avec du sable, de la farine de maïs ou un autre support granulaire pour aider à garantir que le film a la liberté de se rétrécir latéralement. En général, un four met plus de temps à chauffer le film et la température peut ne pas être aussi uniforme qu'un bain liquide. La courbure peut également être un problème avec le chauffage au four des spécimens.

La force de rétraction est définie par la norme ASTM D2838 comme la force par unité de largeur d'origine dans une direction spécifiée développée par un film sous contrainte tout en essayant de se rétracter à une température donnée. La tension de rétraction est la force de rétraction par unité de section transversale d'origine.

La contrainte de libération d'orientation est la tension de retrait maximale développée dans une direction spécifiée sur toute sa plage de températures de retrait tout en étant totalement empêchée de se contracter.[28]

La norme ASTM D2838 décrit une méthode d'essai qui consiste à serrer un échantillon de film de 1 pouce (25,4 mm) de largeur dans un support de tension rétractable, dont un bras contient une jauge de contrainte. Le support est plongé dans un bain de liquide chaud et la force exercée par le film est mesurée par la jauge de contrainte. Deux méthodes sont décrites. Dans la procédure A, le film est totalement empêché de rétrécir. Dans la procédure B, le film est autorisé à rétrécir d'une quantité prédéterminée avant d'être retenu.

La tension de retrait affecte l'apparence et les performances d'un film ou d'un emballage. Il peut également être utilisé comme mesure d'orientation et est influencé par les conditions de fabrication du film. La procédure A est utile pour déterminer la quantité et la direction de l'orientation, la contrainte de libération d'orientation et la contrainte maximale que le film peut exercer à une température donnée. La procédure B représente mieux une application d'emballage puisque le film est rarement totalement retenu. La procédure peut être utilisée pour estimer la force qui sera exercée sur l'article emballé et pour prédire l'apparence de l'emballage après rétrécissement.

La contrainte de libération d'orientation est déterminée en effectuant des mesures de tension de retrait en utilisant la procédure A à plusieurs températures et en traçant les résultats. La tension maximale est la contrainte de relâchement d'orientation. La génération de la courbe de tension de retrait complète en fonction de la température n'est généralement effectuée que pour caractériser un film particulier fabriqué dans un ensemble établi de conditions de traitement. À des fins de contrôle qualité et de développement de produits, l'exécution du test à une ou deux températures est souvent suffisante.

ASTM D2838 fonctionne bien pour mesurer la force de rétraction des films à rétraction élevée, tels que ceux fabriqués selon un procédé à double bulle. De nombreuses applications nécessitent de faibles forces de rétraction, par exemple lorsque le produit emballé est déformable. Jin [29] décrit des films soufflés de mélanges de LLDPE et LDPE qui sont utilisés à cette fin. Le LLDPE fournit la résistance et le retrait du LDPE (dû au LCB). Le testeur de force de retrait décrit dans la norme ASTM D2838 n'est pas suffisamment sensible pour mesurer la force de retrait des films à faible retrait ou le retrait dans le sens transversal. Jin développe un test de tension à faible retrait qui utilise un analyseur mécanique dynamique des solides (TA Instruments RSAIII). Le dispositif DMA est utilisé en mode de rampe de

température dynamique contrôlée par contrainte. La déformation et la tension sont réglées de sorte que la distance de serrage reste constante lorsque la température augmente de la température ambiante à la température de fusion du film. La force mesurée est liée à la tension de retrait.

Ils constatent que contrairement à un film à double bulle qui présente une force de rétraction dès le départ (lorsque l'échantillon se réchauffe à partir de la température ambiante), un film à faible force de rétraction subit d'abord une expansion. La dilatation est due principalement à la dilatation thermique mais elle est complexe. Ils constatent qu'ils ne peuvent pas compenser cela en préchargeant le film, ils finissent donc par le soustraire comme référence pour calculer la force de rétraction près du point de fusion. Ils fournissent des résultats pour une série de films monocouches LLDPE-LDPE, qui montrent que l'augmentation de la teneur en LDPE augmente la force de rétraction et réduit la température à laquelle se produit la rétraction maximale.

f. COMPARAISON DES FILMS RÉTRACTABLES

Même avec le grand nombre de films en polymères disponibles aujourd'hui, trois types de base dominent le domaine des emballages rétractables réels et pseudo-rétractables. Ce sont des copolymères de chlorure de polyvinyle, de polyéthylène et de propylène. Dans chaque catégorie, il existe de nombreuses subdivisions en fonction des variables de procédé, de la teneur en plastifiant ou de la teneur en comonomère.[2]

2.3.PROBLÉMATIQUES RENCONTRÉES ET CONCEPTS PHYSIQUES ASSOCIÉS

2.3.1. PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES

Les propriétés mécaniques des polymères dépendent à la fois de leur architecture, de leurmorphologie et de leur cristallinité.Elles sont majoritairement étudiées par le biais de l'analyse du comportement d'éprouvettesnormalisées. Ces éprouvettes ont généralement des formes d'haltères, mais dans le cas desfilms ce sont des rectangles (éprouvette de type 2 [30]) soigneusement découpés dans le sensmachine ou dans le sens transversal.

a. ÉLASTICITÉ, VISCOSITÉ ET VISCOÉLASTICITÉ

Dans les diverses études du comportement mécanique des polymères qui se trouvent dansla littérature, sont généralement dissociés le comportement des polymères amorphes d'une partet des polymères semi-cristallins d'autre part.Les polymères sont des matériaux qui

possèdent à la fois des propriétés élastiques (partiesolide) et visqueuses (partie liquide), ils présentent un comportement dit viscoélastique (VE)[31].

Le comportement mécanique des polymères est le résultat macroscopique de processus physiques de réorganisation structurale à l'échelle des macromolécules. La réponse à la sollicitationmécanique est très complexe du fait de l'hétérogénéité structurale et microstructurale qui s'organise sur plusieurs échelles. En effet, il convient de comprendre les différents micromécanismesde déformation de la phase amorphe, des lamelles cristallines ou encore des sphérolites. Le comportement des polymères résulte donc de l'interaction mécanique de ces deux phases (amorpheet cristalline), distinctes mais fortement imbriquées au niveau microscopique [32].

De plus, la déformation des chaînes à l'échelle moléculaire n'est pas homogène, elle dépendnotamment de la position des zones amorphes vis-à-vis de la phase cristalline et aussi de l'orientation des lamelles par rapport à la direction de sollicitation. Cela peut induire une anisotropiedes propriétés mécaniques.

Les processus de déformation des polymères semi-cristallins et des polymères amorphes caoutchoutiques sont décrits plus en détail en Annexes B.

b. DÉFORMATION ÉLASTIQUE

Une fois déformé, certains polymères ont la capacité à retourner à leur forme initiale, cetteaptitude leur est conférée par leur élasticité. Cette élasticité peut être enthalpique, comme dansles métaux ou encore les cristaux de polymères, mais aussi entropique, c'est le cas des élastomères. Pour ces polymères très souples, la recouvrance de la déformation se fait par le biaisd'une force de rappel (ou force de rétraction) [33].

L'élasticité désigne la propriété d'un matériau dont la déformation disparaît avec la contrainte qu'on lui a appliquée, la forme initiale est retrouvée après décharge. Une déformationélastique est une déformation instantanément réversible [34].

Les films étudiés au cours de ces travaux de thèse présentent une recouvrance plus ou moinsimportante et plus ou moins rapide de la déformation. Le phénomène macroscopique de recouvrance instantanée (purement élastique) de la déformation sera nommé retour élastique dansce manuscrit. Une technique de caractérisation a été mise en place et permet de mesurer deuxindicateurs permettant de classer les films en fonction du pourcentage de retour élastique qu'ilsprésentent. Cette section présente les concepts physiques qui peuvent influencer le retour élastique des films.

CHAPITRE I : EMBALLAGE FLEXIBLE

Dans le terme de retour élastique se trouvent deux notions. Premièrement, celle de retour,c'est-à-dire de recouvrance de la déformation après sollicitation. Il est important pour l'application visée que le film présente un minimum de recouvrance. Deuxièmement, celle d'élasticité, c'est-à-dire d'instantanéité. Dansle cadre de ces travaux de thèse, il est nécessaire de limiter au maximum la part élastique dela recouvrance de la déformation. L'objectif est de maximiser le retour retardé à la positiond'origine du film. En schématisant cela par les éléments tels que les ressorts et les amortisseursutilisés pour le développement de loi de comportement en mécanique (Figure 11), cela revientà viser un comportement tel que celui décrit par le schéma central. En effet, le ressort (gauche)schématise le retour purement élastique du film à sa position initiale (à minimiser). Quant àlui, un amortisseur seul représente la déformation permanente du film, la dissipation d'énergiesans retour possible à la position initiale. Le schéma central représente un ressort en parallèleavec un amortisseur, autrement appelé élément de Kelvin-Voigt. Schématiquement cela traduitun retour à la position d'équilibre par la présence du ressort, mais retardé (non-instantané) parle travail de l'amortisseur.

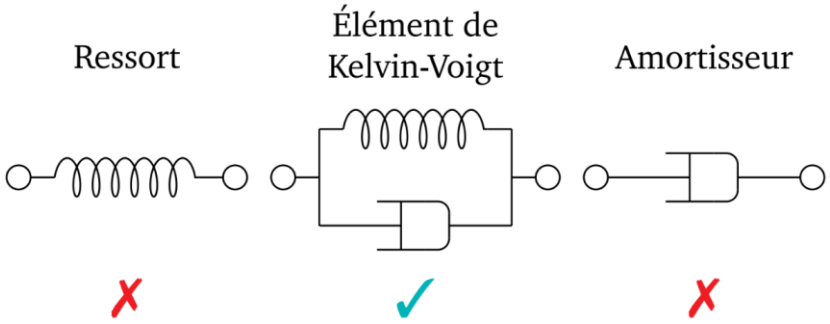


Figure 11. Représentation des éléments schématiques des propriétés élastiques,viscoélastiques et visqueuses

Ces schémas ne sont ici utilisés qu'à des fins de visualisation du comportement recherché.Dans cette étude le souhait est de réfléchir en termes de relation structure-propriété. Ainsi, il estnécessaire de recenser les concepts physiques pouvant influencer le retour élastique des films.Ces concepts physiques étant eux même dépendant de propriétés intrinsèques à la matière ouà la morphologie des polymères induite au cours de la transformation. Dans cette étude vontêtre listés les concepts permettant de décrire les comportements tels que celui du ressort et del'élément de Kelvin-Voigt. En effet, le comportement purement élastique (ressort) est à minimiser tandis que le comportement viscoélastique caractérisé par l'élément de Kelvin-Voigt est àmaximiser. D'autre part, le comportement plastique est à limiter. En effet, un film qui présenteune forte part de

déformation permanente à tendance à présenter des valeurs de retour élastique moindres puisque la recouvrance globale est elle-même faible. L'objectif est néanmoinsd'obtenir un film présentant un retour retardé à sa position initiale avec le minimum d'endommagement. L'objectif est de travailler sur les processus réversibles (élasticité instantanée etélasticité retardée) et non sur les processus irréversibles associés à la plasticité.

La force de rappel ou force de restauration est une force qui agit pour ramener un corpsà sa position d'équilibre. Toute sollicitation mécanique menant à une déformation entraîne undéplacement d'atome hors de leur position d'équilibre. Les forces de rappel s'opposent à la direction de déformation et tendant à restaurer la forme/position initiale du solide dès la fin dela sollicitation. Dans les matériaux thermoplastiques, ces forces de rappel peuvent à la fois êtrede nature enthalpique ou entropique. Ainsi, il revient à s'intéresser à l'élasticité enthalpique etl'élasticité entropique, ce sont deux concepts qui permettent de relier des grandeurs thermodynamiques aux comportement mécaniques macroscopiques des solides étudiés au travers descontraintes mises en jeux au cours de sollicitation de la matière.

c. ÉTIRABILITÉ

L'étirabilité peut être définie comme la capacité à se déformer sans rompre. Dans le cas desmatériaux fragiles, cette notion d'étirabilité est directement reliée à celle d'élasticité. Ce n'estpas le cas des matériaux ductiles, qui, après le seuil d'élasticité ont la capacité à accommoderla contrainte par d'autres mécanismes : anélasticité, plasticité, etc.. L'étirabilité dépend de latempérature et donc de la vitesse de sollicitation (principe de superposition temps-température)dans le cas des polymères. En effet, le comportement du polymère évolue en fonction de sonétat qui dépend lui-même de la température (ou de la vitesse de sollicitation). Le comportementdu polymère peut être de trois types, comme l'atteste la Figure 12 qui schématise un essai detraction.

En fonction de la température et de la vitesse de sollicitation, il est généralement possiblede modifier le comportement d'un polymère thermoplastique pour qu'il entre dans chacune destrois classes macroscopiques présentées sur la Figure 12 : fragile, ductile ou caoutchoutique[35]. Le comportement évolue en fonction de la température d'utilisation par rapport à la température de transition vitreuse (Tg), c'est un comportement thermo-dépendant. Néanmoins, latransition vitreuse ne concerne que la phase amorphe, le comportement d'un polymère semi-cristallin est donc moins impacté par cette transition.

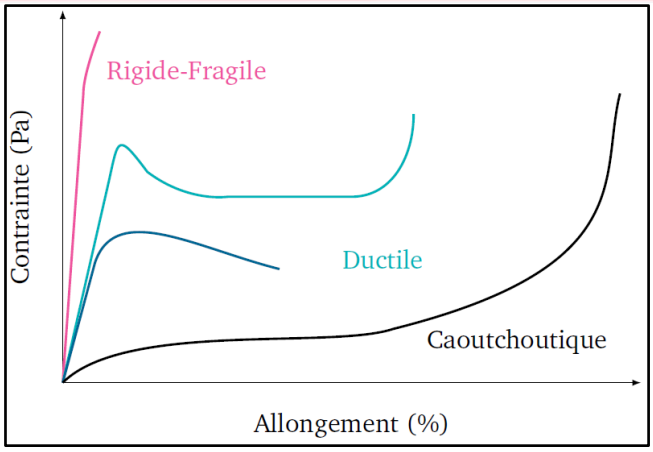


Figure 12. Représentation d'un essai de traction uniaxial pour les trois différentesclassesde polymères [35]

La résistance d'une chaîne polymère à l'allongement dépend notamment :

- Du degré de polymérisation (= la longueur des chaînes) ;
- De l'orientation des chaînes ;
- Des ramifications ;
- Des liaisons intermoléculaires ;
- Du taux de cristallinité.

CHAPITRE I : EMBALLAGE FLEXIBLE

L'étude de l'évolution du module de young en fonction de la température permet de corréler les conditions de sollicitation, de l'environnement et de l'architecture du polymère avec les classes de matériaux décrites précédemment. La Figure 13 décrit les évolutions brutales de comportementque connaissent les polymères aux abords des températures de transitions caractéristiques tellesque la transition vitreuse et la fusion. Après cette transition, le polymère est de type caoutchoutique. On observe le plateau caoutchoutique dont la longueur dépend notamment de la massemolaire du polymère et du nombre d'enchevêtrements. Les polymères réticulés, tels que lesélastomères présentent un plateau infini car les nœuds de réticulation empêchent l'écoulementdu polymère.

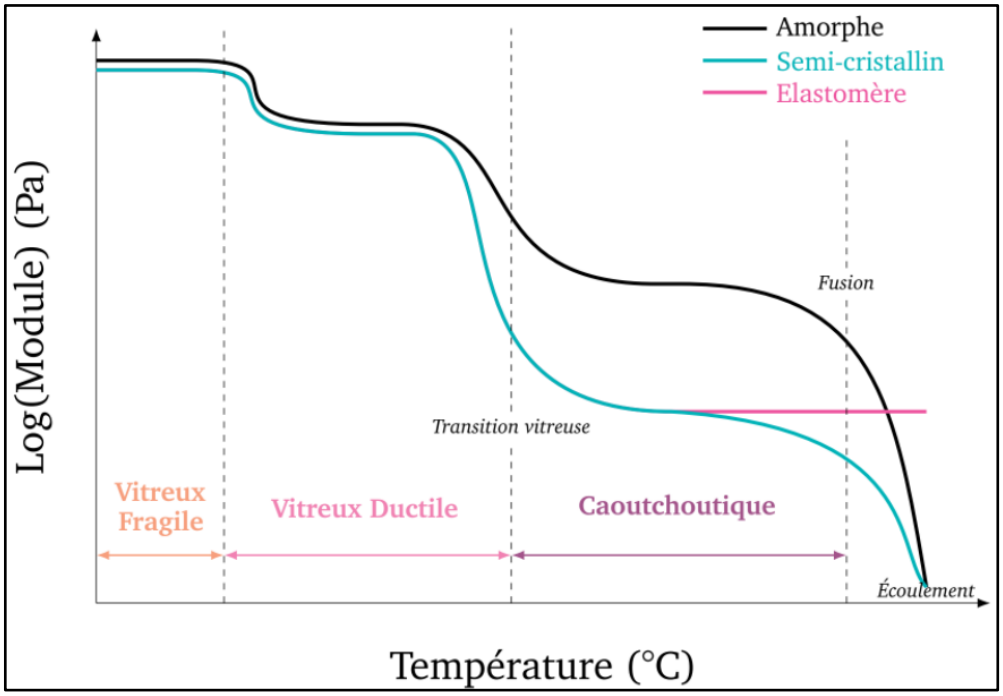


Figure 13. Représentation de l'évolution du module de young en fonction de la température pour unpolymère amorphe, un polymère semi-cristallin et un élastomère [35]

Aux basses températures (ou aux temps courts), les polymères amorphes et semi-cristallinsont des comportements du même type. Le modulede young est élevé, les mouvements sont impossibles, lepolymère est vitreux. Lorsque la température augmente, le modulede young diminue et la mobilité augmente permettant des réarrangements de chaînes. Il convient de prendre en compte les tempsde relaxation propres à chaque polymère. Ils reflètent le temps nécessaire à une chaîne pourchanger entièrement de configuration. A l'état caoutchoutique, les mouvements coopératifs sontpossibles (dépendamment de la taille des chaînes), mais limités par la présence de nœuds physiques (enchevêtrements). A cette

température, les mouvements correspondent à des déplacements intra ou intermoléculaires des chaînes entre elles, par rapport à leur position d'équilibre.

d.DÉFORMATION PERMANENTE

Une des principales caractéristiques des polymères thermoplastiques semi-cristallins est depouvoir se déformer plastiquement.

Une déformation plastique est une déformation irréversible, les mécanismes de déformationplastique entraînent une transformation importante de la structure. On parle de déformationpermanente qui résulte de mouvements irréversibles de dislocations au sein de la matière etde glissement des chaînes les unes par rapport aux autres. La déformation plastique intervientaprès une phase élastique et permet d'absorber l'énergie d'un choc et augmente la résistance àla rupture.

Alors que les déformations élastiques sont instantanément réversibles, les déformations visqueuses sont-elles réversibles, mais il y a une perte d'équilibre et la vitesse de chargementinfluence la recouvrance, tandis que les déformations plastiques sont dites permanentes. Ellessont irréversibles.

Au sein de la phase amorphe vitreuse, la viscoplasticité se traduit par un comportementductile souvent lié à l'amorçage de phénomènes de craquelures, de bandes de cisaillement oude cavitation [36]. Alors que la phase cristalline se comporte comme un cristal, la déformationse produit selon des mécanismes de glissement et dislocation des blocs cristallins. Les bandes de cisaillement (shear bands en anglais) peuvent apparaître au coursd'un essai de traction, mais elles sont généralement visibles lorsqu'un matériau est déformé encisaillement ou en compression. Se sont généralement des craquelures (crazes en anglais) qui seforment en traction. L'hypothèse isovolumique n'est plus valable, car cela entraîne la formationde vide au sein des chaînes qui se traduit par une augmentation du volume.

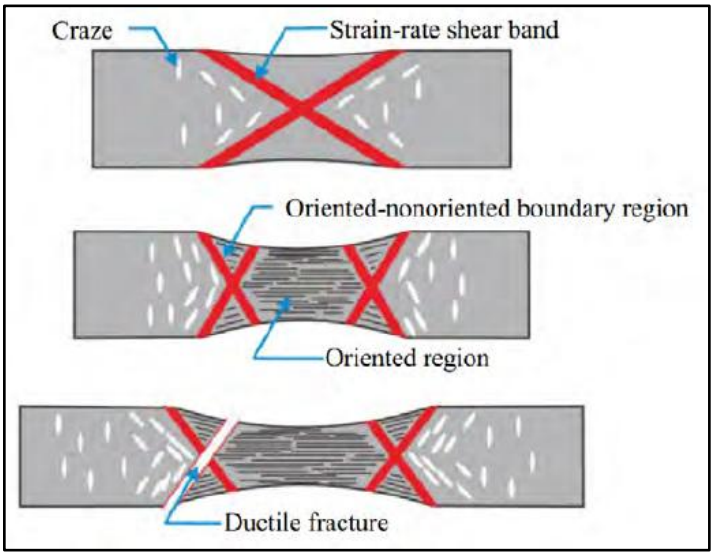


Figure 14. Représentation schématique d'une rupture ductile [37]

Les hétérogénéités de déformation, telles que la striction ou les bandes de cisaillement,n'apparaissent que dans le cas de sollicitation mécanique de la phase amorphe à l'état vitreux.Lorsque la température est proche ou supérieure à la Tg, la déformation est supposée homogène.La formation de ces hétérogénéités se produit dans les zones de plus faible cohésion ou de plusforte contrainte (présence d'un défaut, localisation de la contrainte) et se propage de proche enproche [38]. Néanmoins, solliciter vite équivaut à solliciter à froid (principe de superpositiontemps-température), ainsi même si la température est supérieure à la Tg, il est possible que despolymères présentent une striction ou des bandes de cisaillement si la vitesse de sollicitation esttrès élevée. De plus, la contrainte au seuil d'écoulement augmente si la vitesse de déformationaugmente [38].

Les craquelures à la différence des bandes de cisaillement ou de la striction, sont des phénomènes synonymes d'un endommagement important de la structure et peuvent d'autre partêtre à l'origine d'une rupture fragile. Néanmoins, la formation et la propagation de ces fissuressont un moyen efficace de dissipation de l'énergie. Les craquelures sont constituées de deuxsurfaces pontées par des fibrilles fortement étirées. C'est un système poreux. La formation d'unecraquelure est initiée par une déformation plastique locale à l'échelle nanométrique [38] quientraîne la formation d'un vide. La déformation plastique des régions entre les vides permet laformation des fibrilles afin de maintenir une cohésion de la matière à l'échelle macroscopique(Figure 15).

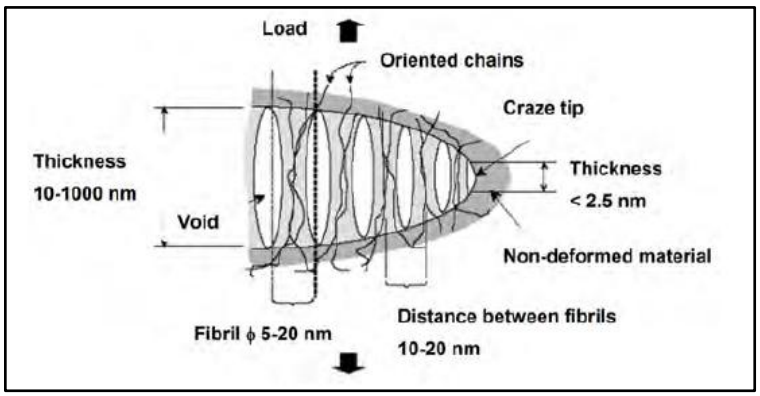


Figure 15. Représentation schématique d'une craquelure [39]

D'autre part, lorsque la température est suffisamment élevée ou que la vitesse de sollicitation est faible, c'est-à-dire que la mobilité est élevée. Il est possible que la sollicitation mécanique induise un écoulement des chaînes amorphes. Ainsi, les chaînes se trouvent hors de leurposition d'équilibre, la déformation est irréversible (Figure 16, (a)). Pour limiter les phénomènes d'écoulement, il faut optimiser le nombre de points d'ancrages. Ils peuvent être de naturechimique, comme les nœuds de réticulation au sein des élastomères par exemple. Ou physique,telle que les cristaux ou les enchevêtrements (Figure 16, (b)). Les liaisons secondaires limitentégalement la déformation permanente.

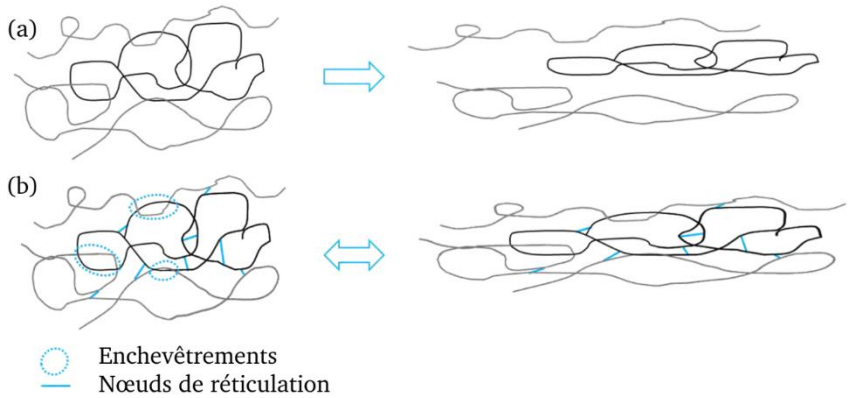


Figure 16. Représentation schématique de la déformation (a) d'un polymère linéaire et (b)d'un polymère présentant des enchevêtrements et des nœuds de réticulation

e. INFLUENCE DE L'ORIENTATION MACROMOLÉCULAIRE

Comme Kissin [40] l'explique dans son article, l'intérêt de connaître le niveau d'orientationdes différents éléments constituants les polymères (chaînes et cristaux) est double. Ces donnéespeuvent à la fois permettre de trouver les paramètres optimaux de production des films,mais surtout permettre de comprendre l'anisotropie en termes de comportement mécanique quipeut être observée.

En effet, l'anisotropie et son impact sur le comportement mécanique peut être attribuée àdes éléments morphologiques préférentiellement orientés, tels que les lamelles cristallines oules chaînes amorphes [41].L'orientation finale au sein des films minces, dépend à la fois du procédé de fabrication etdes propriétés intrinsèques des polymères [42–44].

❖ SUR LA CRISTALISATION

L'orientation des polymères peut jouer sur un certain nombre de propriétés : mécaniques,optiques, barrières, etc..

Les procédés d'extrusion entraînent à la fois une orientation de la phase amorphe, maiségalement des cristaux dans le cas des polymères semi-cristallins. La direction d'orientation dela phase amorphe est plus intuitive que celle des cristaux, car les chaînes s'orientent dans ladirection d'étirement. La direction de l'orientation des cristaux dépend quant à elle, à la fois,dans un premier temps de l'architecture du polymère et des temps de relaxation caractéristiquesà l'état fondu qui induisent l'orientation plus ou moins importante de la phase amorphe quiinitiera le phénomène de cristallisation et ensuite des paramètres de transformation qui peuventinduire une ré-orientation des cristaux. La structure finale des chaînes n'est fixée qu'une fois lefilm refroidit et que la mobilité des chaînes est réduite. Dans les cas les plus extrêmes, l'axe longdes mailles cristallines est orienté dans le sens machine ou dans le sens transverse ([43]). Dansle cas du PE par exemple, dépendamment de sa nature, un fort étirage dans le sens machine peutentraîner d'une part une la formation de fibrilles nucléés ou d'une structure de type shish-kebab(raw-nucleated en anglais [45]). Le temps de relaxation à l'état fondu influence le mode decristallisation. Si le temps de relaxation est long devant la vitesse d'étirage (nombre de Deborahsupérieur à 1), les chaînes auront tendance à être étirées dans le sens machine, résultant en unestructure fibrillaire nucléée [42,44].

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

Le nombre de Deborah (D_e, eq. (9)) caractérise le comportement visqueux, élastique ouviscoélastique en rhéologie. Il est le rapport entre le temps caractéristique de relaxation dupolymère (t_c) et le temps caractéristique du processus de déformation auquel est soumis lepolymère (t_p). Ainsi, le puisque le temps de relaxation d'un solide de Hooke est infini et quecelui d'un fluide Newtonien est nul, on peut définir que [46] :

- Quand $D_e < 1$, la substance a un comportement de type visqueux ;
- Quand $D_e > 1$, la substance a un comportement élastique ;
- Quand $D_e \approx 1$, la substance a un comportement viscoélastique ;
- Quand D_e est très faible, la substance est considérée comme un liquide visqueux ;
- Quand D_e est élevé, la substance est considérée comme un solide élastique.

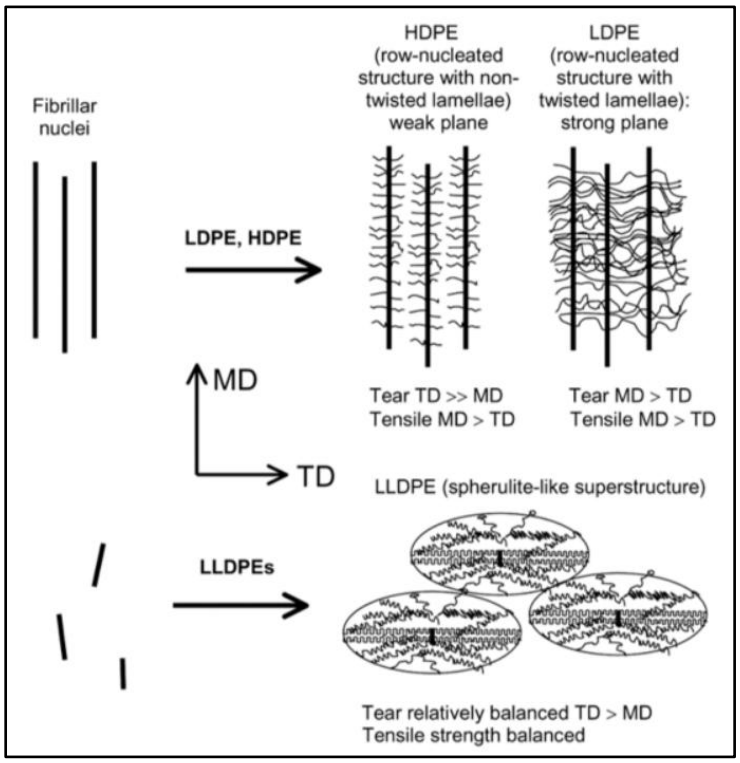


Figure 17. Représentation schématique du développement de la morphologie cristallinepour le LDPE, LLDPE et HDPE [44]

En effet, si les chaînes n'ont pas le temps de relaxer, elles restent dans l'état étiré dans lequelelles se sont trouvées après passage dans la filière et seront les premières à cristalliser.Leschaînes sont orientées parallèlement à la direction de déformation. Ces fibrilles servent de sitesde nucléation pour la seconde étape de la cristallisation. Le PE a tendance à cristalliser selonun motif orthorhombique (les axes a, b et c sont perpendiculaires et chacun d'une longueurdifférente). Les fibrilles correspondent à l'axe c et puisque les chaînes se plient et s'orientent plusrapidement selon l'axe b, la seconde phase de la cristallisation correspond au développement delamelles cristallines perpendiculaires aux fibrilles [44]. Zhang et al. [44] évoquent le fait qu'uneforte contrainte (donc une vitesse de déformation grande devant le temps de relaxation) peutforcer les chaînes à se replier dans le sens de la déformation. Les lamelles cristallines sont donctoutes orientées dans le même sens.

Du point de vue du process, la morphologie va dépendre de la contrainte appliquée lors dela transformation, notamment du taux de tirage. En fonction du taux de tirage et du temps derelaxation à l'état fondu du polymère, le nombre de fibrilles nuclées disponibles au début de lacristallisation va varier. Ce qui comme vu précédemment va influencer la morphologie finale dufilm. Les temps de relaxation les plus longs sont souvent pour les polymères avec des massesmolaires élevés ou avec de longues ramifications (car plus d'enchevêtrements).

Dans le cas de la morphologie shish-kebab, il y a à la fois des cristaux fibrillaires nucléés etdes lamelles cristallines formées de chaînes repliées. Les fibrilles nucléées permettent la croissance épitaxiale des chaînes repliées. S'il n'y a pas de fibrilles nucléées, la structure cristallineest de type sphérolitique [44]. Par exemple le LDPE présente beaucoup de longues ramifications et donc un temps de relaxation relativement long, suffisamment long pour permettre laprésence de quelques fibrilles très orientées. Les films de LDPE ont donc tendance à cristalliserselon une structure shish-kebab. Cette structure est d'autant plus favorisée quand le taux detirage est élevé (Figure 17). Au contraire, le LLDPE, qui est bien plus linéaire, présente untemps de relaxation plus court. Les chaînes fortement orientées ont le temps de relaxer vers unétat moins orienté, quasi isotrope ou les fibrilles sont trop petites pour empêcher la croissancedes lamelles selon un modèle sphérolitique. Comme l'explique Sallem [47] dans son travail, lespolymères cristallisent par repliement de chaînes pour former des lamelles cristallines. Lorsquela matière n'est pas contrainte, les lamelles ont tendance à s'organiser sous forme de sphérolites,c'est-à-dire à croître radialement et de façon généralement isotrope.

❖ SUR LE COMPORTEMENT MÉCANIQUE

Généralement, l'étirage dans une direction se traduit par une amélioration de certainespropriétés mécaniques lorsque la sollicitation se produit dans cette même direction. Cette amélioration se produit au détriment des propriétés dans la direction perpendiculaire.L'orientationse traduit généralement par une augmentation du module d'Young (E) et de la résistance à latraction et s'accompagne en contrepartie d'une chute de la déformation à la rupture (ε_u). Eneffet, en ce qui concerne la phase amorphe, les chaînes ont une limite d'étirabilité et dans le casdes polymères semi-cristallins, l'orientation limite la possibilité de développement de la plasticité [47]. Il semblerait également que l'orientation diminue la mobilité des chaînes qui lient lescristallites et la phase amorphe.

D'autre part, la bi-orientation permet d'obtenir un film très fin avec des propriétés mécaniques supérieures (module d'Young, résistance à la déchirure, résistance à la perforation) tantdans le sens machine que transverse.

2.3.4.2. PROPRIÉTÉS OPTIQUES

Les propriétés optiques des polymères dépendent de la manière dont la lumière est transmise, réfléchie ou diffractée. Lorsqu'on s'intéresse aux propriétés optiques des polymères et plusparticulièrement des films, il est possible de mesurer trois caractéristiques :

- La transparence, en mesurant la quantité de lumière traversant le film.

- La brillance (ou gloss), en mesurant la quantité de lumière réfléchie par le film.
- Le voile (ou haze), en mesurant la quantité de lumière diffusée par le film.

Ainsi, ces trois caractéristiques ont des origines microscopiques différentes. Pour un aspectoptique satisfaisant il est nécessaire d'avoir le voile le plus faible possible et la transparence laplus élevée.

a. BRILLANCE

La brillance du film dépend principalement de la morphologie en surface du film, c'est-à-dire de la rugosité. Elle peut être altérée par des défauts d'extrusion, au passage dans la filièreou au cours de l'étirage de la bulle. C'est une combinaison entre les propriétés rhéologiques dela matière transformée et des paramètres de transformation [48].

b. VOILE ET TRANSPARENCE

En pratique, la mesure du voile donne une bonne indication de la transparence. Plus le voileest bas meilleur est la transparence. Le voile dépend à la fois des propriétés de surface et despropriétés à cœur.

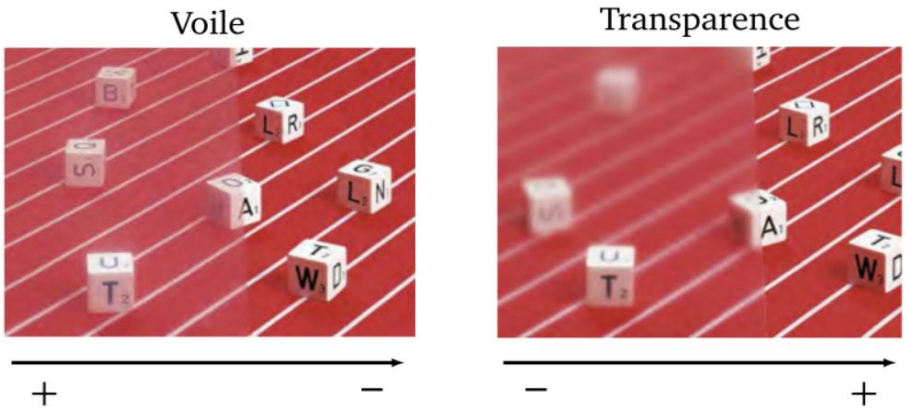


Figure 18. Représentation schématique du voile et de la transparence

Tous les éléments qui peuvent induire une diffusion de la lumière influencent la transparence et le voile des films :

- Les impuretés ;
- Les porosités ;
- Les cristaux, leur taille et leur répartition ;
- Les in-homogénéités de mélange.

c. CRISTALINITÉ

La cristallinité est un élément clé pour le contrôle de transparence ou du voile. En effet,les cristaux réfractent la lumière, ce qui n'est pas le cas de la phase amorphe. La quantité, ladistribution, la taille et l'orientation de ces cristaux influencent les propriétés

optiques. Plus lepourcentage de cristallinité est élevé moins les polymères sont transparents car la densité augmente et le pourcentage de lumière transmise diminue. C'est pourquoi, une trempe, qui limitele phénomène de cristallisation permet la formation de polymère plus transparent. C'est également pour cela que les films produit par extrusion à plat présentent des propriétés optiquesnettement meilleures que celles obtenues par extrusion-gonflage. La vitesse de refroidissementest très élevée avec l'extrusion à plat puisque le film entre en contact avec des cylindres froids,tandis que dans le cas de l'extrusion gonflage, le refroidissement se fait par convection forcée àtempérature ambiante, il est donc moins efficace. Ce qui a pour effet de créer des films possédant un plus haut degré de cristallinité ou encore possédant une taille d'entités cristallines plusgrande. Le film produit par soufflage de gaine est donc plus translucide [49].

Il existe également des additifs qui permettent de modifier la croissance et la taille des cristaux formés, ce sont des agents nucléants ou clarifiants. Ces additifs permettent généralementd'augmenter le nombre de germes de nucléation ce qui se traduit par un nombre de cristauxplus important, mais de plus petite taille. Leur influence sur la diffusion de la lumière est réduite. En effet, ce sont principalement les dimensions des discontinuités de la matière (descristaux, des porosités, etc.) qui influencent la dispersion de la lumière et son influence surles propriétés optiques. Lorsque la lumière passe au travers de phases présentant différents indices de réfraction, elle se disperse à l'interface si la taille des discontinuités est supérieure àla longueur d'onde de la lumière, soit 400 à 800 nm. C'est pourquoi les polymères totalementamorphes, qui ne présentent pas d'impureté, sont transparents. Il est également possible quedes polymères semi-cristallins présentent une bonne transparence dans le cas où les cristallitessont de dimension inférieure à 400 nm ou que l'indice de réfraction de la phase cristalline estdu même ordre de grandeur que celui de la phase amorphe.

D'autre part, certains films bi-orientés (de PP ou de PET par exemple) qui présentent uneforte cristallinité sont malgré tout transparents car la bi-orientation entraîne l'orientation descristaux dans le plan des films. Ainsi, ils n'induisent pas une réfraction de la lumière, le filmapparaît transparent.

d. CAVITATION

Au cours de la déformation, la microstructure au sein d'un polymère semi-cristallin peutévoluer et si les nouveaux objets créés (hétérogénéités) ont un indice de réfraction différent dureste de la matrice, ils peuvent diffuser la lumière. Dans le cas où ces nouveaux objets sont detaille micrométrique, ils peuvent diffuser la lumière de toutes les longueurs

d'ondes du visibleet ainsi faire apparaître un blanchiment [50] localisé. Ces objets sont généralement des micro- vides ou des clusters de nano-vides formés au cours d'un processus de cavitation. Des auteursont corrélé l'apparition de ces vides (en les observant par SAXS (Small-Angle X-Ray scattering)))et le phénomène de blanchiment : ils se développent pour le même niveau d'allongement [50–53].

3. CONCLUSION

Cet état de l'art a été consacré à l'introduction des problématiques rencontrées dans lesecteur des films et de l'identification des phénomènes physiques associés, en ciblant deux sortes de films largement utilisé dans le domaine d'emballage, à savoir, les films thermorétractables et les films étirables. Trois problématiques associées aux propriétés mécaniques, d'adhésion et optiques ont été soulevées, commençant d'abord par la description de la méthode la plus utilisée dans la mise en forme des films, qui est l'extrusion gonflage, en décrivant le procédés de la mise en œuvre, en mettant en évidence l'influence des différents paramètres de production, puis on a clarifié l'importance de la formulation et le choix de la composition optimale en polymères et additifs associés apportant les propriétés d'usage, et qui donne les meilleures caractéristiques du film. Il est nécessaire de relier les évolutions de la microstructure induisant cet aspect, mais également les concepts physiques associées qui dépendent de l'architecture, la morphologie et la cristallinité du film préparé, une étudebibliographique sur les travaux réalisés dans ce domaine est également présentée afin d'enrichir l'étude bibliographique par des travaux antécédents qui ont été réalisé sur les films thermorétractables et étirables.

BIBLIOGRAPHIE

BIBLIOGRAPHIE

[1] DEBEAUFORT, F. (2022). Emballages en bois. Matériaux et procédés d'emballage pour les industries alimentaires, cosmétiques et pharmaceutiques, 21.

[2] Quigley, E. E. (1971, March). Shrink Films: Their Manufacture, Properties, Applications. In ASME Citrus Engineering Symposium (Vol. 99588, pp. 25-31). American Society of Mechanical Engineers.

[3] Bobovitch, A. L., Tkach, R., Ajji, A., Elkoun, S., Nir, Y., Unigovski, Y., & Gutman, E. M. (2006). Mechanical properties, stress- relaxation, and orientation of double bubble biaxially oriented polyethylene films. Journal of applied polymer science, 100(5), 3545-3553.

[4] Biron, M. (2010). Aide-mémoire-Transformation des matières plastiques. Dunod.

[5] Traon, F. (2021). Contribution à l'étude des mécanismes qui régissent le comportement macroscopique de films polymères étirables pour un usage industriel (Doctoral dissertation, Lorient).

[6] Fatahi, S., Ajji, A., & Lafleur, P. G. (2005). Correlation between structural parameters and property of PE blown films. Journal of Plastic Film & Sheeting, 21(4), 281-305.

[7] "eXsource Technical Notes (2017). Effect of processing conditions on mechanical properties,".

[8] GamacheE. (2010). "Soufflage de gaine," Techniques de l'ingénieur Plasturgie : fabrications decorps creux, de films et de fils, vol. base documentaire : TIB149DUO.

[9] Li, S. C., Li, B., & Qin, X. M. (2012). Properties of LLDPE film modified by LDPE. Polymer-Plastics Technology and Engineering, 51(3), 307-310.

[10] Small, C. M., McNally, G. M., Marks, A., & Murphy, W. R. (2002). The effect of extrusion processing conditions and polyisobutylene concentration on the properties of polyethylene for stretch and cling film applications. Journal of Plastic Film & Sheeting, 18(4), 245-258.

[11] Frédérix, C. (2009). Étude de mélanges de polyéthylènes couvrant une large gamme de taux de cristallinité dans la perspective d'élaboration de matériaux à gradient de propriétés mécaniques (Doctoral dissertation, Lille 1).

[12] Morris, B. A. (2016). The science and technology of flexible packaging: multilayer films from resin and process to end use. William Andrew.

[13] Wainer, M. V. (2002). Stretch film properties-Effects of equipment and process variables. Journal of Plastic Film & Sheeting, 18(4), 279-286.

[14] Butler, T. I., & Morris, B. A. (2016). PE-based multilayer film structures. In Multilayer flexible packaging (pp. 281-310). William Andrew Publishing.

[15] McNally, G. M., Small, C. M., Murphy, W. R., & Garrett, G. (2005). The effect of vinyl acetate content and polyisobutylene concentration on the properties of metallocene polyethylene-ethyl vinyl acetate coextruded film for stretch and cling film applications. Journal of Plastic Film & Sheeting, 21(1), 69-83.

[16] Shelley C, Kokel N.(2009). Elastic recovery behavior of three layer film structures comprised of TPO and various ethylene copolymers. In: SPE ANTEC conference; p. 2775-80.

[17] Small, C. M., McNally, G. M., Marks, A., & Murphy, W. R. (2002). The effect of extrusion processing conditions and polyisobutylene concentration on the properties of polyethylene for stretch and cling film applications. Journal of Plastic Film & Sheeting, 18(4), 245-258.

BIBLIOGRAPHIE

[18] Small, C. M., McNally, G., Murphy, R., & Garrett, G. (2003). The effect of polymer properties on the mechanical behaviour and morphological characteristics of cast polyethylene film for stretch and cling film applications. In ANTEC-CONFERENCE PROCEEDINGS- (Vol. 1, pp. 3266-3270). UNKNOWN.

[19] Naitove M. First microlayerd commodity films.Plastics Technology; 2009. Consulté le 29, Avril, 2022 sur : http://www.ptonline.com/articles/firstmicrolayeredcommodityfilms.

[20] AIMCAL. MicroLayer cast film process yieldsstretch wrap with properties and potential to saveon wrapping. AIMCAL; 2008. Consulté le 29, Avril, 2015 sur: http://www.aimcal.org/membernews/articles/id/910/microlayercastfilmprocessyields stretchwrapwithpropertiesandpotentialtosaveonwrapping.aspx.

[21] Lee CD, Strebel JJ, Goudelock JD. Higher tielayer adhesion in machine direction oriented(MDO) barrier films. In: TAPPI PLACE conference; 2007.

[22] Behl, M., & Lendlein, A. (2007). Shape-memory polymers. Materials today, 10(4), 20-28.

[23] Trznadel, M., & Kryszewski, M. (1992). Thermal shrinkage of oriented polymers. Journal of Macromolecular Science, Part C: Polymer Reviews, 32(3-4), 259-300.

[24] Riesen, R., & Schawe, J. (2000). Expansion and shrinkage of fibers: Load-and temperature modulated TMA measurements temperature calibration of fiber attachments. Journal of thermal analysis and calorimetry, 59(1-2), 337-350.

[25] Surzhikov, A. P., Frangulyan, T. S., & Ghyngazov, S. A. (2014). A thermoanalysis of phase transformations and linear shrinkage kinetics of ceramics made from ultrafine plasmochemical ZrO2 (Y)–Al2O3 powders. Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, 115(2), 1439-1445.

[26] Ajji, A., & Zhang, X. (2002). Correlations between orientation and some properties of polymer films and sheets. Journal of Plastic Film & Sheeting, 18(2), 105-116.

[27] ASTM International. Standard test method forunrestrained linear thermal shrinkage of plasticfilm and sheeting. West Conshohocken, PA:ASTM International; 2014 (D2732-14).

[28] ASTM International. Standard test methodfor shrink tension and orientation release stress of plastic film and sheeting. WestConshohocken, PA: ASTM International;2009 (D2838-09).

[29] Jin Y, Hermel-Davidock T, Karjala T, Demirors M, Wang J, Leyva E, et al. Shrink force measurement of low shrink force films.In: SPE ANTEC conference; 2008.p. 1364-8.

[30] AFNOR, "Plastiques — détermination des propriétés en traction — partie 3 : Conditionsd'essai pour films et feuilles. nf iso 527-3," 2018.

[31] Bower, D. I. (2003). An introduction to polymer physics.

[32] Cangémi, L., & Meimon, Y. (2002). Une approche méso-macro continue pour la modélisation du comportement des polymères semi-cristallins à usage structural. Mécanique & industries, 3(6), 557-570.

[33] Lee, J. H., Park, J., Myung, M. H., Baek, M. J., Kim, H. S., & Lee, D. W. (2021). Stretchable and recoverable acrylate-based pressure sensitive adhesives with high adhesion performance, optical clarity, and metal corrosion resistance. Chemical Engineering Journal, 406, 126800.

[34] Halary, J.L. & Monnerie, L. (2008). Mécanique des matériaux polymères, ser. Collection Échelles. Belin.

BIBLIOGRAPHIE

[35] N. Billon, "Comportement mécanique des polymères – cours XVII."

[36] Billon, N., & Bouvard, J. L. (2015). Propriétés et comportement mécanique des polymères thermoplastiques.

[37] Hara, H., & Shizawa, K. (2015). Homogenized molecular chain plasticity simulation for crystalline polymer using craze evolution model based on chemical kinetics. International Journal of Mechanical Sciences, 101, 180-195.

[38] Etienne, S., & David, L. (2012). Introduction à la physique des polymères-2e éd. Dunod.

[39] Arencón, D., & Velasco, J. I. (2009). Fracture toughness of polypropylene-based particulate composites. Materials, 2(4), 2046-2094.

[40] Kissin, Y. V. (1992). Infrared method for measuring orientation in polyethylene films. Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics, 30(10), 1165-1172.

[41] McNally, G. M., Small, C. M., Murphy, W. R., & Garrett, G. (2005). The effect of polymer properties on the mechanical behavior and morphological characteristics of cast polyethylene film for stretch and cling film applications. Journal of Plastic Film & Sheeting, 21(1), 39-54.

[42] Godshall, D., Wilkes, G., Krishnaswamy, R. K., & Sukhadia, A. M. (2003). Processing-structure-property investigation of blown HDPE films containing both machine and transverse direction oriented lamellar stacks. Polymer, 44(18), 5397-5406.

[43] Rennert, M., Nase, M., Lach, R., Reincke, K., Arndt, S., Androsch, R., & Grellmann, W. (2013). Influence of low-density polyethylene blown film thickness on the mechanical properties and fracture toughness. Journal of Plastic Film & Sheeting, 29(4), 327-346.

[44] Zhang, X. M., Elkoun, S., Ajji, A., & Huneault, M. A. (2004). Oriented structure and anisotropy properties of polymer blown films: HDPE, LLDPE and LDPE. Polymer, 45(1), 217-229.

[45] Gu, F., Bu, H., & Zhang, Z. (2000). New Observations on the Formation of "Row-Nucleated" Structures of Isotactic Polystyrene. Macromolecules, 33(15), 5490-5494.

[46] Zambrano, T. C. (2013). Étude numérique des écoulements newtoniens et viscoélastiques dans la sortie d'une conduite courbée à 180° avec section carrée (Doctoral dissertation, Lille 1).

[47] Sallem-Idrissi, N. (2008). Comportement mécanique et évolution structurale induite dans des films multicouches à base de polyamide 6 et de polyéthylène (Doctoral dissertation, Lille 1).

[48] Kuijk, E. W., Tas, P. P., & Neuteboom, P. (1998). A rheological model for the prediction of polyethylene blown film properties. Journal of Plastic Film & Sheeting, 14(2), 121-151.

[49] Marechal P. (2011). "Polyéthylènes basse densité pe-bd et pe-bdl," Techniques de l'ingénieur Matières thermoplastiques : monographies, vol. base documentaire : TIB147DUO., no . ref. article : am3310.

[50] Farge, L., Andre, S., Pawlak, A., Baravian, C., Irvine, S. C., & Philippe, A. M. (2013). A study of the deformation- induced whitening phenomenon for cavitating and non- cavitating semicrystalline polymers. Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics, 51(10), 826-841.

[51] Lu, Y., & Men, Y. (2018). Cavitation- Induced Stress Whitening in Semi- Crystalline Polymers. Macromolecular Materials and Engineering, 303(11), 1800203.

BIBLIOGRAPHIE

[52] Pawlak, A., & Galeski, A. (2005). Plastic deformation of crystalline polymers: the role of cavitation and crystal plasticity. Macromolecules, 38(23), 9688-9697.

[53] Lu, Y., Sun, Y., Li, L., & Men, Y. (2017). Influence of propylene- based elastomer on stress- whitening for impact copolymer. Journal of Applied Polymer Science, 134(20).

PARTIE 2 :

PARTIE EXPERIMENTALE

PARTIE 2 : PARTIE EXPERIMENTALE

Cette partie expérimentale est répartie en deux chapitres :

- **Chapitre II : Problématique et mode opératoire**

Ce chapitre a pour objectif de présenter d'une part, les matériaux utilisés danscette étude, la préparation des échantillons en utilisant l'extrusion gonflage, pour un film tri-couche de deux sortes d'emballage : un film thermorétractable et un film étirable, en détaillant toutes les étapes de cette mise en forme, et les diversestechniques qui ont permis la caractérisation des films préparés. A savoir, L'infrarouge à transformée de Fourier (FTIR),la diffraction des rayons X (DRX), les différents tests mécaniques (tests de traction, tests de rétraction, tests de friction).

- **Chapitre III : Résultats et discussion**

Ce chapitre est consacré à exposer les résultats obtenus des analyses faites de nos échantillons, et les discuter afin de répondre à la problématique composée dans le chapitre précédent qui estd'« étudier les propriétés des deux films : le film thermorétractable, et le film étirable, à base de polyéthylène basse densité, et faire comparer entre ces deux matériaux d'emballage, en matière de propriétés mécaniques, thermiques et structurales, et en choisissant le meilleur emballage qui donne de bons résultats de caractérisation ».Des projections des notions citées dans le chapitre précédent 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.

CHAPITRE II :

PROBLÉMATIQUE ET MODE OPÉRATOIRE

CHAPITRE II : PROPLÉMATIQUE ET MODE OPÉRATOIRE

1. Introduction

Ce chapitre présente d'une part, les matériaux utilisés danscette étude ainsi que l'élaboration des différents échantillons en utilisant la mise en forme appropriée (extrusion gonflage) pour un film tri-couche d'un emballage,que ça soit pour un film thermorétractable ou bien pour un film étirable, en détaillant toutes les étapes de cette mise en forme, et d'autres part, les diverses analyses qui ont permis la caractérisation des films préparés et qui sont les suivantes :

- Paramètres optimaux du procédé de mise en œuvre (TG, TT, FLH).
- Test de rétraction.
- Tests de traction (L'allongement à la rupture (longitudinale-transversale), la résistance à la traction (longitudinale-transversale), le module d'élasticité (longitudinal-transversal).
- Tests de friction.
- L'infrarouge à transformée de Fourier (FTIR).
- La diffraction des rayons X (DRX).

Au cours de cette partie, des rappels théoriques sur ces méthodes de caractérisation sont fournis afin de montrer leurs principes, modes opératoires et les informations qui peuvent être extraites pour caractériser nos échantillons.

Notre problématique est de comparer entre les propriétés des films tri-couche de conditionnement, le film thermorétractable et le film étirable afin d'extraire les facteurs clés déterminant leurs qualités et qui servent de raisons de choix entre les deux films.

2. Produits élaborés et matériaux utilisés

2.1 Produits élaborés

Les films synthétisés ont été mis en forme grâce à l'extrusion gonflage qui nous a permis de transformer la formulation choisie selon le type de conditionnement adopté, en un film d'épaisseur d'environ 80 µm. Deux sortes de films ont été choisis à savoir, le film thermorétractable et le film étirable, qui sont largement utilisés dans le domaine industriel en tant qu'emballages qui servent à protéger et stocker leurs produits.

2.1.1. Films thermorétractables

Le film de suremballage thermorétractable est fabriquéà base de PEBD radicalaire dont le grade (MFI) est en fonction de la résistance désirée. Celui-ci présente une excellente résistance à la déchirure et aux chocs.Ces films (de fardeleuse) de protection préservent le

matériel suremballé et garantissent son arrivée sans dégât.

Parmi ses domaines d'application, on cite : emballage, regroupement, stabilisation des charges, protection, confinement. Il est présenté sous forme de films, gaines ou housses, le thermorétractable s'appliqueà toutes les formes.

Le film de suremballage thermorétractable est tenu de satisfaire aux certains nombres des critères :

- Bonne rétractabilité du film (retrait longitudinale ettransversale selon les normes.
- Contraintes au seuil d'élasticités selon les normes.
- Résistance à la rupture.
- Résistance au déchirement.
- Aspect : brillant et transparent.

Parmi ses propriétés techniques on cite :

Le film tri-couche thermorétractabledoit répondre à certaines exigences techniques qui peuvent être résumées dans le tableau1 suivant :

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

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

2.1.2. Film étirable

Le film étirable est fabriqué à partir d'un mélange de deux polymères àbase depolyéthylène basse densité detype linéaire (LLDPE), radicalaire (LDPE) et d'éthylène-acétate de vinyle (EVA).

Ce film constitue la deuxième grande famille dont la vocation est l'emballage de stockage et de transport des produits sur palette.

Le film étirable est tenu de satisfaire un certain nombre de critères :

- Résistance à la rupture en traction.
- Allongement à la rupture.
- Souplesse et brillance du film.
- Grande capacité d'étirement.

CHAPITRE II : PROPLÉMATIQUE ET MODE OPÉRATOIRE

Le film tri-couche étirable doit répondre à certaines exigences techniques et physiques qui peuvent être résumées dans le tableau 2 suivant :

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

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

2.2. Matériaux utilisés

Pour synthétiser nos films, on a utilisé les matériaux suivants :

2.2.1. Éthylène vinyle acétate (EVA)

L'éthylène-acétate de vinyle ou EVA est un polymère issu de la copolymérisation de l'éthylène avec l'acétate de vinyle. Il a été commercialisé en 1950 par ICI. Dans notre cas, il est livré sous forme de pelletssous le grade «MARPOL EVA 180 » qui est produit par « Universal Selector » aux USA et commercialisé.Ses principales propriétés, telles qu'elles sont données dans la fiche technique par le fournisseur, sontrésumées dans le Tableau 3 :

Tableau 3.Propriétésphysiques, thermiques et mécaniques du «MARPOL EVA 1802 »[(Annexe E)]

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

2.2.2. 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 pelletssous 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, sontrésumées dans le Tableau 4 :

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

Propriété	Unité	Valeur	Norme
Densité	g/cm³	0.923	ASTM D792
MFI (190 °C/2.16 kg)	g/10 min	0.75	ASTM D1238
Épaisseur du film - Testé	µm	50	---
Pour un film soufflé de 50 µm :			
Résistance à la traction MD (élasticité)	MPa	11.0	ASTM D882
Résistance à la traction TD (élasticité)	MPa	11.0	ASTM D882
Résistance à la traction MD (ultime)	MPa	25.0	ASTM D882

Résistance à la traction TD (ultime)	MPa	23.0	ASTM D882
Pour un film soufflé de 50 µm : Allongement à la traction MD (ultime) Allongement à la traction TD (ultime)	 % %	 390 570	 ASTM D882 ASTM D882
Pour un film soufflé de 50 µm : Résistance à la déchirure Elmendorf MD (ultime) Résistance à la déchirure Elmendorf TD (ultime)	 g g	 350 260	 ASTM D1922 ASTM D1922
Pour un film soufflé de 50 µm :Brillance (45°)		58	ASTM D2457
Pour un film soufflé de 50 µm :Brume	%	9.2	ASTM D1003
Température de fusion	°C	160à 195	

2.2.3. Polyéthylène basse densité radicalaire linéaire (LLDPE)

EFDC-7087 est une résine de polyéthylène basse densité linéaire pour l'extrusion de film soufflé tubulaire. Les films fabriqués à partir d'EFDC-7087 ont une bonne ténacité, une résistance élevée à la traction et une résistance exceptionnelle à la perforation. EFDC-7087 contient des niveaux élevés d'agent de glissement et antiblocage. Le produit offre une excellente capacité d'étirage pour la production de films de calibre plus fin. Les films ont une bonne capacité de scellage et une bonne usinabilité pour une conversion facile sur des machines à grande vitesse.Les principales propriétés de ce polymère, selon la fichetechnique du fournisseur, sont résumées dans le Tableau 5 :

Tableau 5. Propriétés physico-mécaniques ThermiqueEFDC-7087(Annexe G)

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

Pour un film soufflé de 50 µm :Brillance (45°)	%	55	ASTM D2457

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

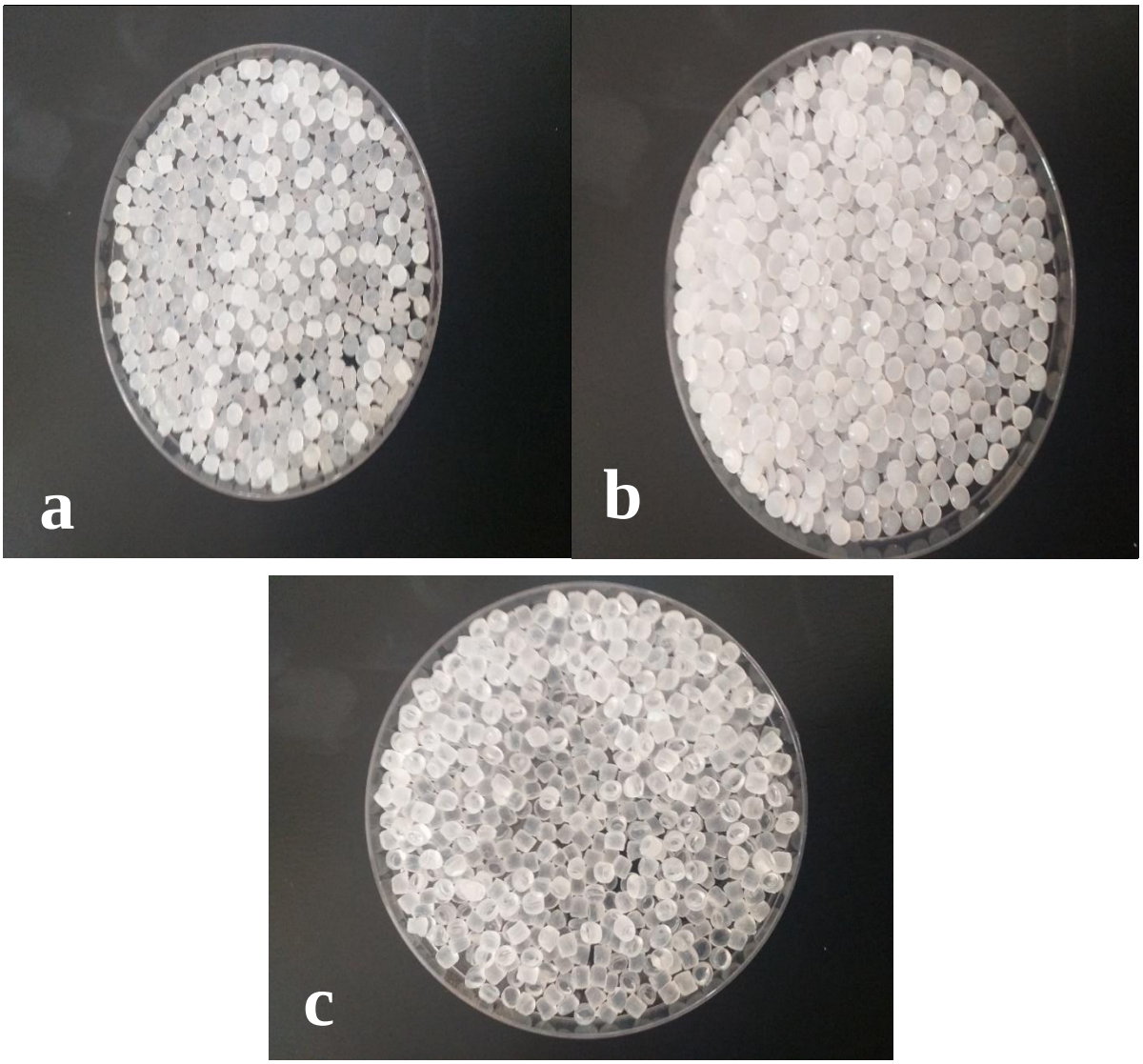


Figure 1. Prises de vue des matériaux (a) LDPE, (b) LLDPE et (c) EVA

La figure 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 trèspratique à stocker, à manipuler, et bien adaptée aux processus (remplissage aisé des machines et malaxage facilité).

La production des granulés plastiques comprend plusieurs étapes, commençant par la synthèse de la résine (polymérisation et formulation) puis faire le compoundage qui s'agit de la mise en forme du formulât (se présentant par exemple sous forme de boudins en sortie de

malaxeur) par extrusion au travers d'une filière à trous circulaires, puis coupe des cordons refroidis et séchage pour fabriquer des granulés de 1 à 5 millimètres de diamètre.

A partir de la figure1, nous constatons que les granulés des différents polymères sont souples, agréables au touché et de couleur blanche opaque, mais à l'œil nu, on remarque que cette couleur vire vers le jaunâtre pour le LLDPE, alors qu'elle est plus apparente pour les EVA, et ce à cause des additifs de chaque polymère utilisé.

La ramification de la chaîne dans le LDPE homopolymère confère à ce polymère un certain nombre de caractéristiques souhaitables telles que la clarté, et c'est ce qui rend ce polymère plus clair que les autres polymères, il a aussi un faible pourcentage de cristallinité ce qui le rend plus transparent. Malgré que le LLDPE est plus résistant que le LDPE à des densités équivalentes, cependant, le LDPE est toujours préféré dans les applications exigeant une grande clarté ou pour le revêtement par extrusion d'un substrat.

3. Élaboration des échantillons

3.1. Le procédé de l'extrusion gonflage

Le gonflage de gaines ; avec l'extrusion de film à plat est un procédé très utilisé en plasturgie permettant la mise en œuvre des films. Il s'agit d'un procédé d'extrusion pour lequel la filière est annulaire et permet donc la formation d'une gaine ; qui est ensuite découpéeou non, afin de former un film.

La plupart des polymères passent toujours une fois dans une extrusion qui sont sous forme de granulés pour fabriquer des films ; des tubes ; des gainages de câbles ; des profilés …etc.

La technique de production de film par extrusion gonflage consiste à extruder une mince gaine qui, momentanément pincée, est gonflée avec de l'air.

Le principe consiste à extruder de la matière au travers d'une filière annulaire au centre de laquelle est injecté de l'air. Une bulle se forme dont le diamètre correspond à la largeur de la gaine recherchée. En modulant la vitesse de tirage du banc d'enroulement, il est possible d'obtenir des épaisseurs variables (25 à plus de 100 µm).

Les paramètres de réglage sont gérés par des équipements automatisés. Au cours du processus de fabrication, les opérateurs vérifient et relèvent périodiquement la conformité des caractéristiques des gaines (dimension, poids au mètre).

3.2. Le mode opératoire du procédé

3.2.1. Emmagasination de la matière première

CHAPITRE II : PROPLÉMATIQUE ET MODE OPÉRATOIRE

La matière première est remplie dans de grands silos pour alimenter l'extrudeuse, comme c'est montré sur la figure 2suivante :



Figure 2. Les silos d'emmagasination de la matière première

3.2.2. Formulation des différents échantillons

On élabore deux formules de films, qui donnent deux sortes d'emballages, qui sont le film thermorétractable et le film étirable en voulant comparer entre ces deux matériaux, en matière de propriétés mécaniques, thermiques et économiques, et en choisissant le meilleur emballage qui donne de bons résultats de caractérisation.

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

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

3.2.3. Alimentation et dosage de la matière première

La machine automatique d'extrusion gonflage des films tri-couches utilisée de l'usine est récente (2015) et de marque MAKI avec une capacité de production de 600 kg/h avec une tolérance d'épaisseur avancée « Sigma2 ».

La matière première est ajoutée dans la trémie sous forme de granulés ; la trémie alimente en continu le cylindre chauffé contenant trois vis rotatifs :

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

CHAPITRE II : PROPLÉMATIQUE ET MODE OPÉRATOIRE



Chaque couche a 4 différents dosages, par exemple :A1 A2 A3 A4 / B1 B2 B3 B4 / C1 C2 C3 C4.

Nous pouvons ainsi faire 4 différents dosages dans une seule vis Par exemple :

A1 : linéaire ; A2 radicalaire ; A3 : EVA ; A4 : vide.

Figure 3. Trémies et système de dosage

Le système de pesage (ou dosage) a pour but de peser chaque vis àla dose prescrite à l'aide d'un vérin automatique ; la vis assure à la fois le chauffage par le fourreau qui est reparti en plusieurs zone :

1- Zone d'alimentation (ou culasse) : permet un transport régulier, et un compactage de la matière. Le chenal de la vis est rempli de grains de matière solide qui sont comprimés entre eux. Au bout de quelques filets, cet ensemble solide progresse en bloc à l'intérieur du canal, entraîné vers l'avant par friction au contact de la paroi du cylindre. Une bonne adhérence de la matière sur la paroi du cylindre est recherchée, pour augmenter le processus d'écoulement en bloc. Ainsi la température de la vis doit être inférieure à celle du fourreau, et suivant les formulations, elle peut être refroidit par un liquide caloporteur passant à l'intérieur. Pour éviter une fusion trop rapide des grains après la trémie et éviter les bouchons. Il est parfois nécessaire de refroidir aussi le fourreau.

2- Zone de fusion (ou de compression) : le cylindre est chauffé, le mécanisme de fusion commence lorsqu'un film de matière se forme entre le lit solide et la paroi chaude du

fourreau. Après que le mécanisme de fusion est commencé, le lit solide continue d'avancer en bloc alors que la matière fondue tourne sur elle-même, entraînée à l'arrière du canal par la face avant du filet de vis. Dans cette zone le diamètre intérieur de la vis augmente, donc la hauteur du filet diminue, ce qui a pour but de forcer la fusion du lit solide.

3- Zone de pompage (ou de régularisation, homogénéisation, malaxage) : partie cylindrique située en bout devis, homogénéise la matière et régule le débit. Elle sert à porter le polymère à la pression nécessaire pour assurer l'écoulement dans la filière au débit voulu. La hauteur de filet est à nouveau constante mais plus faible que dans la zone d'alimentation. Elle doit permettre une bonne homogénéisation de la matière avec les adjuvants ou les pigments.

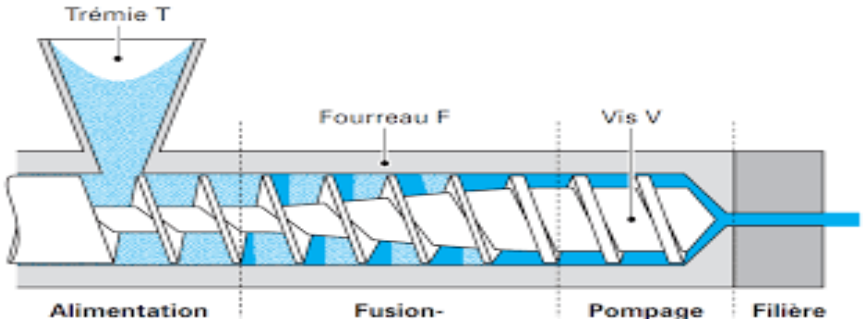


Figure 4.Les zones de la vis

3.2.4. Extrusion de la matière première

Ensuite ; le malaxage se produit pour améliorer la stabilité de l'extrusion, on cherche à améliorer la capacité de fusion d'une vis en décalant la zone de fusion vers l'arrière. La mise en pression et le dosage du polymère qui est refoulé sous pression dans la tête d'extrusion ; la tête contient une filière pour donner une pâte à l'aide des régulateurs de température grâce aux colliers et aux ventilateurs.



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

3.2.5. Gonflement de l'extrudât

CHAPITRE II : PROPLÉMATIQUE ET MODE OPÉRATOIRE

Le polymère fondu est entrainé à la sortie verticalement de la filière par des rouleaux pinceurs pour être étiré et gonflé au contact de l'air oùil est emprisonné à l'intérieur de la bulle et se réchauffe rapidement ; lorsque le débit est élevé, il faut accélérer le refroidissement puis il ya un système d'aspiration qui aspire l'air frais et retire l'air pollué (qui contient le solvant).

L'extrudât est refroidi par un anneau de refroidissement tandis que de l'air est insufflé à l'intérieur pour former une bulle (Figure 6). La bulle est ensuite mise à plat progressive entre les auvents pincés (Figure 7) pour éviter les plis pour être tiré entre les cylindres de tirage qui lui assure une vitesse de rotation stable et une pression contrôlée de manière à ne pas fragiliser le film au niveau des plis.

La filière subit deux étirages mécaniques ; le premier dans le sens de la hauteur qui est dûà la différence de vitesse entre le tirage et la vitesse d'extrusion et qui s'appelle un étirage longitudinal ; le deuxième dans le sens de largeur est dû à l'air, légèrement sous pression contenu dans le ballon, et qui s'appelle l'étirage transversal.

Le ballon de gonflage a 18 mètres avec un tirage rotationnel pour avoir une épaisseur homogène dans les bobines (pour homogénéiser et uniformiser les points forts et faibles dans la bobine) avec un système de rotation de 64 petits moteurs qui ont pour but de varier le volume d'air entrant.



Figure 6.La bulle de gonflage



Figure 7.Les auvents pincés

3.2.6. Contrôle du film

Le but de la caméra contrôleur (Figure 8), est pour calculer les points d'épaisseur (quand il ya un point faible le moteur augmente le volume d'air et le contraire en cas d'existence des points forts. C'est un système très important pour avoir une bonne homogénéité d'épaisseur.



Figure 8. Caméra contrôleur

3.2.7. Traitement corona

Pour obtenir un mouillage suffisant et une adhésion adéquate sur le film plastique, unprétraitement juste avant l'unité d'impression, de complexage ou d'enduction est nécessaire.

La solution pour optimiser le mouillage et l'adhésion d'un support est dans l'utilisation d'une unité de décharge corona depuis que cette technique a prouvé sa haute efficacité avec un coût modéré et sa facilité d'insertion dans une ligne de production.

Le traitement corona est une décharge électrique à haute fréquence vers la matière. Il en résulte une amélioration de la connexion chimique (dyne/cm) entre les molécules dans le plastique et le liquideappliqué (encre d'impression). Le traitement de surface ne réduit pas ou ne change pas la résistance de la matière. Cela ne change pas non plus son apparence.

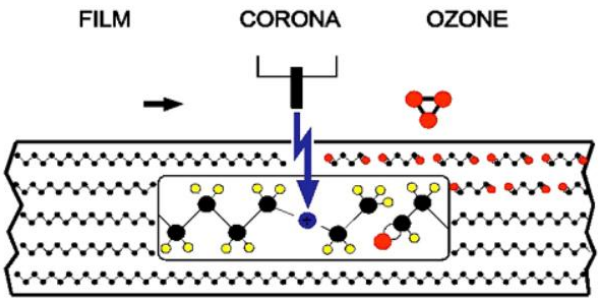


Figure 9. Traitement corona de la surface du film

3.2.8. Enroulement et bobinage

Aprèsenroulement (Figure 10) et bobinage (Figure 11) à l'aide des paramètres de réglage de longueur des bobines conditionnées ; il est nécessaire de découper le film selon les besoins de conditionnement mentionnés par le client.

Figure 10. Enroulement du film **Figure 11.Bobinage du film**

3.2.9. 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.

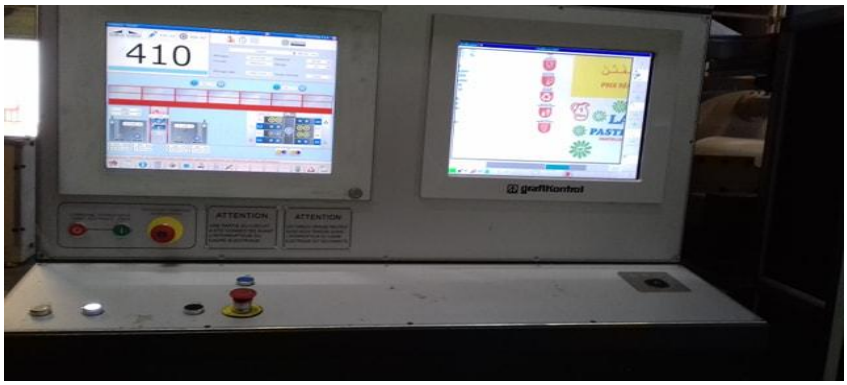






Figure 13. Système de contrôle de l'impression

Le contrôle de l'impression se fait grâce à une caméra qui prend des flashs pour régler l'impression avec une grand vitesse sans l'arrêt de la machine ; elle marche avec le film latéralement ; la photo apparait sur un écran dont le réglage l'impression se produit automatiquement en cas de décalage.



Figure 14. Camera 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.

4. Caractérisation des films

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

Lorsque le rayonnement infrarouge (IR) passe à travers un film, une partie du rayonnement est absorbée par le matériau et le reste le traverse. En spectroscopie IR, ce rayonnement transmis est détecté et converti en un spectre qui révèle une empreinte digitale unique du matériau. Les transformées de Fourier sont une construction mathématique utilisée pour convertir le signal en un spectre utile, d'où le nom de spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier.

La FTIR est une technique puissante d'identification des types de polymères dans un film d'emballage. Chaque type de polymère possède son propre spectre d'absorption IR caractéristique. Les chimistes analytiques peuvent utiliser FTIR pour identifier des groupes fonctionnels sur un polymère en connaissant les spectres de différents groupes moléculaires, tels que des acides ou des aldéhydes.

Certaines d'entre elles sont présentées dans le tableau 7. 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. De nombreux fournisseurs de résines et de convertisseurs de film ont accumulé cette expérience au fil du temps et constituent de bons endroits pour consulter afin d'aider à identifier les structures.[1]

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

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

Les techniques FTIR sont très utiles pour identifier le type de polymères présents. Ils peuvent ne pas être en mesure de différencier les types ou les qualités de polymère au sein d'une famille de polymères.

Les mélanges de polymères peuvent également constituer un défi, surtout si les spectres se chevauchent. Parfois, FTIR peut identifier qualitativement si un type de polymère ou de groupe fonctionnel est présent, mais sans des courbes d'étalonnage soigneuses générées à partir d'étalons connus, il peut être impossible de déterminer la quantité présente dans un mélange ou une coextrusion. Si le film peut être décollé, l'ATR peut être appliqué sur la surface exposée pour déterminer la composition de cette couche.[2]

Les échantillons préparés ont été analysés par FTIR à l'aide d'un appareil de type (FTIR-8400 SHIMADZU), du hall technologique de l'université de Médéa. Les analyses ont

été faite dans le domaine infrarouge entre 4000cm^{-1} et 400cm^{-1}, sans préparation préalable sous forme de film.

4.2. Propriétés mécaniques des films

Les polymères présentent un ensemble de comportements mécaniques dont les valeurs changent considérablement avec la température et la rapidité des tests, ainsi qu'avec la structure intrinsèque du polymère. La résistance à la traction, la résistance à la déchirure, la résistance aux chocs et à l'éclatement, la résistance au pliage, la résistance aux trous d'épingle et à l'abrasion revêtent toutes une importance pratique dans les emballages en plastique.

4.2.1. Propriétés de traction[3]

Nous utilisons souvent une courbe contrainte-déformation (Figure 15) qui standardise la courbe charge-déformationpour examiner le comportement mécanique d'un matériau d'emballage. Cette courbe relie la contrainte appliquée à la déformation résultante d'un échantillon. Généralement, il est mesuré à l'aide d'un appareil qui fournit un taux de déformation lent et constant et utilise un capteur de force pour mesurer et enregistrer la force requise pour produire cette déformation.

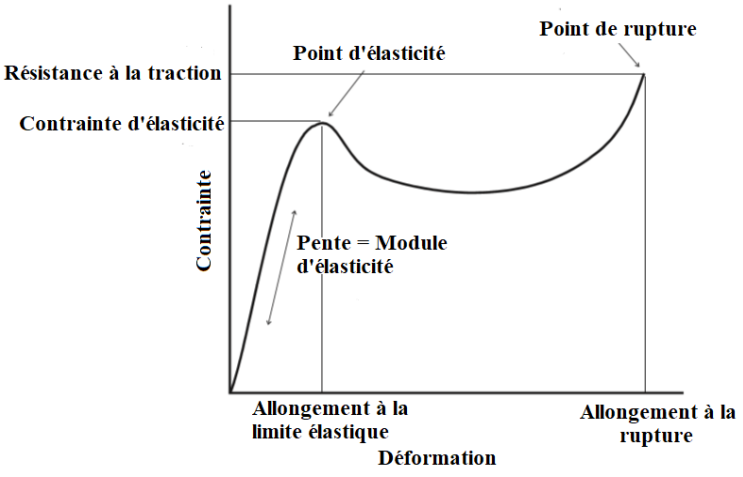


Figure 15. Un exemple de courbe contrainte-déformation

Les tests relatifs aux propriétés de traction sont décrits dans la norme ASTM D882; Les tests de propriétés de flexion sont décrits dans les normes ASTM D790 et ASTM D6272. Le tableau 8 indique la relation entre la douceur ou la

ténacité d'un matériau et les valeurs de module d'élasticité, de limite d'élasticité, de résistance et d'allongement.

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

Type de polymère[1]	Module d'élasticité	Contrainte d'élasticité	Contrainte ultime	Allongement à la rupture
Doux et faible	Faible	Faible	Faible	Modéré
Doux et robuste	Faible	Faible	Modéré	Haut
Fragile et dur	Haut		Modéré	Faible
Dur et fort	Haut	Haut	Haut	Modéré
Dur et robuste	Haut	Haut	Haut	Haut

Le comportement observé sur la courbe contrainte-déformation correspond au comportement viscoélastique typique des matériaux polymères. Le comportement viscoélastique dépend fortement de la température à laquelle le test est effectué et de sa relation avec la Tg de l'échantillon. Cela dépend également du taux de déformation, comme mentionné précédemment.

4.2.2. Résistance à la déchirure [3]

La mesure de la résistance à la déchirure d'un matériau évalue l'énergie absorbée par l'échantillon lors du déclenchement et/ou de la propagation de la déchirure. Deux méthodes ASTM standards sont disponibles : les méthodes D1004 et D1922. Le premier est conçu pour mesurer la force nécessaire pour initier la déchirure. Il couvre la détermination de la résistance à la déchirure d'un échantillon en plastique souple à des taux de charge très faibles, c'est-à-dire 51mm/min. La norme ASTM D1922 mesure l'énergie nécessaire à la propagation d'une déchirure après son déclenchement par un petit trou dans l'échantillon. La valeur de la résistance au déchirement d'un film dépend du taux d'étirement de l'orientation et du fait que la mesure soit effectuée dans le sens de la machine ou dans le sens opposé. La résistance à la déchirure des films peut également être évaluée dans le sens machine et dans le sens travers à l'aide d'un appareil de traction; La norme ASTM D1938 décrit cette procédure standard.

Les propriétés mécaniques d'un polymère peuvent être fortement influencées par son degré de cristallinité. Lorsque la cristallinité du polymère augmente, les propriétés qui

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

dépendent principalement de la force des attractions entre les molécules voisines, telles que la résistance à la traction et le module d'élasticité, augmentent. Cependant, les propriétés qui dépendent principalement de la capacité des molécules à absorber de l'énergie en modifiant temporairement ou en permanence leur position, telles que la résistance au choc et la résistance au déchirement, diminuent.

Les échantillons préparés ont été analysés par la machine d'essais universelle (ou machine d'essais mécaniques) de la filiale Soexplast de Médéa du groupe ENPC (Figure 16).



Figure 16. Machine d'essais universelle

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

Pour l'essai de traction : Il consiste à soumettre une éprouvette à un effort de traction suivant son axe, généralement jusqu'à la rupture en vue de déterminer une ou plusieurs caractéristiques mécaniques. Cet essai normalisé par ISO 527-3 [Annexe J]qui spécifie les conditions permettant de déterminer les propriétés de traction de films ou de feuilles en plastique d'une épaisseur inférieure à 1 mm, sur la base des principes généraux énoncés dans la partie 1 de cette même norme.

Pour l'essai de déchirement sur films plastique, les normes ISO 34-1, ISO 6383-1, EN 495-2 et DIN 53363 nous sont notamment proposées.L'essai simule le comportement des

films d'emballage à ouverture des emballages. La force de déchirure, à ouverture d'un sachet d'emballage, doit être à peu près identique à la force d'arrachement. Si la force maximale jusqu'à rupture de l'éprouvette est trop haute, cela peut provoquer l'arrachement brutal du sachet d'emballage après déchirure et le déversement de son contenu. Le comportement idéal n'est toutefois pas facile à déterminer, car la résistance à arrachement (ainsi que la force de traction) dépend très fortement de la direction d'étirement du film.

4.3.Diffraction des Rayons X (DRX)

La diffraction des rayons X est la méthode la plus efficace et la plus simple pour caractériser rapidement un composé cristallisé. La structure cristalline d'un matériau se caractérise par une maille élémentaire donnant des familles de plans parallèles et équidistants, les plans réticulaires (hkl). La distance entre les plans d'une même famille est appelée la distance inter réticulaire d_{hkl}. Les distances de chaque famille de plans (hkl) sont la signature d'une phase et elles peuvent être mesurées par diffraction de rayon X.

Lorsqu'un faisceau parallèle de rayon X monochromatique arrive en incidence θ sur les plans cristallins, il est diffracté par une famille de plans réticulaires lorsque la condition de Bragg est réalisée.

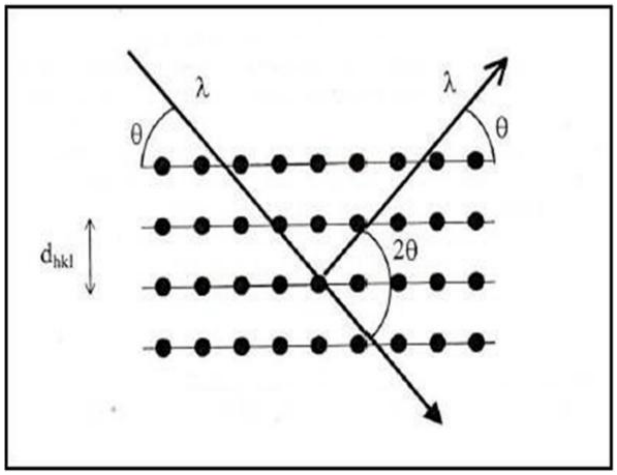


Figure 17.Famille de plans cristallins en conditionde Bragg

Relation de Bragg :

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

Où :

- d_{hkl} : distance inter-réticulaire, c'est-à-dire la distance entre deux planscristallographiques ;
- λ : est la longueur d'onde du faisceau de rayon X ;

- θ : angle de Bragg ;
- n : ordre de réflexion (nombre entier) dans la famille de plans parallèles.

Si une radiation est envoyée, de longueur d'onde λ, sur un réseau cristallin et si uneréflexion est détectée à l'angle 2θ, l'équation de Bragg permet de déterminer la distanceinter-réticulaire d et donc la famille de plans qui diffractent.

La méthode générale consiste à bombarder des échantillons avec des rayons X, et à retenirl'intensité de rayons X qui sont diffusés selon l'orientation dans l'espace. La connaissancedes angles θ et l'intensité des pics nous permet alors d'obtenir une série de valeur d {h, k,l} qui constitue la signature d'un solide cristallisé. Comme les plans cristallographiquespeuvent être repérés par les indices de Miller, on peut donc indexer les pics de diffractionselon ces indices.

Cette méthode d'analyse permet de caractériser l'arrangement des couches d'atomes au seinde cristaux. Cependant, cette technique ne peut généralement pas permettre d'identifier descomposés amorphes.

5. Conclusion

Dans ce chapitre nous nous sommes intéressées 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 des deux films : le film thermorétractable, et le film étirable, à base de polyéthylène basse densité, et faire comparer entre ces deux matériaux d'emballage. Le procédé de l'extrusion gonflage a été détaillé dans ce chapitre afin de poursuivre littéralement les différentes étapes parcourues lors de la mise en forme de nos préparations. Les différentes techniques utilisées ont été montrées afin de donner leurs principe et mode opératoires dans le but d'éclaircir leurs rôles dans la caractérisation de nos échantillons.

CHAPITRE III :

RESULTATS & DISCUSSION

CHAPITRE III : RESULTATS & DISCUSSION

1. INTRODUCTION

Ce chapitre est consacré à exposer les résultats obtenus des analyses faites de nos échantillons, et les discuter afin de répondre à la problématique composée dans le chapitre précédent qui est de« comparer entre les caractéristiques de deux matériaux d'emballage largement utilisé dans l'industrie, à savoir le film thermorétractable nommé dans cette partie (FT) et le film étirablenommé (FE) afin d'extraire les facteurs clés déterminant leurs qualités et qui servent de raisons de choix entre les deux films.

Nos discussions se basent sur des comparaisons entre les résultats obtenus des deux formulations, en commençant d'abord par vérifier leur appartenance dans la gamme des exigences de la fiche technique reconnue selonla norme adoptée. Des projections des notions cités dans les chapitres précédant vont être utiles afin de pouvoir enrichir les discussions, en citant aussi des travaux précédents d'autres auteurs qui ont abordé cette même problématique plus ou moins modifiée selon leurs intérêts.

2. DÉTERMINATION DES PARAMÈTRES OPTIMAUX DU PROCÉDÉ

Plusieurs paramètres ajustables sur les lignes de production de filmsoufflé 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.

2.1. TAUX DE GONFLAGE (TG)

Le taux de gonflage est le rapport du diamètre de la bulle et du diamètre de la filière (eq. (1)).

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

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 (2).

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

En transformant l'équation précédente en fonction des propriétés techniques existantes sur la fiche technique des deux matériaux élaborés, on aura l'équation suivante :

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

CHAPITRE III : RESULTATS & DISCUSSION

En se basant sur les données des tableaux du chapitre précédent (Tableau II.1 et Tableau II.2) et des annexes, le calcul des taux de gonflage est résumé dans le tableau suivant :

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

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

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

2.2. TAUX DE TIRAGE (TT)

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 (eq. (4)).

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

Il 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 (5).

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

ainsi,

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

avec k le rapport entre la masse volumique à l'état fondu (T_{ext}) et la masse volumique à l'état solide (23 °C). Cette valeur est d'environ 0,82 pour le PE. $e_0$correspond à l'entrefer de la filière et e à l'épaisseur du film.

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

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

Plus l'entrefer est large, plus l'étirage longitudinal est important pour produire une épaisseurde film donnée, pour un TG donné, dans notre cas, puisqu'on a utilisé une même machine avec un même entrefer, donc l'épaisseur voulue est gérée par le taux de tirage, on remarque pour le film thermorétractable un TT élevé que le film étirable, ce qui a conduit à une épaisseur moindre. Un large entrefer permet une augmentation du débit (la vitesse de tirage n'est généralement pas un facteur limitant), mais au détriment de l'équilibre despropriétés mécaniques du film produit.

Au cours de l'extrusion-gonflage, le niveau d'orientation macromoléculaire présente un rôle plus ou moins important, elle est provoquée généralement par la contrainte induite par l'étirement du fondu par la rotation du pinceur, ce qui entraîne également une orientation dans le sens machine.L'orientation des chaînes dans le sens longitudinal est provoquée par la contrainte de cisaillement qui permet l'écoulement du fondu à travers de la filière, qui est généralement négligeable par rapport à celle induite par l'étirement provoqué par les pinceurs.

La contrainte dite circonférentielle provoquée par le gonflage de la bulle, à la différence des deux précédentes contraintesentraîne une orientation des chaînes dans la direction transverse.

2.2. HAUTEUR DE LA LIGNE DE FIGEAGE (FLH)

Bien que le TT et le TG jouent un rôle primordial dans le développement de l'orientationmacromoléculaire, il est nécessaire de prendre en compte la hauteur de la ligne de figeage(FLH). La hauteur de la ligne de figeage marque le passage de l'état fondu à l'état solide de lagaine, c'est-à-dire la diminution de la mobilité des macromolécules constituant le film. Ainsi,c'est la forme de la bulle juste avant le figeage qui confère le niveau d'orientation macromoléculaire aux chaînes polymères.

La hauteur de la ligne de figeage dépend du refroidissement de la gaine. Elle se déplace doncsous l'influence du débit de l'extrudeuse, de la vitesse de tirage du film ou du débit d'air fournipar l'anneau de refroidissement. Elle dépend aussi des propriétés thermiques et rhéologies de lamatière transformée. Généralement, pour un même taux de tirage et un même débit d'air,l'augmentation du taux de gonflage provoque naturellement une augmentation du diamètre dela bulle et donc une plus grande surface d'échange thermique. De plus, le film s'amincie plusrapidement, ainsi, la matière se fige à une hauteur plus faible lorsque le taux de gonflage estsupérieur. Au contraire, une augmentation du taux de tirage entraîne une augmentation de lahauteur de figeage. La bulle gonfle moins rapidement, la déformation élongationnelle est favorisée, ainsi le film atteint sa température de figeage à une hauteur plus

importante. De même,le débit ou la température de l'air de refroidissement influencent également cette hauteur. Finalement, le comportement plus ou moins viscoélastique des matières transformées conditionnele paramétrage de la ligne de production afin d'obtenir la bulle la plus stable possible. En effet, généralement, cette hauteur est ajustée afin d'obtenir la bulle la plus stable possible et laproductivité la plus importante possible.

La forme de la bulle juste avant le figeage influence la cinématique de l'étirement et ainsil'orientation macromoléculaire qui sera figée. Cela est comparable à l'étirement simultané ouséquentiel en bi-étirage. Les chaînes de polymères ayant la capacité de relaxer les contraintes,l'orientation induite en sortie de filière peut être relaxée avant d'atteindre la ligne de figeage.

Il convient de considérer l'allure de la bulle et le taux de tirage par rapport au gonflage justeavant le figeage de la matière (c'est-à-dire au niveau de la FLH). Comme l'atteste la Figure 1,la géométrie de la bulle favorise plus ou moins l'orientation longitudinale ou transversale, la forme de la bulle nous montre que l'étirage dans le sens machine prédomine clairement avant la FLH, donc lefilm sera principalement orienté en SL, ce résultat est remarqué pour les deux matériaux fabriqués.

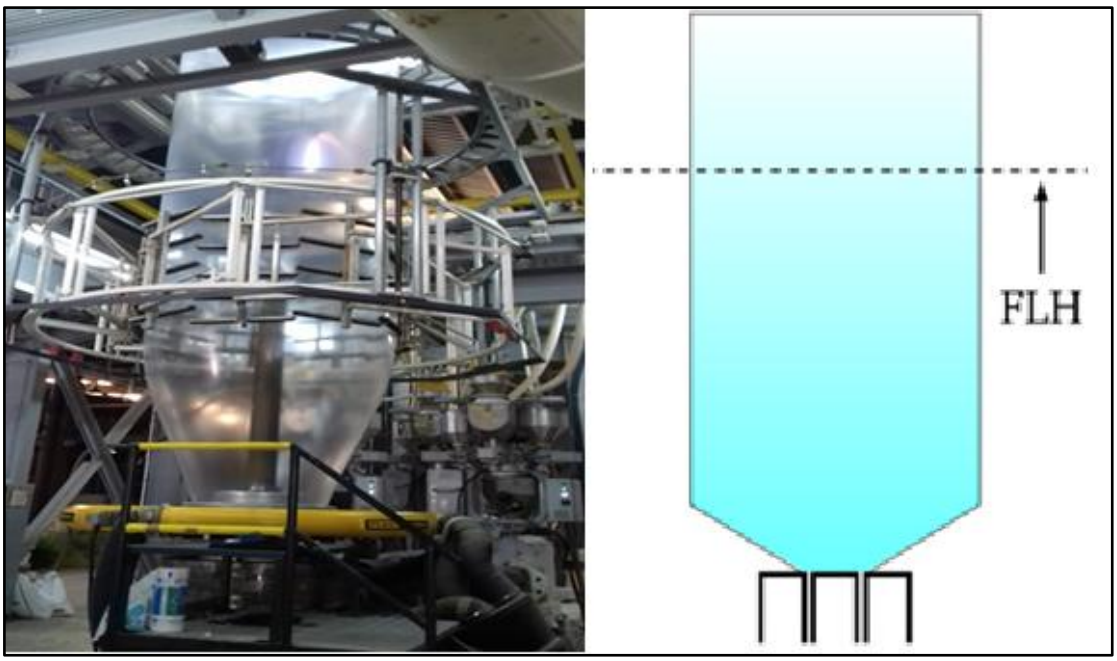


Figure 1. Représentation schématique de la forme de la bulle avant la ligne de figeage

Pour ce qui est de la transformation en extrusion gonflage, les LDPE sont plus facile àtransformerque les LLDPE mais engendrent des défauts de surface. En effet, les LLDPE seuls nepermettent pas l'obtention d'une bulle stable. C'est pourquoi ces deux matières sont généralementutilisées en mélange dans un contexte industriel.

3. PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES DES DEUX FILMS

3.1. TEST DE RÉTRACTION

Le retrait après le chauffage doit être déterminé selon les principes de l'EN en ISO 11-501, ce test est caractéristique du film thermorétractable, et n'est pas applicable sur le film étirable vue que la propriété de la rétraction est surtout caractéristique du premier film.

3.1.1.MODE OPÉRATOIRE

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

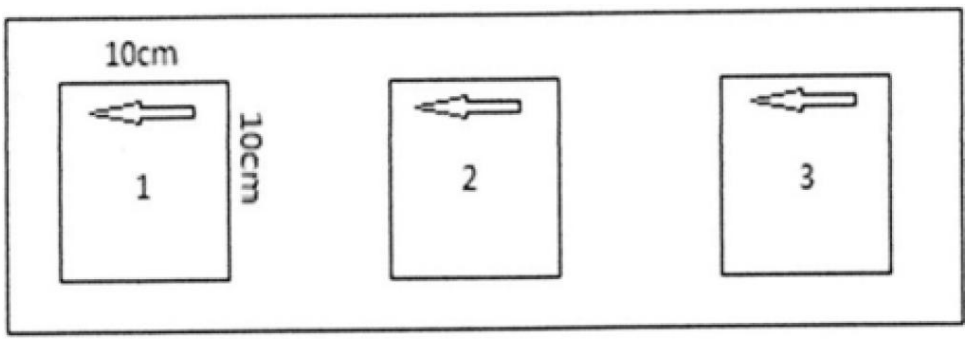


Figure 2.Test de rétraction du film thermorétractable

CHAPITRE III : RESULTATS & DISCUSSION



Figure 3. Eprouvettes du films thermorétractable.

Le taux de variation dimensionnelle est donné par la formule:

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

T: est le taux de variation dimensionnelle.

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

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

Tableau 3.Calcul des taux de variation dimensionnelle des deux matériaux FT et FE

	L_1 (cm)	L_2 (cm)	L_3 (cm)	T (%)
Sens longitudinal	3.7	3.3	3.5	65
Sens transversal	5.6	6.1	5.8	42

D'après les résultats de ce test thermique, on a enregistré une valeur de rétraction de 65% dansle sens longitudinal qui est faiblement éloignée par rapport à la norme (70 à 80%). Par contre, lavaleur transversale est nettement supérieure (42%) par rapport à la norme (20 à 30%) et cela veutdire que le linéaire donne au film qui est à base de PEbd une certaine élasticité donc diminuer le taux decristallisation (adoucir la rétraction), ce qui engendre une facilité de mise en œuvre au niveau de la fardeleuse.

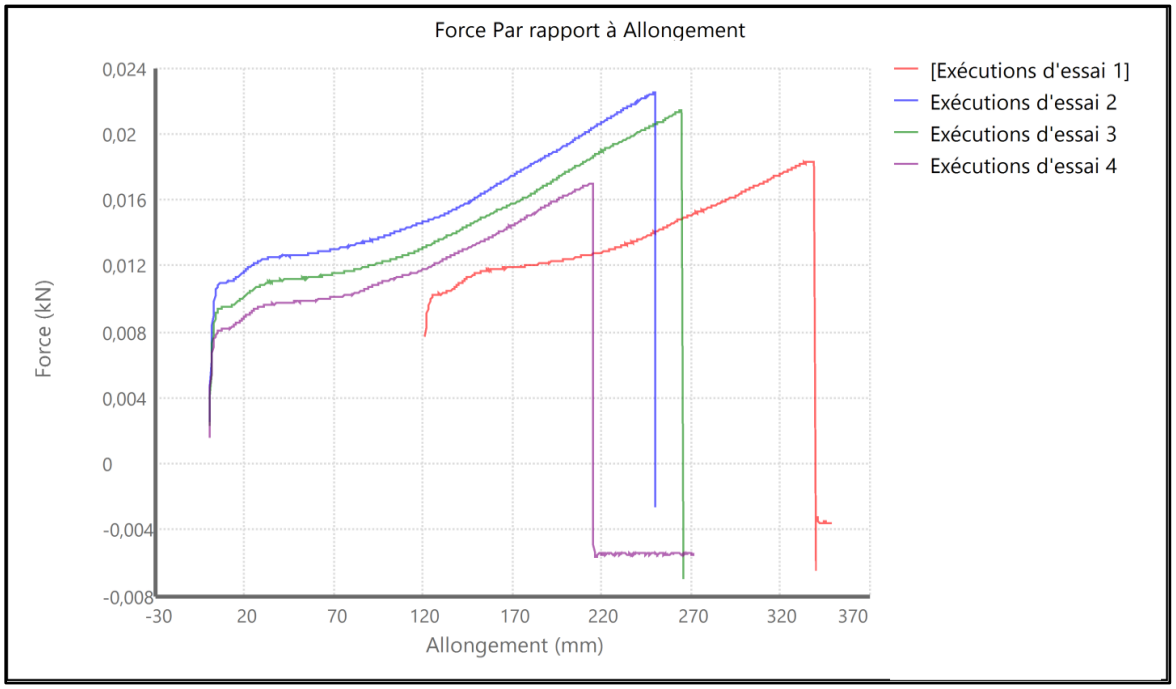
3.2. TESTS DE TRACTION

Nous utilisons souvent une courbe contrainte-déformation pour examiner le comportement mécanique d'un matériau d'emballage. Cette courbe relie la contrainte appliquée à la déformation résultante d'un échantillon sous forme d'allongement. Généralement, cette déformation est mesurée à l'aide d'un appareil qui fournit un taux de

déformation lent et constant et utilise un capteur de force pour mesurer et enregistrer la force requise pour produire cette déformation.

La résistance à la traction est généralement soit à la limite d'élasticité, soit au point de rupture du plastique. Dans notre cas, nous remarquons que toutes les courbes contrainte-déformation obtenues de nos échantillons, sont du deuxième type, c'est-à-dire que la résistanceà la traction est au point de rupture du plastique, ce qui engendre d'autres paramètres importants qui sont la limite d'élasticité et la contrainte au point d'élasticité.

Les courbes contrainte-déformation sont généralement obtenues à de faibles taux de déformation. Elles nous donnent une représentation graphique de la réponse du matériau à une contrainte de traction appliquée et nous permet d'identifier certains points et certaines régions d'intérêt. Le test a été appliqué sur plusieurs éprouvettes (4 essais) afin de prendre la moyenne



comme valeur représentatrice de l'échantillon.

Figure 4. Courbes contrainte-déformation longitudinaledu film thermorétractable (AnnexeJ)

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

CHAPITRE III : RESULTATS & DISCUSSION

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

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

Dans la partie élastique de la courbe contrainte-déformation, lorsqu'une contrainte appliquée est supprimée, la déformation produite disparaît et le matériau reprend ses dimensions d'origine. Nous définissons la limite d'élasticité comme le dernier point de la courbe contrainte-déformation pour lequel le polymère commence à perdre son élasticité. De même, l'allongement élastique est défini comme la contrainte maximale sous laquelle le comportement élastique est maintenu ; ainsi, l'allongement élastique est la contrainte correspondant à la déformation à la limite élastique. Les valeurs d'élongation sont généralement exprimées en pourcentage.

On remarque sur les courbesun très faible allongement élastique, ce qui conduit à un matériau faiblement élastique, que ça soit dans le sens longitudinal (Figure 4) ou dans le sens transversal(Figure 5).

La résilience est la capacité d'un matériau à absorber de l'énergie puis à revenir à ses dimensions d'origine. La résilience est une propriété largement trouvée dans les régions amorphes d'un polymère. L'augmentation de la cristallinité et de l'orientation a tendance à diminuer la résilience. Et c'est ce qu'on a trouvé dans notre cas vue la formulation d'un film FT contient des polymères semi-cristallin donc sa résilience est faible. La réticulation (sauf si elle est trop importante) augmente la résilience en empêchant la déformation plastique et en renforçant ainsi la capacité du matériau à revenir à ses dimensions d'origine. La résilience est mesurée par l'aire sous la partie élastique de la courbe contrainte-déformation (jusqu'à la limite élastique). Puisque notre formulation ne contient pas de polymères réticulés, donc on peut comprendre la faible résilience de notre film.

CHAPITRE III : RESULTATS & DISCUSSION

On remarque un allongement d'environ 525% dans le sens longitudinal, alors que dans le sens transversal est d'environ 788%, ces deux valeurs sont importantes d'un point de vue viscoélastique, qui décrit le comportement de ce film, Le comportement viscoélastique dépend fortement de la température à laquelle le test est effectué et de sa relation avec la Tg de l'échantillon, et cela dépend également du taux de déformation. En général, une déformation très rapide ne laisse pas le temps nécessaire au réarrangement moléculaire et conduit au comportement caractéristique d'un matériau plus fragile.

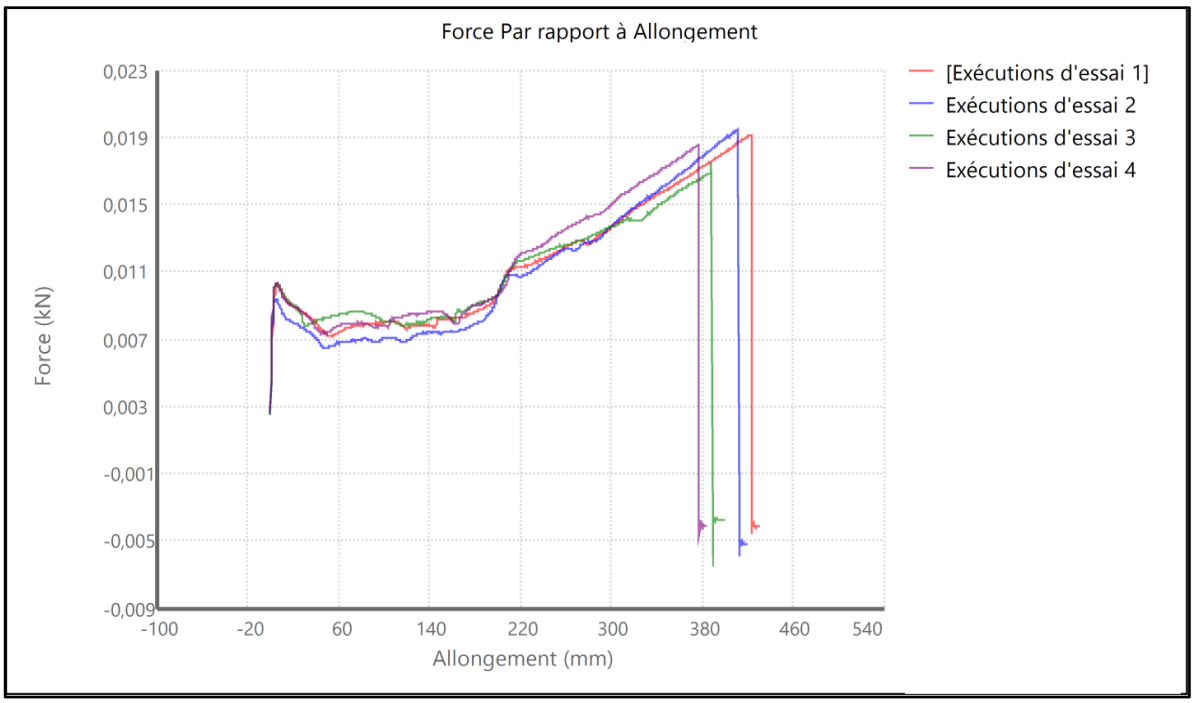


Figure 5. Courbes contrainte-déformation transversaledu film thermorétractable(Annexe K)

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

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

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

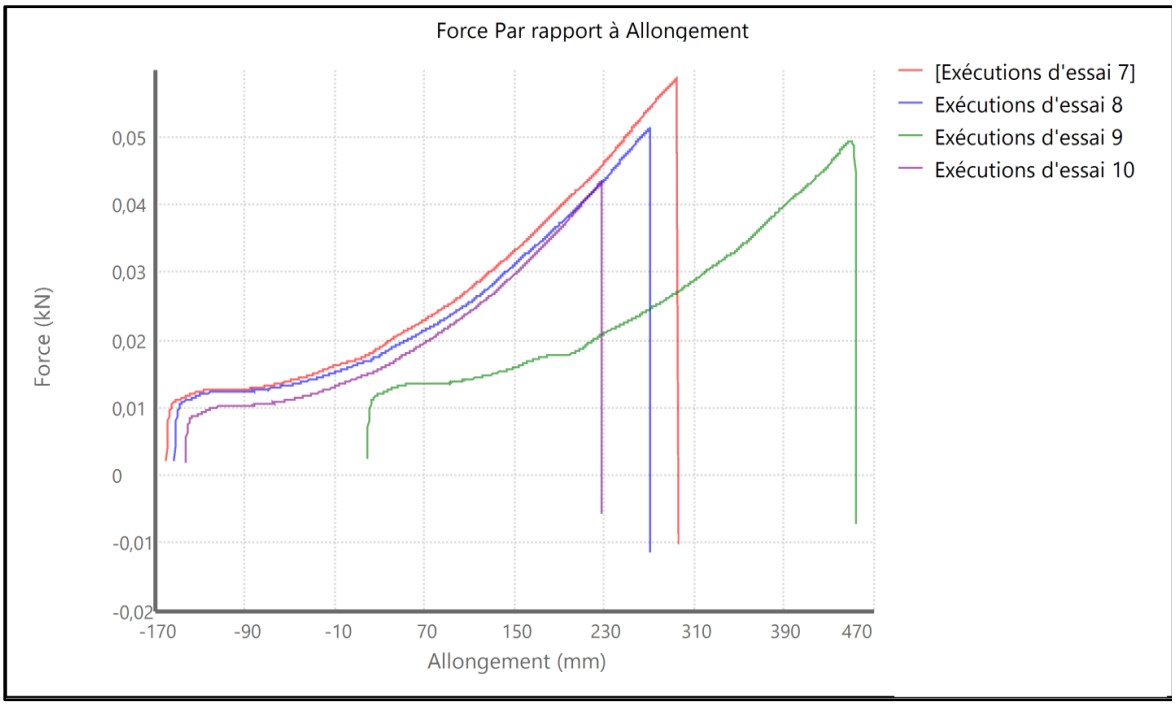
Ecart type	0,000	0,000	1,138	1,17	43,419	40,547

L'allongement transversal est plus important, et ce a cause du comportement de LDPE et LLDPE envers l'étirement. L'orientation est le processus d'étirage du film dans une ou les deux directions à une température inférieure à son point de fusion. Ce différentiel de température distingue l'orientation de l'étirage qui se produit dans le processus de coulée.

L'orientation d'un film améliore de nombreuses propriétés telles que la résistance à la traction, le module et la clarté. Cependant, l'orientation n'améliore pas toutes les propriétés. Il a, en effet, un effet néfaste sur l'allongement, la thermoscellabilité et la propagation des déchirures.

La majorité des films thermorétractables ont été orientés biaxialement en quantités égales, ce qui donne des propriétés équilibrées à la fois dans le sens machine et dans le sens travers. Il y a des cas, cependant, dans lesquels la surorientation a été donnée dans une direction. Il en résulte des différences de propriétés physiques entre les deux directions.

Les courbes suivantes montrent quant à elles, le comportement contrainte-déformation



du film étirable :

Figure 6. Courbes contrainte-déformation longitudinaledu film étirable(Annexe L)

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

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

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

On remarque aussi un très faible allongement élastique du film FE, ce qui conduit à un matériau faiblement élastique, que ça soit dans le sens longitudinal (Figure 6) ou dans le sens transversal (Figure 7).

On remarque aussi un allongement plus important que le film thermorétractable, vue que le film étirable est fabriqué pour que lorsqu'il est étiré autour d'un produit, génère une tension résiduelle qui contracte le film au contour du produit.

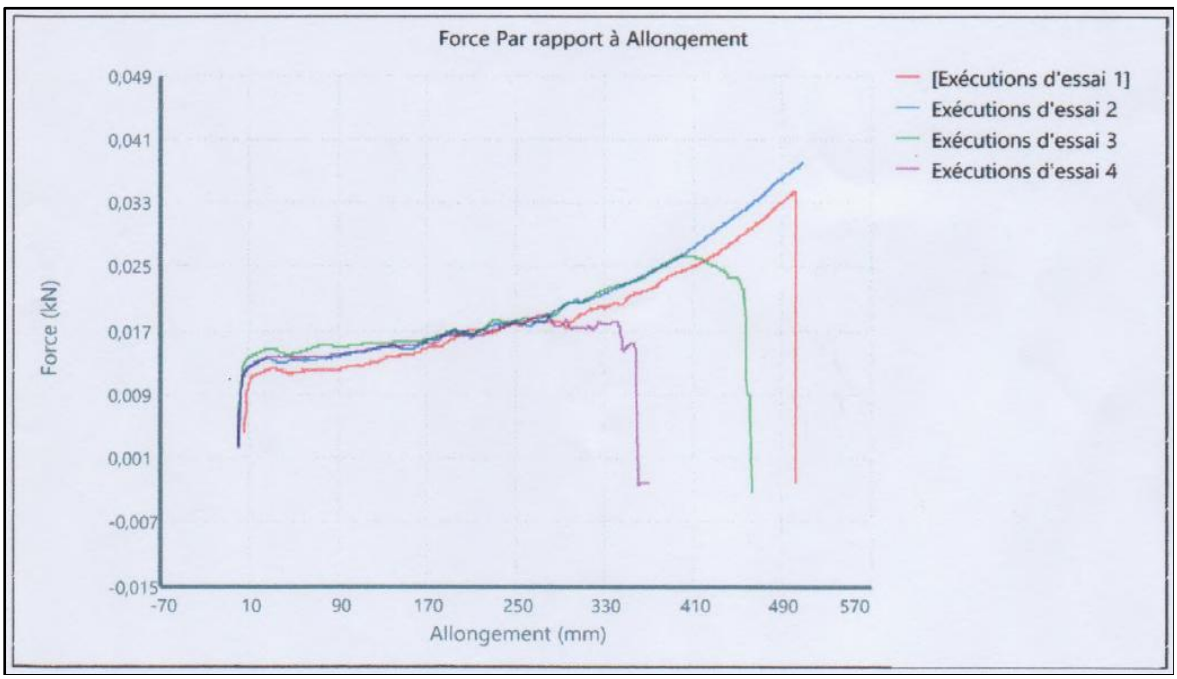


Figure 7. Courbes contrainte-déformation transversale du film étirable (Annexe M)

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

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

Nom	Largeur (mm)	Épaisseur (µm)	Force maximale (N)	Pic de contrainte (MPa)	Module (MPa)	Déformation au pic (%)
Essai 01	13,000	170,000	34,328	15,53	21,702	986,881
Essai 02	13,000	170,000	38,068	17,23	60,896	1002,512
Essai 03	13,000	170,000	26,322	11,91	100,814	900,550
Essai 04	13,000	170,000	18,826	8,52	103,117	900,310
Moyenne	13,000	170,000	29,386	13,30	71,632	947,563
Ecart type	0,000	0,000	8,577	3,88	38,519	213,996

3.3. TESTS DE FRICTION

Les courbes suivantes (figure 8 et 9) montrent les tests de friction de nos films, le film thermorétractable et le film étirable réspectivement, la friction est définie comme la force entre deux surfaces adjacentes. Le glissement est le contraire de la friction, un coefficient de friction COF élevé donne donc un facteur de glissement bas.

Le test de friction a été appliqué sur plusieurs éprouvettes (4 essais) afin de prendre la moyenne comme valeur représentatrice de l'échantillon.

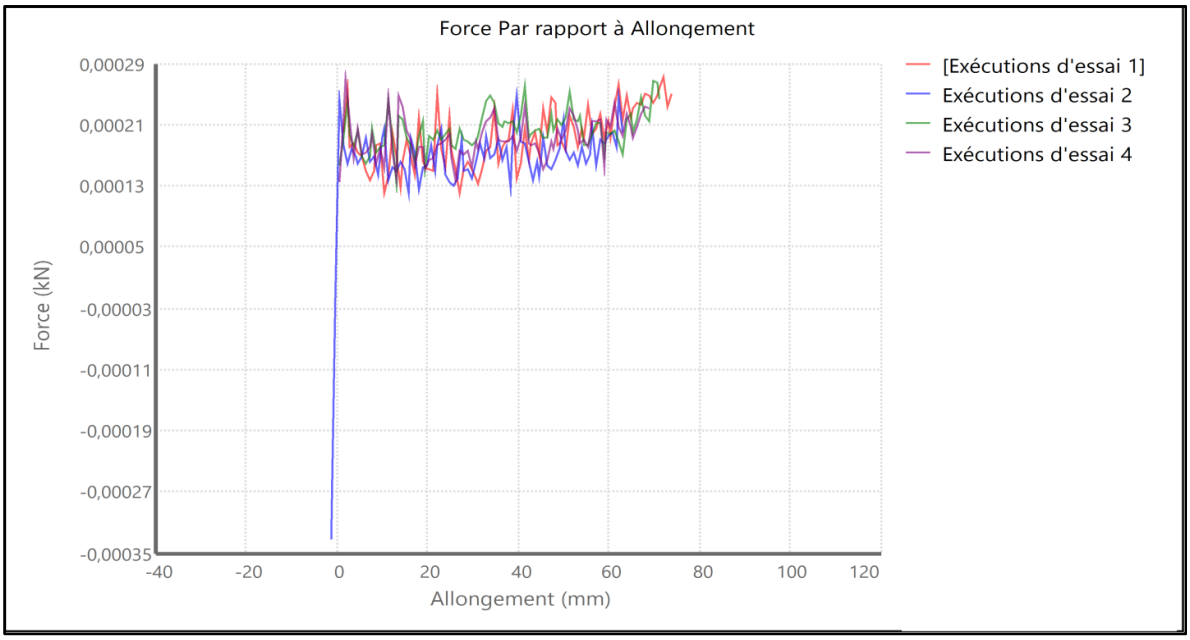


Figure 8. Courbes de friction du film thermorétractable (Annexe O)

CHAPITRE III : RESULTATS & DISCUSSION

Les résultats obtenus à partir des courbes précédentes se résument sur le tableau suivant (tableau 8) :

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

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

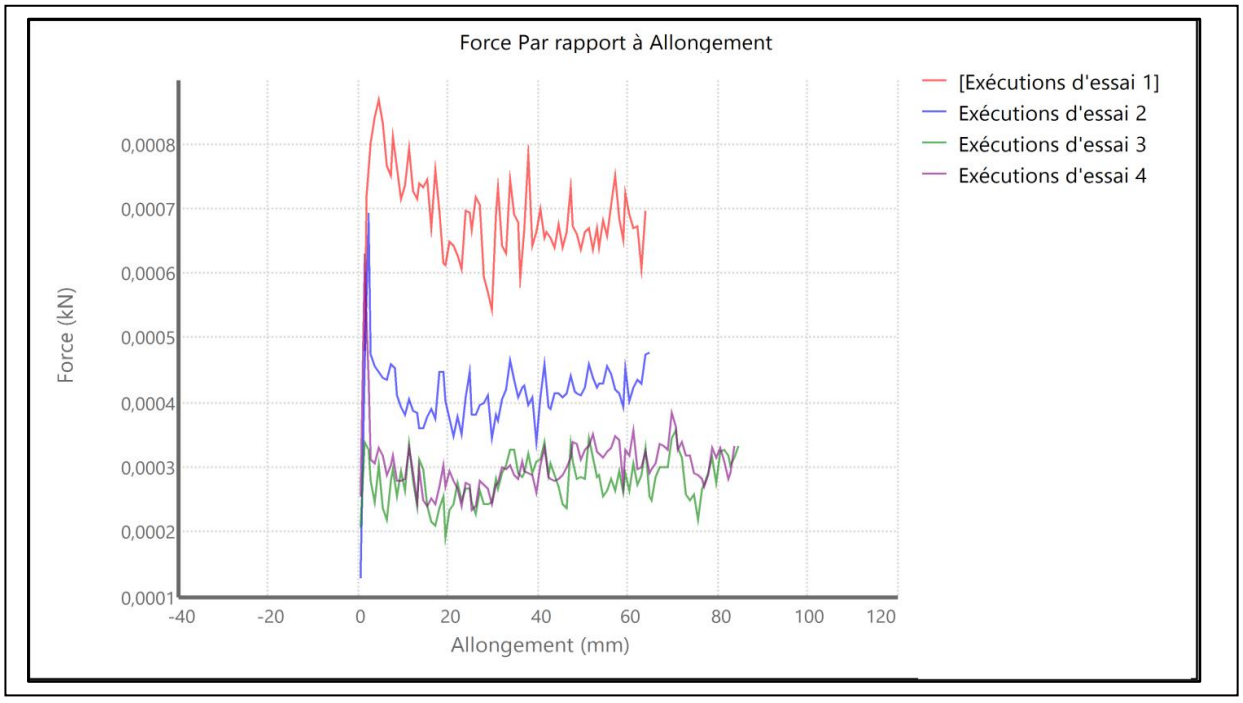


Figure 9. Courbes de friction du film thermorétractable(Annexe P)

Les résultats obtenus à partir des courbes précédentes se résument sur le tableau suivant (tableau 9) :

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

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

Les tests de coefficient de friction (égal à la valeur maximale de la force de friction divisée par la force normale) sont utilisés pour déterminer les caractéristiques de friction de nombreux matériaux. Il est généralement défini comme la facilité avec laquelle deux surfaces (souvent de matériaux différents) glissent l'une contre l'autre. Il est égal à la valeur maximale de la force de friction divisée par la force normale. La valeur sans dimension du COF est le rapport entre la force nécessaire à faire glisser la surface et la force perpendiculaire à la surface. Un COF bas indique que les surfaces sont plus lisses, c'est-à-dire moins résistantes à un mouvement de glissement.

Les polymères utilisés dans la production de films sont généralement testés à sec contre un chariot avec une charge calibrée.Des résultats courants disponibles pour le COF sont :

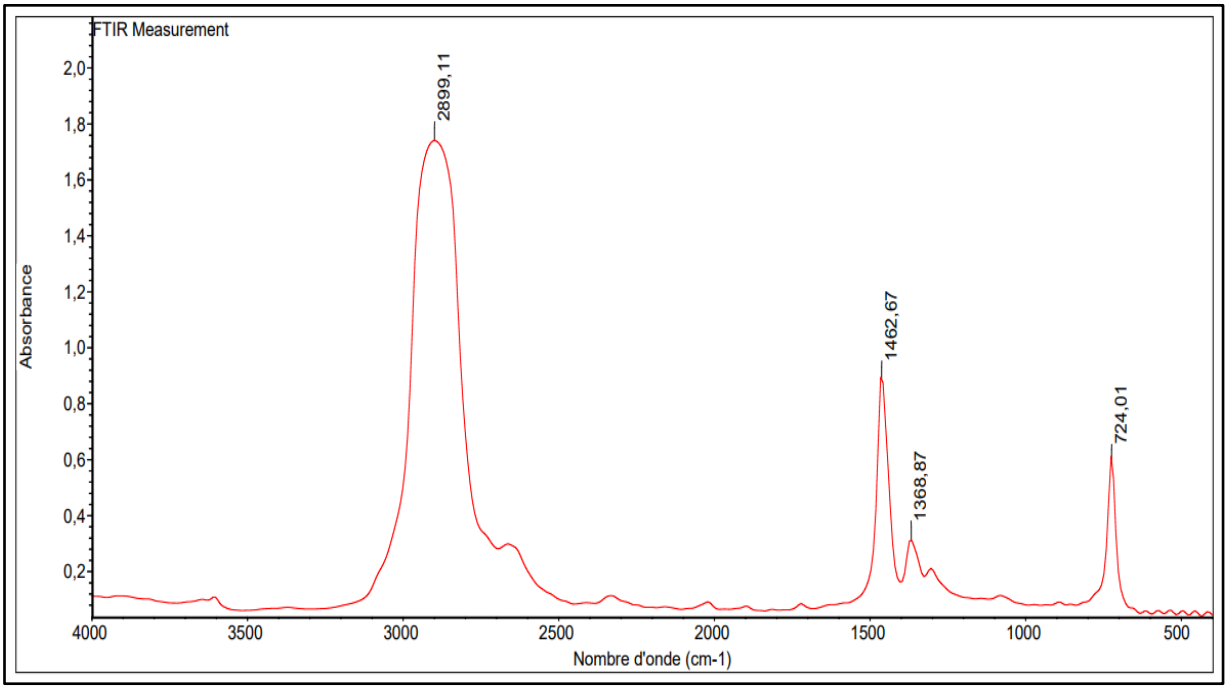
❖ **Friction ou coefficient statique :** La friction statique est la force qui retient un objet immobile jusqu'au moment où il commence à peine à bouger. Ainsi, le COF statique concerne la force qui limite le mouvement d'un objet qui est immobile sur une surface relativement lisse et dure. Il est calculé en trouvant la force initiale maximale nécessaire pour déplacer le chariot et en divisant la valeur obtenue par le poids du chariot.

❖ **Friction ou coefficient cinétique :**Une fois la friction statique dépassée, la friction cinétique, qui est la force qui retient le mouvement régulier, prend la relève. Le COF cinétique concerne la force qui limite le mouvement d'un objet qui est immobile sur une surface relativement lisse et dure. Il est calculé en trouvant la charge moyenne au cours du test et en la divisant par le poids du chariot qui tient l'autre matériau. À noter : la force maximale statique ne doit pas être comprise dans la force moyenne.

Remarque : La friction est définie comme la force entre deux surfaces adjacentes. Le glissement est le contraire de la friction, un COF élevé donne donc un facteur de glissement bas.

4. INTERPRÉTATION DES SPECTRES FTIR

La figure10 nous montre le spectre FTIR du film thermorétractable, 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 10. Spectres FTIR du film thermorétractable

Nous remarquons de ces spectres reflètent bien qu'on est dans le cas du polymère polyéthylène en montrant les pics caractéristiques de ce polymère. La bande apparue qui s'étendde 2915 et 2848 cm^{-1}est affectée aux vibrations d'étirement asymétrique et symétrique de CH_2. [4] La bande d'absorption à 1462.67 cm^{-1}est due à la déformation des groupes CH_2 dans les molécules. La division du pic a été observée dans chaque spectre. La bande d'absorption à 1368,27 cm^{-1} indique la déformation symétrique du CH_3 terminal. [5] Cette bande semble faible dans la majeure partie du spectre.

Des bandes fortes dans la région 720-730 cm^{-1} indiquent le mode de basculement du

méthylène. [16] La teneur en cristallinité des échantillons de polyéthylène peutêtre déterminée en calculant le rapport d'absorbance à 730 et 720 cm^{-1}. [6]

Le tableau 10 ci-contre résume les différentes bandes d'absorption observée de nos échantillons :

Tableau 10. Bandes de la spectroscopie FTIR caractéristiques du film thermorétractable

Mode de vibration		Valeur (cm^{-1})
Vibrations d'étirement et de CH_2	Asymétrique	2915
	Symétrique	2848
Déformation des groupes CH_2		1462.67
Déformation du CH_3 terminal	Symétrique	1368.27
Basculement du méthylène		720-730

La figure 11 nous montre le spectre FTIR du film étirable, nous remarquons les mêmes bandes caractéristiques du film thermorétractable, avec des intensités différentes, vue la différence de composition des deux films en LDPE et en LLDPE. Ce spectre montre d'autres pics qui doivent répondre à la présence du troisième constituant de la formulation du film étirable, qui est l'EVA.

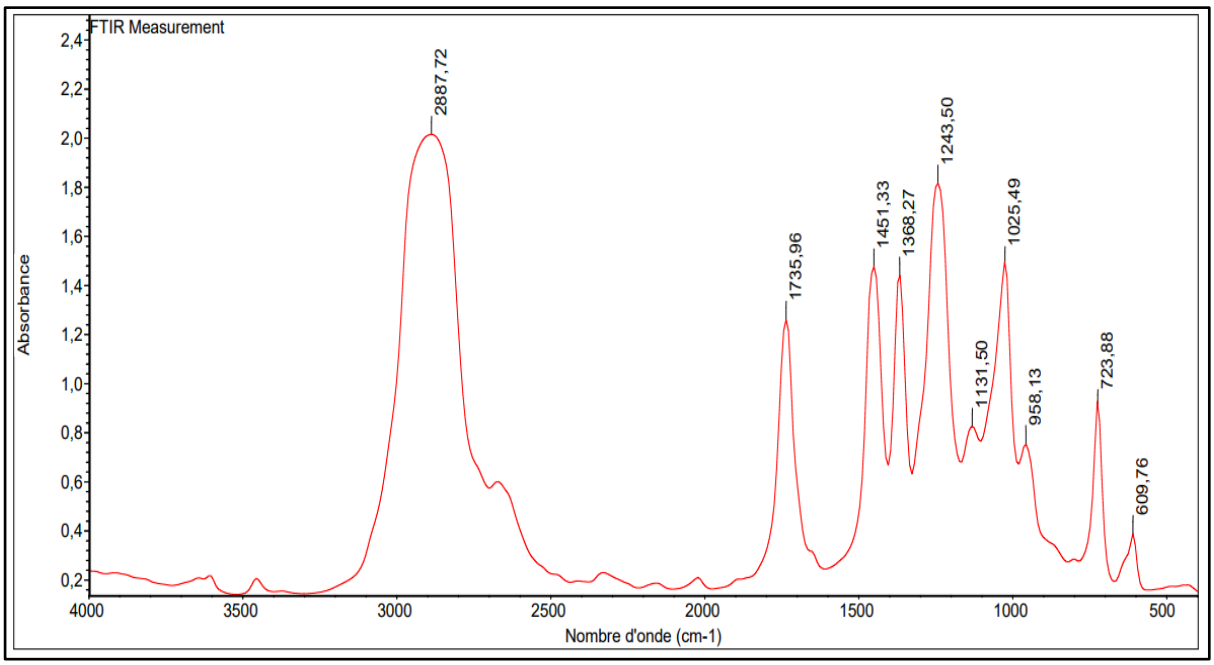


Figure 11. Spectres FTIR du film étirable

On trouve d'autres bandes d'absorption typiques de l'EVA à 1735.96, 1243.50,1025.49,609.76, 2915, 2848, 1451.33, 1368.27 et 723,88 cm^{-1}.Les quatre premières bandes sont attribuées aux groupes ester de l'EVA, tandis que les cinq dernières sont

attribuées aux groupes éthylène de l'EVA.[7]

Dans les spectres infrarouges des films que leur composition contient de l'EVA, le rapport des absorbances de la vibration d'étirement C-O de l'acétate de vinyle à 1025.49 cm^{-1} et de la vibration de basculement de l'éthylène CH_2 à 723.88 cm^{-1} peut être utilisé comme mesure de la composition.[8]

La bande à 1735 cm^{-1}, qui est attribuée aux groupes carbonyle, se décale vers les valeurs supérieures si ces groupes carbonyle sont exposés à une molécule donneuse d'hydrogène appropriée. La polarité influence le retour élastique. Les liaisonshydrogène formées par les polymères polaires semblent pouvoir être considérées commedes jonctions, c'est-à-dire des contraintes topologiques.[9] Ainsi, elles tendent à augmenterla magnitude de la recouvrance de la déformation. C'est pourquoi, lesliaisons hydrogène semblent être à même d'induire une forte recouvrance de la déformation enagissant à la fois sur les aspects enthalpiques et entropiques.

En effet, d'une part les liaisonshydrogène, bien qu'étant des liaisons secondaires, présentent des énergies de liaisons supérieuresaux liaisons de Van der Waals. S'il y a une part de déformation de nature enthalpique, laforce de rappel résultante sera proportionnelle à l'énergie de liaison. D'autre part, elles agissentcomme des contraintes topologiques limitant la relaxation et favorisant les contraintes induitesdes phénomènes de recouvrance entropiques.

Grâce à la spectroscopie infrarouge, on peut détecter la possibilité d'une interaction chimique entre l'EVA et les deux autres polymères.La formation du groupe cétone dans l'EVA pur pendant le traitement est schématiquement représenté par le schéma réactionnel suivant :

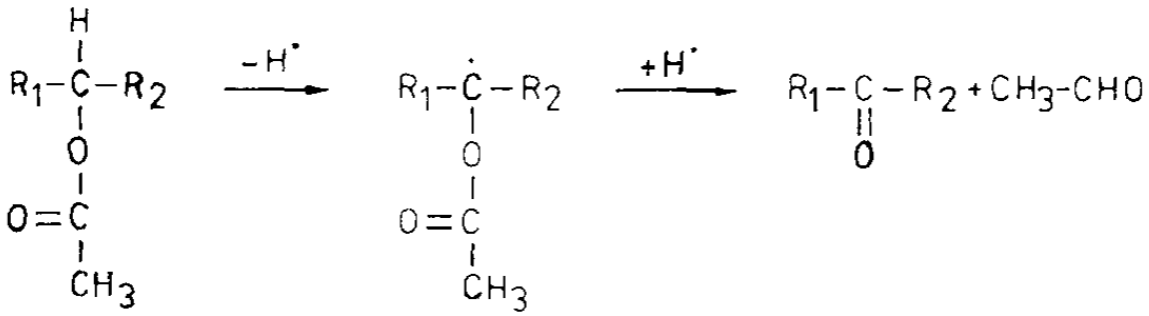
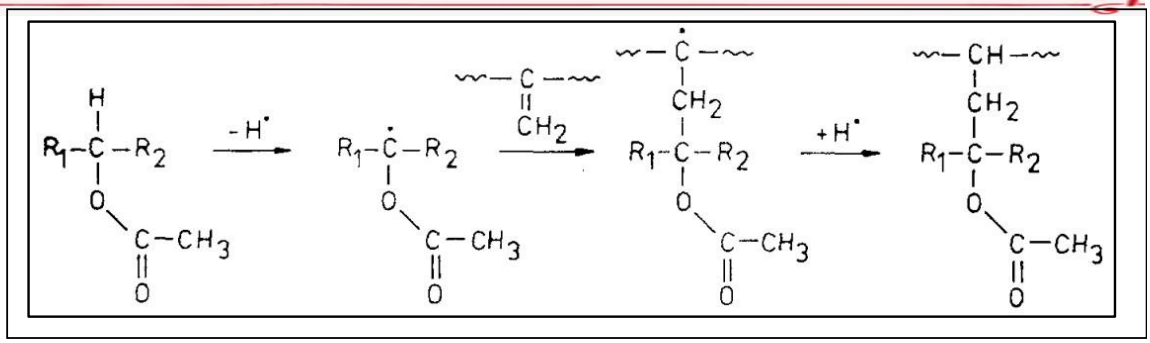


Figure 12. Réaction de la formation du groupe cétone de l'EVA

Des observations similaires ont été faites et le mécanisme ci-dessus a été proposé par Sultan et Sbrvik.[10] Les spectres FTIR du mélange (traité dans les mêmes conditions) dans la région 1900-1600 cm^{-1} montrentune seule bande d'étirement >C=0 bien résolue à 1735.9 cm^{-1}qui n'implique aucune trace de groupe cétocarbonyle. L'absence de groupe céto dans le

CHAPITRE III : RESULTATS & DISCUSSION



mélange peut être attribuée à la réaction des macroradicaux (formés pendant le traitement par abstraction de l'atome d'hydrogène de l'EVA) avec le groupe vinylidène du LDPE. La réaction peut être représentée schématiquement par les étapes suivantes :

Figure 13. Réaction des macroradicaux avec le groupe vinylidène

Le macroradical formé sur l'atome C de vinylidène du LDPE après combinaison avec le macroradical EVA peut se terminer de l'une ou l'autre des manières suivantes, (a) addition de radical H•, (b) réaction avec un macroradical EVA ou (c) libération d'un radical H• du groupe méthylène adjacent. Le cas (b) peut être exclu en raison du facteur stérique. La possibilité de libération d'un radical H cas (c) peut également être éliminée, puisque l'énergie de liaison de la liaison C-H est d'environ 100 kcal/mole par rapport à ~60 kcal/mole pour >C=C<.[11] Donc, la seule possibilité qui reste pour la terminaison du macroradical par addition d'un radical H• Ainsi, il peut être déduit à partir de l'analyse IR de la formulation que sous l'action de la chaleur et du cisaillement dans les conditions du procédé, LDPE-g-EVA peut être formé.

Les EVA sont des copolymères statistiques. La densité du copolymère obtenu dépend dela proportion de comonomère, qui varie généralement de 9 à 40 wt %. Plus la proportiond'acétate de vinyle est importante, plus la densité augmente. Les EVA sont produits via lesmêmes procédés (haute pression tubulaire ou autoclave) que les LDPE. L'inclusion de motifsacétate de vinyle (AV) confère au polymère une plus grande souplesse, les motifs AV limitantla cristallisation du PE par gène stérique. Ainsi, les EVA présentent généralement une meilleuretransparence que les LDPE. La longueur des segments de polyéthylène est également réduite,ce qui accroît leur mobilité. Le comportement des EVA tend vers celui des élastomères. Lapolarité des EVA évolue également avec l'évolution du pourcentage de motifs AV. Le PE étantun polymère apolaire tandis que la présence d'atomes d'oxygène dans la molécule d'acétate devinyle la rend polaire. L'incorporation d'acétate de vinyle permet au copolymère la formationd'interactions plus fortes (interactions acide-base au sens de Lewis). L'énergie associée à cesinteractions polaires est 10 à 20 fois supérieure à celle des

interactions dispersives (London, Vander Waals) formées par les molécules apolaires. Cette polarité confère notamment de bonnespropriétés d'adhésion à l'EVA.

Pour la production de film étirable, la teneur en motifs AV ne dépasse généralement pas 15wt %.L'augmentation du pourcentage de motifs AV nuit à la découpe des films(augmentationdel'étirabilité).

5. ANALYSE DE LA MICROSTRUCTURE DES FILMS PAR DRX

Cette méthode d'analyse permet de caractériser l'arrangement des couches d'atomes au seinde cristaux. Cependant, cette technique ne peut généralement pas permettre d'identifier descomposés amorphes.

Dans le but de déterminer la cristallinité et les valeurs des paramètres cristallographiquesde nos échantillons, on a procédé à l'enregistrement des diagrammes de diffraction derayon X sur nos échantillons.On remarque que les deuxspectres des différents échantillons FT et FE sont presqueconfondues, mais le pic de spectre de FE est plus intense par rapport à FT. On remarque un large épaulement dans le cas du film FE par rapport au film FT avec un maximum à environ$2\theta = 20$ ° correspondant à la phase amorphe qui a été observé, cela peut être dû à la présence de l'EVA, donc aucune phase cristalline d'EVA n'a pu être détectée.[12] Une explication potentielle du fait que la phase cristalline de l'EVA n'a pas pu être détectée par les rayons X, et l'imperfection cristalline considérable induite par la nature hautement ramifiée et repliée de l'EVA.

Notons que lepourcentage de comonomère introduit au cours de la synthèse du LLDPE influence la cristallinité du polymèreproduit. Une augmentation du pourcentage de comonomère entraîne généralement unediminution de la cristallinité, mais également de la température du pic de fusion (dans une DSC). Une grandepartie des comonomères sont rejetées des mailles cristallines, entraînant ainsi la diminution dupourcentage de cristallinité. Une part de ces comonomères peuvent néanmoins participer auxstructures cristallines résultants en différentes populations de cristaux et généralement un élargissementdu pic de fusion. La taille des cristaux ainsi formés est également plus petite, ce quitraduit la diminution de la température du pic.

CHAPITRE III : RESULTATS & DISCUSSION

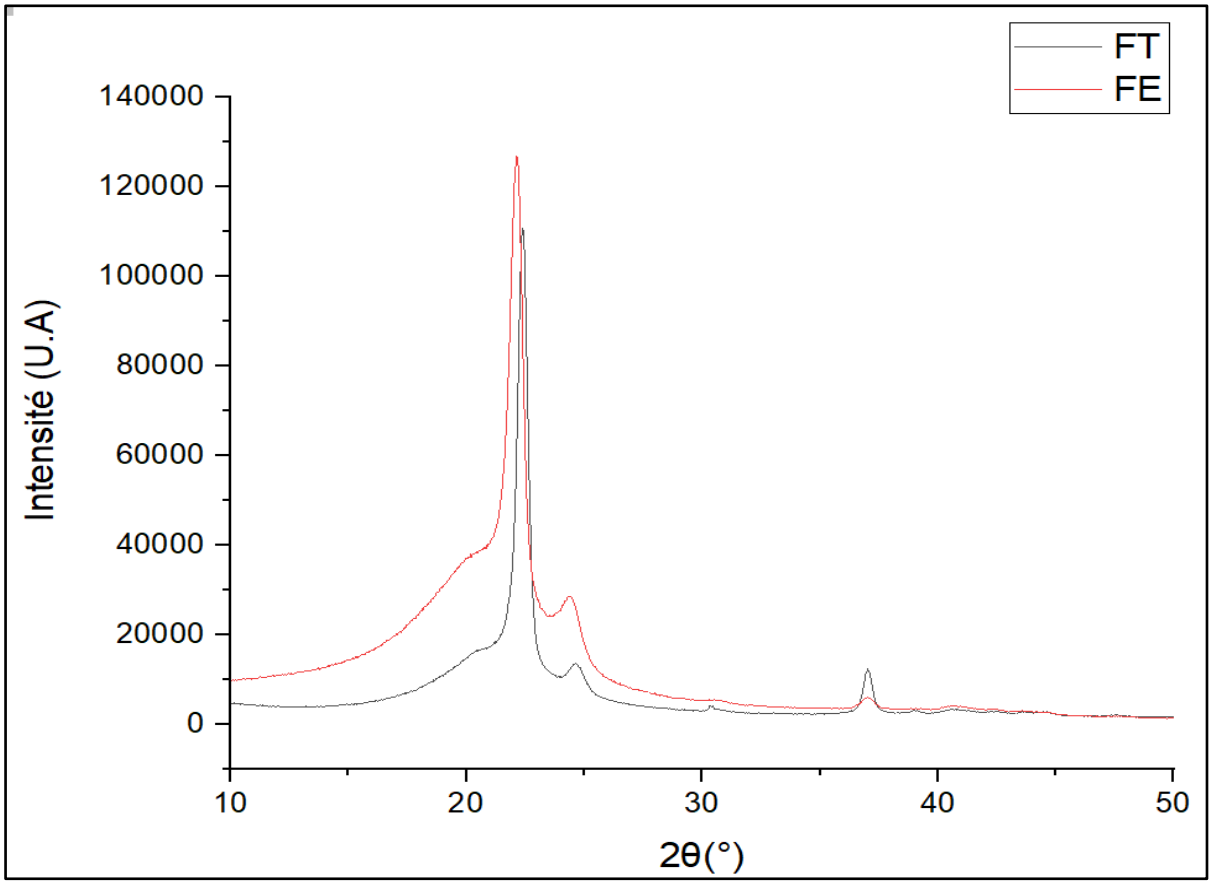


Figure 14. Diagrammes de DRX des deux films FT et FE

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

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

Avec :

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

On calcule d'abord la distance inter-réticulaire et les résultats obtenus sont résumés dans letableau ci-dessous (tableau 11) :

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

On constate sur les deux spectres, la présence des pics caractéristiques du FT et FE à 20,43°; 22,1°; 35,01°; correspondants aux plans ((110), (200), (020)) respectivement de la structure orthorhombique d'après la fiche ASTM n° (001-040-1995). Les paramètres de maille sont les suivants : a= 7,4550 A°, b= 4,9660 A°, c= 2,5890 A°

Les valeurs des distances inter-réticulaires calculées sont très proches de celles de la fiche

ASTM. On peut conclure que la maille élémentaire n'a pas été modifiée.La présence simultanée des zones cristallines et des zones amorphes dans un polymère, aune influence importante sur ses propriétés, notamment ses propriétés thermomécaniques.Il faut tout noter aussi que la valeur du taux de cristallinité est liée à la techniqueexpérimentale utilisée de diffraction de rayons X.

6. Conclusion

Ce chapitre a été consacré à discuter les différents résultats des différentes caractérisations qui ont été réalisées sur nos films élaborés afin d'extraire les facteurs qui peuvent influencer sur la qualité des films tri-couches de conditionnement, le film thermorétractable et le film étirable.

.

BIBLIOGRAPHIE

BIBLIOGRAPHIE

[1] Morris, B. A. (2016). The science and technology of flexible packaging: multilayer films from resin and process to end use. William Andrew.

[2] Morrison, R. T., & Boyd, R. N. (1976). Organic chemistry.[3]. Transparencies for organic chemistry. Allyn and Bacon.

[3] Selke, S. E., &Culter, J. D. (2016). Plastics packaging: properties, processing, applications, and regulations. Carl Hanser Verlag GmbH Co KG.

[4] Fox, J. J., & Martin, A. E. (1940). Investigations of infra-red spectra. Determination of CH frequencies (~ 3000 cm.-1) in paraffins and olefins, with some observations on "polythenes". Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences, 175(961), 208-233.

[5] Tschamler, H. (1954). Frequency Assignments for Normal Aliphatic Compounds: I. The Normal Paraffins in the Range 1450 cm—1 to 650 cm—1. The Journal of Chemical Physics, 22(11), 1845-1854.

[6] Wong, J. X., Gan, S. N., & Aishah, M. J. (2011). Chromium (III) based Ziegler-Natta catalysts for olefin polymerization. SainsMalaysiana, 40(7), 771-779.

[7] Khodkar, F., & Ebrahimi, N. G. (2011). Effect of irradiation on mechanical and structural properties of ethylene vinyl acetate copolymers hollow fibers. Journal of Applied Polymer Science, 119(4), 2085-2092.

[8] Stuart, B. H. (2004). Infrared spectroscopy: fundamentals and applications. John Wiley & Sons.

[9] Liu, Y., Shi, G., & Wu, G. (2020). Hydrogen bonding-induced anomalous dynamics of polyacrylates mixed with small molecules. Polymer, 201, 122627.

[10] Sultan, B. Å., & Sörvik, E. (1991). Thermal degradation of EVA and EBA—A comparison. II. Changes in unsaturation and side group structure. Journal of applied polymer science, 43(9), 1747-1759.

[11] Finar, I. L. (1973). Organic Chemistry Vol 1 6th ed. p.36.

[12] Sung, Y. T., Kum, C. K., Lee, H. S., Kim, J. S., Yoon, H. G., & Kim, W. N. (2005). Effects of crystallinity and crosslinking on the thermal and rheological properties of ethylene vinyl acetate copolymer. Polymer, 46(25), 11844-11848.

CONCLUSION GENERALE

CONCLUSION GENERALE

Ce travail de recherche a été consacré à répondre à la problématique qui est d'«étudier les propriétés des deux films : le film thermorétractable, et le film étirable, à base de polyéthylène basse densité, et faire comparer entre ces deux matériaux d'emballage, en matière de propriétés mécaniques, thermiques et structurales, et en choisissant le meilleur emballage qui donne de bons résultats de caractérisation ».

L'élaboration des différents échantillons a été réalisée par la mise en forme appropriée (extrusion gonflage), en détaillant toutes les étapes de cette mise en forme. De diverses analyses ont permis la caractérisation des films préparésà savoir : l'infrarouge à transformée de Fourier (IR-TF), les tests mécaniques (tests de rétraction, tests de traction et les tests de friction), et la diffractométrie des rayons X. On a commencé d'abord par essayé de régler les paramètres optimaux du procédés afin de pouvoir acquérir de bons élaborations, à savoir le taux de gonflage, le taux de tirage et la hauteur de la ligne de figeage.

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

Plus l'entrefer est large, plus l'étirage longitudinal est important pour produire une épaisseur de film donnée, pour un TG donné, dans notre cas, puisqu'on a utilisé une même machine avec un même entrefer, donc l'épaisseur voulue est gérée par le taux de tirage, on remarque pour le film thermorétractable un TT élevé que le film étirable, ce qui a conduit à une épaisseur moindre. Un large entrefer permet 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.

Au cours de l'extrusion-gonflage, le niveau d'orientation macromoléculaire présente un rôle plus ou moins important, elle est provoquée généralement par la contrainte induite par l'étirement du fondu par la rotation du pinceur, ce qui entraîne également une orientation dans le sens machine. L'orientation des chaînes dans le sens longitudinal est provoquée par la contrainte de cisaillement qui permet l'écoulement du fondu à travers de la filière, qui est

généralement négligeable par rapport à celle induite par l'étirement provoqué par les pinceurs.

La contrainte dite circonférentielle provoquée par le gonflage de la bulle, à la différence des deux précédentes contraintes entraîne une orientation des chaînes dans la direction transverse.

Concernant la hauteur de la ligne de figeage, la forme de la bulle juste avant le figeage influence la cinématique de l'étirement et ainsi l'orientation macromoléculaire qui sera figée. Cela est comparable à l'étirement simultané ou séquentiel en bi-étirage. Les chaînes de polymères ayant la capacité de relaxer les contraintes, l'orientation induite en sortie de filière peut être relaxée avant d'atteindre la ligne de figeage.

Il convient de considérer l'allure de la bulle et le taux de tirage par rapport au gonflage juste avant le figeage de la matière (c'est-à-dire au niveau de la FLH). Comme l'atteste la Figure 1, la géométrie de la bulle favorise plus ou moins l'orientation longitudinale ou transversale, la forme de la bulle nous montre que l'étirage dans le sens machine prédomine clairement avant la FLH, donc le film sera principalement orienté en SL, ce résultat est remarqué pour les deux matériaux fabriqués.

Pour ce qui est de la transformation en extrusion gonflage, les LDPE sont plus facile à transformer que les LLDPE mais engendrent des défauts de surface. En effet, les LLDPE seuls ne permettent pas l'obtention d'une bulle stable. C'est pourquoi ces deux matières sont généralement utilisées en mélange dans un contexte industriel.

D'après les résultats du test de rétraction, on a enregistré une valeur de rétraction de 65% dans le sens longitudinal qui est faiblement éloignée par rapport à la norme (70 à 80%). Par contre, la valeur transversale est nettement supérieure (42%) par rapport à la norme (20 à 30%) et cela veut dire que le linéaire donne au film qui est à base de PEbd une certaine élasticité donc diminuer le taux de cristallisation (adoucir la rétraction), ce qui engendre une facilité de mise en œuvre au niveau de la fardeleuse.

On remarque en faisant les tests de traction que les courbes ont un très faible allongement élastique, ce qui conduit à un matériau faiblement élastique, que ça soit dans le sens longitudinal ou dans le sens transversal.

La résilience est la capacité d'un matériau à absorber de l'énergie puis à revenir à ses dimensions d'origine. La résilience est une propriété largement trouvée dans les régions amorphes d'un polymère. L'augmentation de la cristallinité et de l'orientation a tendance à

diminuer la résilience. Et c'est ce qu'on a trouvé dans notre cas vue la formulation d'un film FT contient des polymères semi-cristallin donc sa résilience est faible. La réticulation (sauf si elle est trop importante) augmente la résilience en empêchant la déformation plastique et en renforçant ainsi la capacité du matériau à revenir à ses dimensions d'origine. La résilience est mesurée par l'aire sous la partie élastique de la courbe contrainte-déformation (jusqu'à la limite élastique). Puisque notre formulation ne contient pas de polymères réticulés, donc on peut comprendre la faible résilience de notre film.

On remarque un bon allongement 525% dans le sens longitudinal, alors que dans le sens transversal est un peu plus important, ces deux valeurs sont importantes d'un point de vue viscoélastique, qui décrit le comportement des deux films, Le comportement viscoélastique dépend fortement de la température à laquelle le test est effectué et de sa relation avec la Tg de l'échantillon, et cela dépend également du taux de déformation. En général, une déformation très rapide ne laisse pas le temps nécessaire au réarrangement moléculaire et conduit au comportement caractéristique d'un matériau plus fragile.

Concernant la spectroscopie infrarouge, 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. Mais les pics apparus ont montré bien les groupements fonctionnels de tous les polymères utilisés dans la formulation.

Et dans le but de déterminer la cristallinité et les valeurs des paramètres cristallographiques de nos échantillons, on a procédé à l'enregistrement des diagrammes de diffraction de rayon X sur nos échantillons. On remarque que les deux spectres des différents échantillons FT et FE sont presque confondues, mais le pic de spectre de FE est plus intense par rapport à FT. On remarque un large épaulement dans le cas du film FE par rapport au film FT avec un maximum à environ $2\theta = 20$ ° correspondant à la phase amorphe qui a été observé, cela peut être dû à la présence de l'EVA, donc aucune phase cristalline d'EVA n'a pu être détectée. Une explication potentielle du fait que la phase cristalline de l'EVA n'a pas pu être détectée par les rayons X, et l'imperfection cristalline considérable induite par la nature hautement ramifiée et repliée de l'EVA.

ANNEXES

Annexe A. L'extrusion

L'extrusion est l'une des techniques les plus utilisées pour la mise en œuvre des thermo-plastiques. Elle présente l'avantage d'être un procédé continu. [1]L'extrusion peut égalementpermettre la formation de produits semi-finis tels que des compounds à l'aide d'une extrudeusebi-vis équipée de profils adaptés au mélange. Une ligne d'extrusion désigne généralement unensemble vis-fourreau équipé d'une filière. La filière se place à l'extrémité du fourreau et permet de conformer la matière fondue. Le procédé d'extrusion consiste à plastifier, malaxer ettransporter la matière fondue le long du fourreau à l'aide de la vis sans fin en rotation, du pointd'alimentation (trémie) jusqu'à la filière (Figure 1).

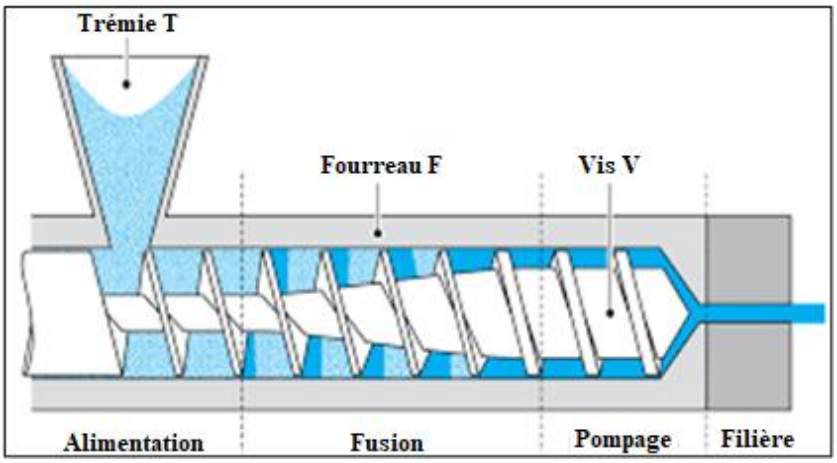


Figure 1. Schéma de principe d'une extrudeuse monovis

Une extrudeuse assure trois fonctions [2] :

- La fonction de convoyage, les granulés (ou la poudre) de polymère descendent de la trémie(zone d'alimentation) et sont compactés et convoyés via le principe de la vis d'Archimède.
- La fonction de plastification, les granulés de thermoplastiques, sont fondus par conduction au contact du fourreau chauffé. Progressivement la quantité de polymère fondu entre l'arrête du filet et le fourreau augmente, jusqu'à ce qu'il soit mis en pression le long du filet arrière. La poche de polymère liquide va ainsi forcer les grains de polymère solides le long du filet avant et du fourreau. Ainsi, le polymère solide va fondre et le processus va se répéter. La fusion du polymère est possible par conduction thermique mais également grâce à la dissipation de l'énergie de cisaillement.
- La fonction de pompage, par l'évolution du diamètre de la vis qui augmente entre la zone d'alimentation et la zone terminale, qui permet de mettre le polymère liquide en

pression et d'obtenir un débit régulier dans la filière. Cette caractéristique est définie par le taux de compression de la vis.

Annexe B. La morphologie cristalline des polymères semicristallins

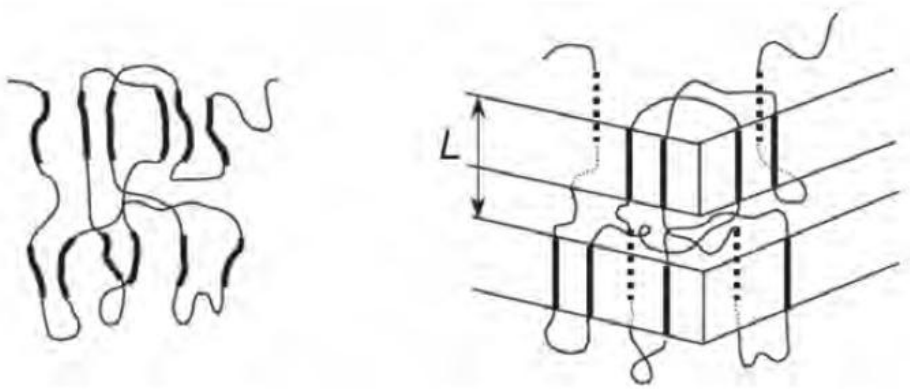


Figure 2. Représentation des lamelles cristallines formées par repliement régulier deschaînes

Avant de décrire les processus de déformation d'un polymère semi-cristallin, il est intéressantde faire quelques rappels sur la morphologie cristalline des thermoplastiques et plus particulièrementdu PE lorsqu'il est transformé par extrusion-gonflage. Un cristal est une structureordonnée tridimensionnelle. Malgré la grande longueur des chaînes macromoléculaires, selonleurs arrangements, elles peuvent localement présenter un ordre à courtes distances et ainsicristalliser, c'est-à-dire s'assembler de manière régulière et compacte. Généralement, les polymèrescristallisent par repliement de chaînes ce qui mène à la formation de lamelles cristallines(Figure 2).

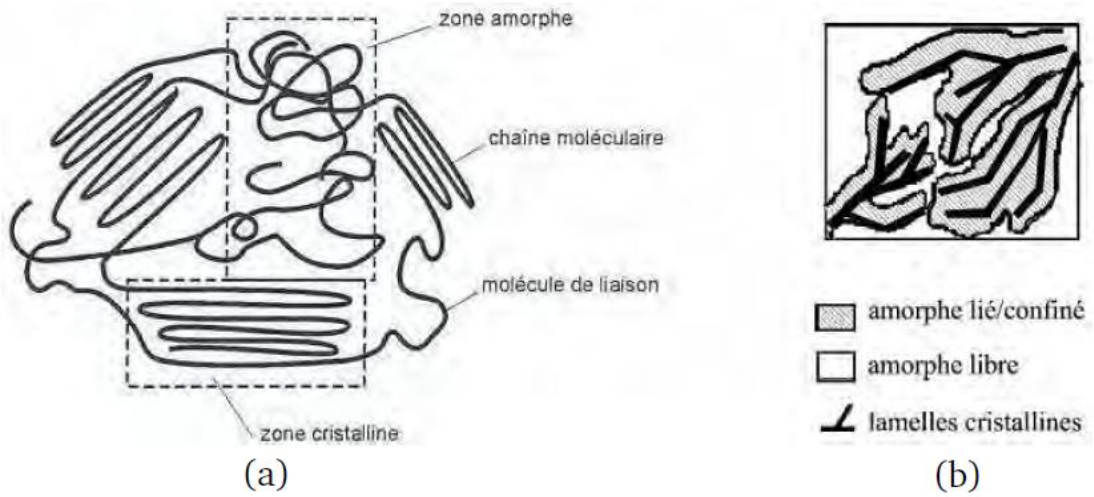


Figure 3. Representation schematique (a) des phases amorphe et cristalline et des molécules liens (b) de la phase amorphe interlamellaire (liée) et de la phase amorphe libre

Au sein des polymères semi-cristallins, la phase amorphe peut se trouver sous deux formes :la phase amorphe libre et la phase amorphe interlamellaire. Cette dernière est composée d'unepartie de macromolécules libres et enchevêtrées les unes avec les autres, mais également dechaînes liées aux cristallites (Figure 3). On parle de molécules liens (tie molecules en anglais).

Les conformations au sein des polymèresamorphes caoutchoutiques et leur évolution

En ce qui concerne la déformation d'un polymère amorphe, aucun seuil d'écoulement n'estobservé si la température est suffisante pour qu'il se trouve dans un état caoutchoutique (T >Tg). Alors les chaînes, initialement sous forme de pelotes statistiques se déplient progressivementdans la direction de traction. La déformation est progressive, homogène et réversible. Lacontrainte augmente régulièrement avec la déformation mais pas linéairement (Figure 5). Ily a des phénomènes de dissipation d'énergie élastique. Lorsque les conformations macromoléculairesévoluent d'un état statistiquement plié à un état plus orienté, la transition d'un étatde repos à un nouvel état permet aux chaînes de stocker de l'énergie qu'il est ensuite possiblede restituer. Les chaînes amorphes s'orientent progressivement dans la direction de l'étirement,cette orientation macromoléculaire génère des forces de rappel entropiques. Cetteforce augmente au fur et à mesure de la déformation jusqu'à atteindre la limite d'extensibilitédes chaînes, ce qui conduit à la rupture des chaînes ou à leur désenchevêtrement.

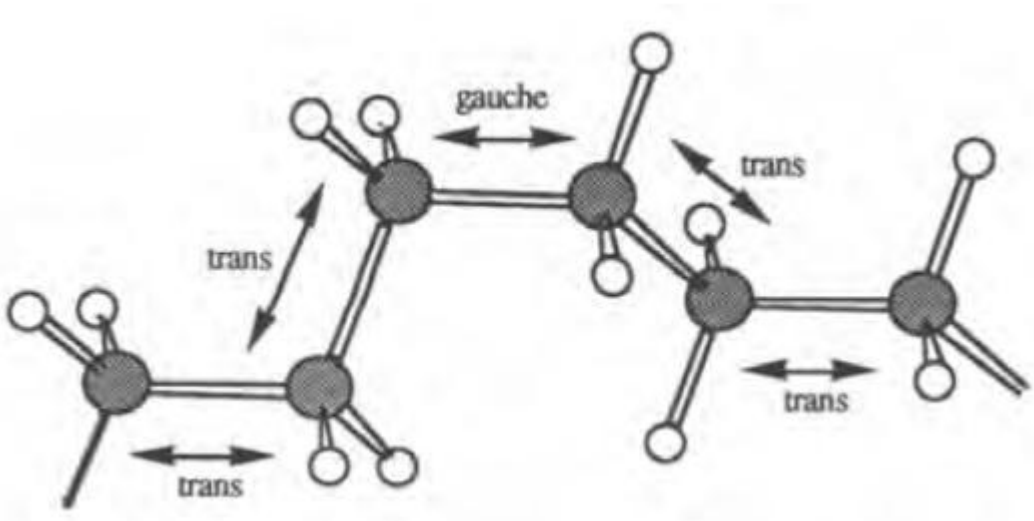


Figure 4. Représentation schématique des conformations locales gauche et trans permettantla conformation en pelote statistique du PE

Annexe C. Exigences techniques d'un film tri-couche thermorétractable

SOEXPLAST SPA MEDEA

Société d'extrusion et d'impression
Tous films et gaines de plastique en PEBD

FILM THERMORETRACTABLE
AVEC IMPRESSION



Matière Première :

Le film de suremballage thermo rétractable est fabriqué à base de PEBD radicalaire dont le grade (MFI) est en fonction de la résistance désirée, Celui-ci présente une excellente résistance à la déchirure et aux chocs.

Ces films de protection préservent votre matériel et garantissent son arrivée sans dégât.



Le film de fardeleuse est un film thermo rétractable imprimé à l'intérieur de la bobine, c'est une impression CELO-EMAIL, Ce film de protection préserve vos produits et garantisse son arrivée sans dégât.

Propriétés :

Le film de suremballage thermo rétractable est tenu de satisfaire aux Certains nombres des critères :

- Bonne rétractabilité du film (retrait longitudinale et transversale selon les normes).
- Contraintes au seuil d'élasticités selon les normes.
- Résistance à la rupture.
- Résistance au déchirement.
- Aspect : brillant et transparent.

Spécifications Techniques :

- Laize :..... **selon la demande**
- Epaisseur :..... **40 µm à 120 µm(jusqu'à 180 µm)**
- Diamètre mandrin :..... **76 mm**
- Poids bobine :..... **25 à 30 Kg**
- Diamètre bobine :..... **300 mm**

DOMAINES D'APPLICATION

Emballage, regroupement, stabilisation des charges, protection, confinement,
Le film thermo rétractable constitue l'indispensable pour tout professionnel.
Présenté sous forme de films, gaines ou housses, le thermo rétractable s'applique à toutes les formes.

Le thermo rétractable,
Un film d'emballage, de protection et de confinement
pour toutes les mises en scène que vous imaginerez

SOEXPLAST Epe / Spa
BP n° 128 Draa – Smar Médéa
Tel : 025.79.67.52 Fax : 025.79.67.98
E. Mail : soexplast @ yahoo.fr
Web : www. soexplast.com

Annexe D. Exigences techniques d'un film tri-couche étirable

SOEXPLAST SPA MEDEA

Société d'extrusion et d'impression
Tous films et gaines de plastique en PEBD

FILM ETIRABLE



1. *Matière première* :

Le film étirable est fabriqué à partir d'un mélange de deux polymères de Base Polyéthylène Basse Densité de type linéaire (LLDPE) ,radicalaire (PEBD) et P.I.B.

2. *Application* :

Ce film constitue la deuxième grande famille dont la vocation est l'emballage de stockage et de transport des produits sur palette.



Propriétés :

Le film étirable est tenu de satisfaire un certain nombre de critères :

- Résistance à la rupture en traction.
- Allongement à la rupture.
- Souplesse et brillance du film.
- Grande capacité d'étirement.

3. *Spécifications Techniques* :

- Largeur :.....500 mm (selon la demande du client)
- Epaisseur :.....25 microns (selon la demande du client)
- Diamètre intérieur mandrin :.....76/80 mm
- Diamètre extérieur bobine :.....200 mm : Max
- Poids bobine :.....15 à 20 kg
- Les dimensions varient selon que le film est utilisé manuellement ou sur banderoleuse.

4. *propriétés physiques* :

- Allongement à la rupture en longitudinale :.....600%.
- Allongement à la rupture transversale :.....905%.
- Résistance à la rupture longitudinale :.....23.8 Mpa.
- Résistance à la rupture transversale :.....33.8 Mpa.
- Module d'élasticité longitudinale :.....21 Mpa.
- Module d'élasticité transversale :.....31Mpa.
- Grade du PEBD :.....0.7g /10 mm.

SOEXPLAST Epe / Spa
BP n° 128 Draa – Smar Médéa
Tel : 025.79.67.52 Fax : 025.79.67.98
E. Mail : soexplast @ yahoo.fr
Web : www. soexplast.com

Annexe E. Exigences techniques d'un MARPOL EVA 1802

Universal Selector™ by SpecialChem

View online product page

MARPOL® EVA 1802

Technical DataSheet | Supplied by Marco Polo International

MARPOL® EVA 1802 by Marco Polo International is an ethylene vinyl acetate (EVA) grade. MARPOL® EVA 1802 is insoluble in water.

Product Type	Ethylene Copolymer (Functionalized PE) > EVA
Physical Form	Solid
Appearance	Translucent to white
Product Status	COMMERCIAL

MARPOL® EVA 1802 Properties

Physical	Value & Unit	Test Condition	Test Method
Melt Mass-Flow Rate (MFR or MFI = Melt Flow Index or MI = Melt Index)	2.0 g/10min		ASTM D1238
Vinyl acetate Content	18 %		

Thermal	Value & Unit	Test Condition	Test Method
Vicat Softening Temperature	65 °C		ASTM D1525
Brittleness Temperature	< -76 °C		ASTM D746

Mechanical	Value & Unit	Test Condition	Test Method
Tensile Strength	679 psi	At Break, MD	ASTM D882

Universal Selector ™ by SpecialChem

View online product page

Tensile Strength	5940 psi	at Yield, MD	ASTM D882
Tensile Strength	624 psi	At Break, TD	ASTM D882
Tensile Strength	4390 psi	At Yield, TD	ASTM D882
Tensile Elongation	410 %	at Yield, MD	ASTM D882
Tensile Elongation	563 %	at Yield, TD	ASTM D882
Tensile Elongation	9 %	At Break, MD, TD	ASTM D882
Hardness, Shore	91	Shore A	ASTM D2240
Impact Strength, Dart Drop	606 g	F	ASTM D1709

Flammability	Value & Unit	Test Condition	Test Method
Auto-ignition Temperature	343 °C		

Annexe F. Exigences techniques d'un DOW LDPE 310E

Universal Selector™ by SpecialChem

View online product page

Tensile Strength	5940 psi	at Yield, MD	ASTM D882
Tensile Strength	624 psi	At Break, TD	ASTM D882
Tensile Strength	4390 psi	At Yield, TD	ASTM D882
Tensile Elongation	410 %	at Yield, MD	ASTM D882
Tensile Elongation	563 %	at Yield, TD	ASTM D882
Tensile Elongation	9 %	At Break, MD, TD	ASTM D882
Hardness, Shore	91	Shore A	ASTM D2240
Impact Strength, Dart Drop	606 g	F	ASTM D1709

Flammability	Value & Unit	Test Condition	Test Method
Auto-ignition Temperature	343 °C		

Optical	Nominal Value (English)	Nominal Value (SI)	Test Method
Haze (1.97 mil (50.0 µm), Blown Film)	9.20 %	9.20 %	ASTM D1003

Extrusion	Nominal Value (English)	Nominal Value (SI)
Melt Temperature	320 to 383 °F	160 to 195 °C

Extrusion Notes

Fabrication Conditions For Blown Film:

- Screw Type: Universal
- Output: 25 kg/hr
- Die Diameter: 150 mm.
- Blow-Up Ratio: 2.5
- Screw Speed: 77 rpm

Notes

These are typical properties only and are not to be construed as specifications. Users should confirm results by their own tests.

[1] Method B

Annexe G. Exigences techniques d'un EFDC-7087

SONGHAN
Plastic Technology Co., Ltd.

www.lookpolymers.com email : sales@lookpolymers.com

Equate EFDC-7087 LLDPE Film Extrusion Resin

Category : Polymer , Film , Thermoplastic , Polyethylene (PE) , LLDPE , Linear Low Density Polyethylene (LLDPE), Film Grade

Material Notes:

EFDC-7087 is a linear low-density polyethylene resin for tubular blown film extrusion. Films made from EFDC-7087 have good toughness, high tensile strength and outstanding puncture resistance. EFDC-7087 contains high levels of slip and antiblocking agent. The product offers excellent draw down capability for thinner gauge film production. The films have good seal-ability and machinability for easy conversion on high-speed machinesApplications: EFDC-7087 is recommended for the manufacture of thin gauge liner films, garment bags and other industrial and consumer packaging applications requiring toughness and puncture resistanceInformation provided by Equate

Order this product through the following link:
http://www.lookpolymers.com/polymer_Equate-EFDC-7087-LLDPE-Film-Extrusion-Resin.php

Physical Properties	Metric	English	Comments
Bulk Density	0.530 g/cc	0.0191 lb/in³	ASTM D1895
Density	0.918 g/cc	0.0332 lb/in³	ASTM D792
Thickness	25.0 microns	0.984 mil	As Tested
Melt Flow	1.0 g/10 min @Load 2.16 kg	1.0 g/10 min @Load 4.76 lb	ASTM D1238

Mechanical Properties	Metric	English	Comments
Elmendorf Tear Strength, MD	35.0 g/micron @Thickness 0.0250 mm	889 g/mil @Thickness 0.000984 in	ASTM D1922
Elmendorf Tear Strength, TD	135 g/micron @Thickness 0.0250 mm	3430 g/mil @Thickness 0.000984 in	ASTM D1922
Dart Drop	4.20 g/micron @Thickness 0.0250 mm	107 g/mil @Thickness 0.000984 in	ASTM D1709 A
Dart Drop Test	105 g	0.232 lb	F50; ASTM D1709 A
Film Tensile Strength at Break, MD	34.0 MPa @Thickness 0.0250 mm	4930 psi @Thickness 0.000984 in	ASTM D882
Film Tensile Strength at Break, TD	26.0 MPa @Thickness 0.0250 mm	3770 psi @Thickness 0.000984 in	ASTM D882
	193 MPa	28000 psi	

1/3

SONGHAN
Plastic Technology Co., Ltd.

www.lookpolymers.com email : sales@lookpolymers.com

Mechanical Properties	Metric	English	Comments
	@Thickness 0.0250 mm	@Thickness 0.000984 in	
1% Secant Modulus, TD	221 MPa @Thickness 0.0250 mm	32100 psi @Thickness 0.000984 in	ASTM D882

Thermal Properties	Metric	English	Comments
Melting Point	124 °C	255 °F	Equate Test Method

Optical Properties	Metric	English	Comments
Haze	14 %	14 %	ASTM D1003
Gloss	55 %	55 %	45°; ASTM D2457

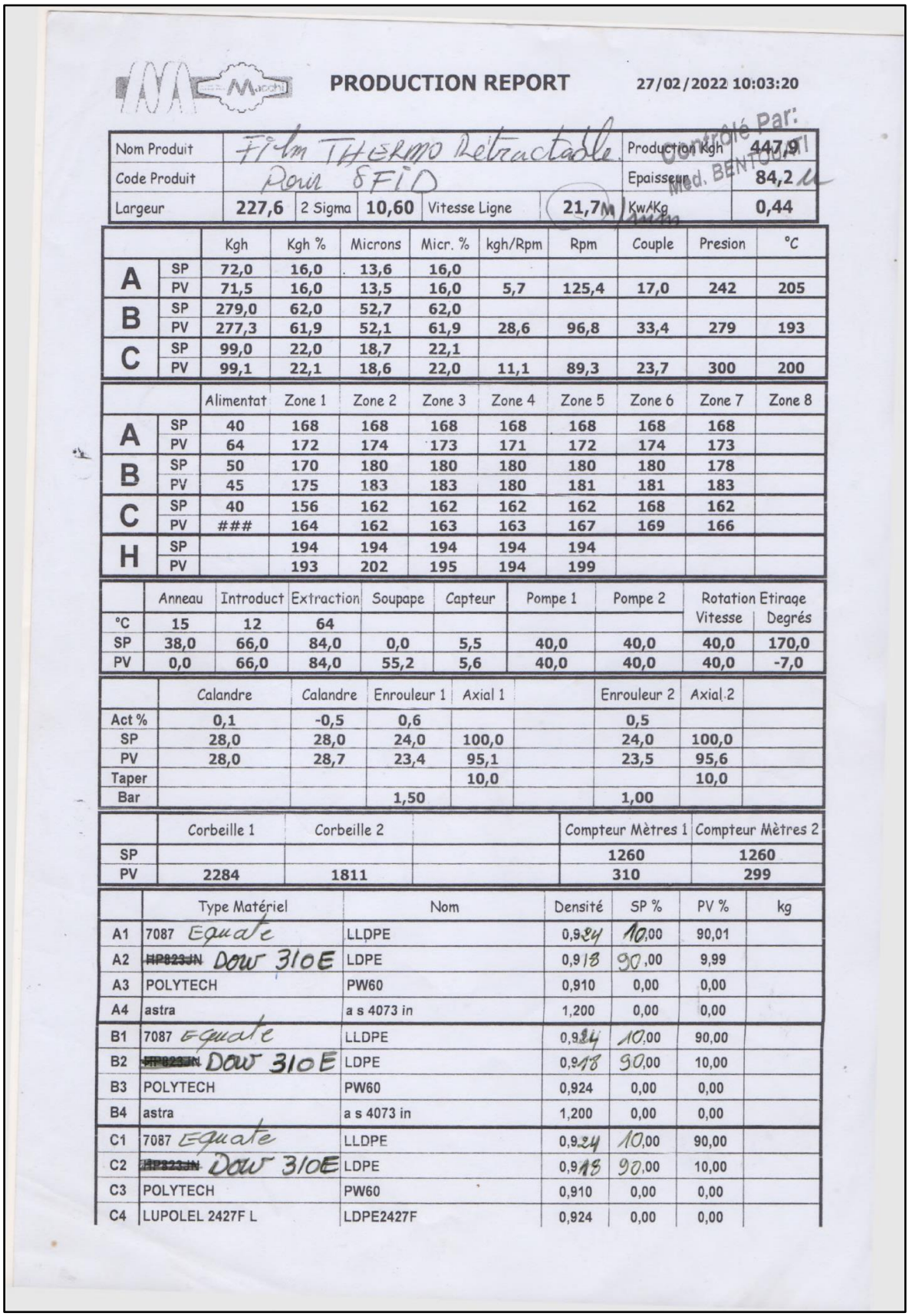
Processing Properties	Metric	English	Comments
Zone 1	175 °C	347 °F	
Zone 2	185 °C	365 °F	
Zone 3	190 °C	374 °F	
Zone 4	185 °C	365 °F	
Adapter Temperature	185 °C	365 °F	
Die Temperature	185 °C	365 °F	
Head Temperature	185 °C	365 °F	
Die Opening	>= 0.180 cm	>= 0.0709 in	
Blow-up Ratio (BUR)	2.0	2.0	2:1 As Tested

Descriptive Properties	Value	Comments
Puncture Energy	70 J/mm	Equate Test Method

Contact Songhan Plastic Technology Co.,Ltd.

Website : www.lookpolymers.com
Email : sales@lookpolymers.com
Tel : +86 021-51131842
Mobile : +86 13061808058
Skype : lookpolymers

Annexe H. Fiche de production film thermorétractable



PRODUCTION REPORT 27/02/2022 10:03:20

Contrôlé Par: Med. BENTOUATI

Nom Produit	Film THERMO Retractable					Production Kgh	447,9
Code Produit	Pour SFID					Epaisseur	84,2 µ
Largeur	227,6	2 Sigma	10,60	Vitesse Ligne	21,7M	Kw/Kg	0,44

		Kgh	Kgh %	Microns	Micr. %	kgh/Rpm	Rpm	Couple	Presion	°C
A	SP	72,0	16,0	13,6	16,0					
	PV	71,5	16,0	13,5	16,0	5,7	125,4	17,0	242	205
B	SP	279,0	62,0	52,7	62,0					
	PV	277,3	61,9	52,1	61,9	28,6	96,8	33,4	279	193
C	SP	99,0	22,0	18,7	22,1					
	PV	99,1	22,1	18,6	22,0	11,1	89,3	23,7	300	200

		Alimentat	Zone 1	Zone 2	Zone 3	Zone 4	Zone 5	Zone 6	Zone 7	Zone 8
A	SP	40	168	168	168	168	168	168	168	
	PV	64	172	174	173	171	172	174	173	
B	SP	50	170	180	180	180	180	180	178	
	PV	45	175	183	183	180	181	181	183	
C	SP	40	156	162	162	162	162	168	162	
	PV	###	164	162	163	163	167	169	166	
H	SP		194	194	194	194	194			
	PV		193	202	195	194	199			

	Anneau	Introduct	Extraction	Soupape	Capteur	Pompe 1	Pompe 2	Rotation Etirage Vitesse	Rotation Etirage Degrés
°C	15	12	64						
SP	38,0	66,0	84,0	0,0	5,5	40,0	40,0	40,0	170,0
PV	0,0	66,0	84,0	55,2	5,6	40,0	40,0	40,0	-7,0

	Calandre	Calandre	Enrouleur 1	Axial 1		Enrouleur 2	Axial 2	
Act %	0,1	-0,5	0,6			0,5		
SP	28,0	28,0	24,0	100,0		24,0	100,0	
PV	28,0	28,7	23,4	95,1		23,5	95,6	
Taper				10,0			10,0	
Bar			1,50			1,00		

	Corbeille 1	Corbeille 2		Compteur Mètres 1	Compteur Mètres 2
SP				1260	1260
PV	2284	1811		310	299

	Type Matériel	Nom	Densité	SP %	PV %	kg
A1	7087 Equate	LLDPE	0,924	10,00	90,01	
A2	~~HP823JN~~ DOW 310E	LDPE	0,918	90,00	9,99	
A3	POLYTECH	PW60	0,910	0,00	0,00	
A4	astra	a s 4073 in	1,200	0,00	0,00	
B1	7087 Equate	LLDPE	0,924	10,00	90,00	
B2	~~HP823JN~~ DOW 310E	LDPE	0,918	90,00	10,00	
B3	POLYTECH	PW60	0,924	0,00	0,00	
B4	astra	a s 4073 in	1,200	0,00	0,00	
C1	7087 Equate	LLDPE	0,924	10,00	90,00	
C2	~~HP823JN~~ DOW 310E	LDPE	0,918	90,00	10,00	
C3	POLYTECH	PW60	0,910	0,00	0,00	
C4	LUPOLEL 2427F L	LDPE2427F	0,924	0,00	0,00	

Annexe I. Fiche de production film étirable

SOEXPLAST SPA MEDEA

Société d'extrusion et d'impression

Tous films et gaines de plastique en PEBD

TEL : 025.79.67.52 FAX : 025.79.67.98

E.MAIL : SOEXPLAST@YAHOO.FR SITE.WEB : WWW.SOEXPLAST.DZ

HOUSSE ETIRABLE

ECHANTILLON A2

MATIERE PREMIERE : LLDPE/EVA

EXXOMOBIL 6026.ML

A : 95% LLDPE+5%LDPE

B : 68% LLDPE +32% EVA

C : 95% LLDPE +5%LDPE

Marpol EVA 1802 B 32%

CARACTERISTIQUE TECHNIQUE :

- Laize:..... 1200 mm
- Soufflet :..... (2 x 250) mm
- Epaisseur:..... 100 ± 5µ
- Poids:..... 130 kgs
- Couleur :..... transparent.

Annexe J. Norme internationale ISO 527-3

NORME INTERNATIONALE © ISO ISO 527-3:1995(F)

Plastiques — Détermination des propriétés en traction —

Partie 3:
Conditions d'essai pour films et feuilles

1 Domaine d'application

1.1 La présente partie de l'ISO 527 prescrit des conditions pour la détermination des propriétés en traction des films ou feuilles de moins de 1 mm d'épaisseur, basée sur les principes généraux établis dans l'ISO 527-1.

NOTE 1 Pour les feuilles ou les plaques de plus de 1 mm d'épaisseur, il convient de se reporter à l'ISO 527-2.

1.2 Voir ISO 527-1, paragraphe 1.2.

1.3 La présente partie de l'ISO 527 ne convient pas normalement pour la détermination des propriétés en traction

a) des matériaux cellulaires;

b) des plastique renforcés par des fibres textiles.

1.4 Voir ISO 527-1, paragraphe 1.5.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de l'ISO 527. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente partie de l'ISO 527 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 527-1:1993, *Plastiques — Détermination des propriétés en traction — Partie 1: Principes généraux.*

ISO 4591:1992, *Plastiques — Film et feuille — Détermination de l'épaisseur moyenne d'un échantillon et de l'épaisseur moyenne d'un rouleau, ainsi que de sa surface par unité de masse, par mesures gravimétriques (épaisseur gravimétrique).*

ISO 4593:1993, *Plastiques — Film et feuille — Détermination de l'épaisseur par examen mécanique.*

3 Principe

Voir ISO 527-1, article 3.

4 Définitions

Voir ISO 527-1, article 4.

5 Appareillage

Voir ISO 527-1, article 5, en ajoutant les compléments suivants:

7.Oct. 2002 12:17 PROCHIMIR
PROCHIMIR 7.Oct. 2002 12:17
N°.2165 P. 6/17

En 5.1.2, le dynamomètre doit être capable d'assurer les vitesses d'essai prescrites dans le tableau 1 de l'ISO 527-1. Il est normal d'essayer les films et les feuilles à une vitesse de 5 mm/min, 50 mm/min, 100 mm/min, 200 mm/min, 300 mm/min ou 500 mm/min. L'information du paragraphe 9.6 de l'ISO 527-1 est également applicable.

En 5.1.5, lorsque des films ou des feuilles sont essayés, le poids de l'extensomètre ne doit pas être supporté par l'éprouvette.

En 5.2, des dispositifs conformes aux exigences de l'ISO 4593 doivent être utilisés pour le mesurage de l'épaisseur, sauf dans le cas des films très minces (moins de 0,01 mm d'épaisseur) ou des films grainés, dont l'épaisseur doit alors être déterminée conformément à l'ISO 4591. Dans ce dernier cas, l'épaisseur moyenne de l'échantillon doit être prise pour épaisseur de l'éprouvette.

6 Éprouvettes

6.1 Forme et dimensions

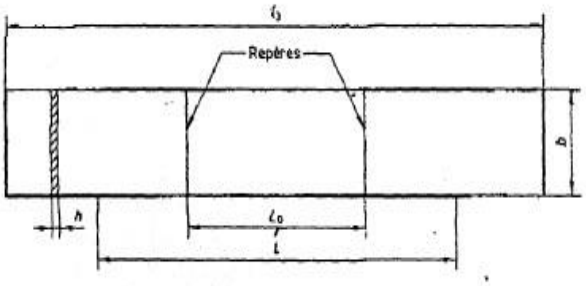
6.1.1 La forme d'éprouvette recommandée pour la détermination des propriétés en traction par cette méthode est une bande de 10 mm à 25 mm de largeur et d'au moins 150 mm de longueur (éprouvette de type 2 — voir figure 1), avec deux repères parallèles, à 50 mm l'un de l'autre, dans la partie centrale de l'éprouvette.

Le matériau de certains types de films a un très grand allongement à la rupture qui peut dépasser la capacité d'étirage du dynamomètre. Dans ce cas, la réduction de la distance initiale entre mâchoires à 50 mm est autorisée.

6.1.2 *Lorsque la spécification du matériau en essai* l'exige, ou pour les essais de contrôle, les éprouvettes haltères de types 5, 1B et 4, de forme et dimensions données aux figures 2, 3 et 4, peuvent être utilisées. Ces éprouvettes sont commodes à préparer et permettent les essais rapides de contrôle de qualité.

L'éprouvette de type 5 (voir figure 2) est recommandée pour les feuilles et les films à très haute contrainte à la rupture. L'éprouvette de type 5 est recommandée pour les autres feuilles thermoplastiques souples.

L'éprouvette de type 1B (voir figure 3) est recommandée pour les feuilles rigides.

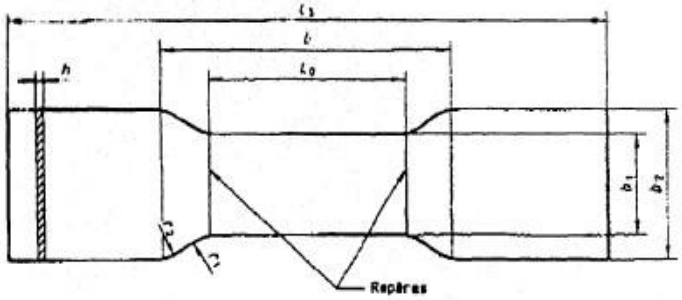


b Largeur: 10 mm à 25 mm
h Épaisseur: ⩽ 1 mm
L_0 Distance entre repères: 50 mm ± 0,5 mm
L Distance initiale entre mâchoires: 100 mm ± 5 mm
l_3 Longueur totale: ⩾ 150 mm

Figure 1 — Éprouvette de type 2

7.Oct. 2002 12:17 PROCHIMIR N°.2165 P. 7/17

© ISO



b_1 Largeur de la partie étroite: 25,4 mm ± 0,1 mm
b_2 Largeur des extrémités: 38 mm
h Épaisseur: ⩽ 1 mm
L_0 Distance entre repères: 50 mm ± 0,5 mm
L Distance initiale entre mâchoires: 73,4 mm
l_3 Longueur totale: 152 mm
r_1 Petit rayon: 22 mm
r_2 Grand rayon: 25,4 mm

Figure 4 — Éprouvette de type 4

6.2 Préparation des éprouvettes

6.2.1 Les éprouvettes décrites en 6.1.1 doivent être découpées ou estampées de sorte que les bords soient lisses et sans entailles; un examen avec une loupe de faible grossissement est recommandé pour vérifier l'absence d'entailles. Des lames de rasoir, des coupe-papier, des scalpels ou tout autre dispositif capable de découper les éprouvettes à la largeur convenable et de fournir des bords droits, propres, parallèles, sans imperfections visibles doivent être utilisés. Les filets de découpe doivent être régulièrement affûtés et une contrepartie adaptée doit être utilisée pour assurer une coupe nette des bords.

6.2.2 Les éprouvettes décrites en 6.1.2 doivent être réalisées par estampage en utilisant pour la contrepartie un matériau assurant une coupe nette des bords. Les filets de découpe doivent être régulièrement affûtés et les éprouvettes doivent être examinées avec une loupe à faible grossissement pour s'assurer de l'absence d'entailles. Rejeter toute éprouvette présentant des imperfections évidentes sur les bords découpés.

6.3 Repères

Voir ISO 527-1, paragraphe 6.3.

Le dispositif utilisé pour marquer les repères doit être constitué par deux lames parallèles adoucies par polissage, de 0,05 mm à 0,10 mm d'épaisseur sur leur fil et biseauté sous un angle maximal de 15°. Un tampon encreur peut également être utilisé pour appliquer de l'encre sur la surface des repères, avant ou après les avoir marqués à l'aide du dispositif, avec une encre d'une couleur contrastante adaptée et qui est sans effet nuisible sur le film soumis à l'essai.

6.4 Vérification des éprouvettes

Rejeter toute éprouvette présentant des imperfections évidentes sur les bords découpés.

6.5 Anisotropie

Le matériau de certains types de films peut avoir des propriétés qui varient selon la direction dans le plan du film (anisotropie). Dans ce cas, il est essentiel de préparer deux groupes d'éprouvettes avec leurs

7.Oct. 2002 12:18 PROCHIMIR N°.2165 P. 9/17

grande axes respectivement parallèles et perpendiculaires à la direction d'orientation du film.

7 Nombre d'éprouvettes

Voir ISO 527-1, article 7.

8 Conditionnement

Voir ISO 527-1, article 8.

9 Mode opératoire

Voir ISO 527-1, article 9.

10 Calcul et expression des résultats

Voir ISO 527-1, article 10, à l'exception des paragraphes 10.3 «Calcul du module» et 10.4 «Coefficient de Poisson, μ».

11 Fidélité

La fidélité de cette méthode d'essai n'est pas connue car des données interlaboratoires ne sont pas disponibles. Dès que des données interlaboratoires auront été obtenues, une déclaration de fidélité sera ajoutée lors d'une prochaine révision.

12 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

a) la référence à la présente partie de l'ISO 527, en incluant le type d'éprouvette et la vitesse d'essai écrite sous la forme suivante:

Essai de traction ISO 527-3/1B/5

Type d'éprouvette

Vitesse d'essai, en millimètres par minute

b) à q) voir ISO 527-1, article 12, b) à q).

7.Oct. 2002 12:18 PROCHIMIR
7.Oct. 2002 12:18 PROCHIMIR N°.2165 P. 10/17

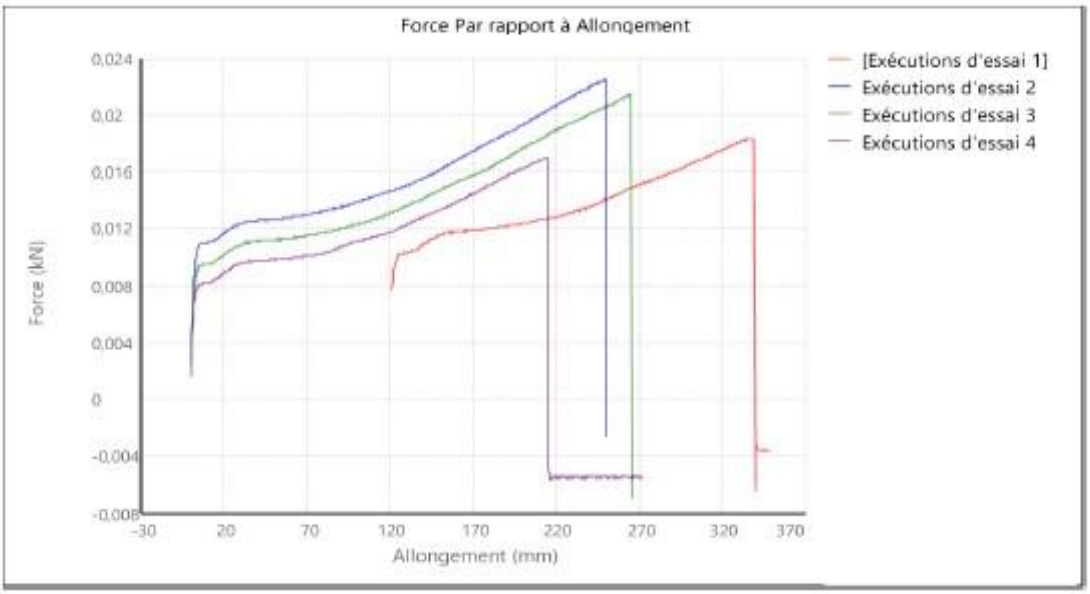
Annexe k. Test de traction longitudinal film thermorétractable

بلاستيك و مطاط
ENPC

Rapport d'essai par défaut — **caracteristique mecanique**

Nom du projet	**FILM THERMORETRACTABEL**
Nom d'utilisateur	**KERROUCHE /H**
Nom de l'essai	**MACCHI**
Date d'essai	**28/04/2022 11:15:54**

Graphique de toutes les séquences d'essai — **LONGITIDUNAL**



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 1	13,000	75,000	18,341	18,81	4,049	663,682
Exécutions d'essai 2	13,000	75,000	22,464	23,04	215,021	491,142
Exécutions d'essai 3	13,000	75,000	21,364	21,91	184,047	520,324
Exécutions d'essai 4	13,000	75,000	16,963	17,40	207,799	421,285
Moyenne	13,000	75,000	19,783	20,29	152,729	524,108
Écart type	0,000	0,000	2,564	2,63	99,999	101,906

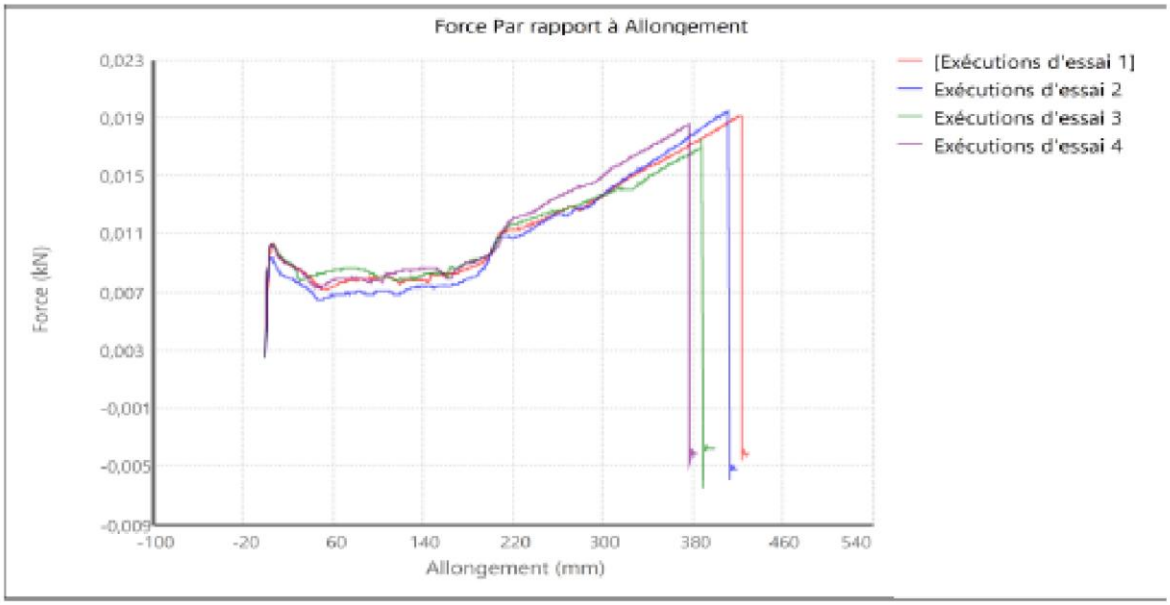
Annexe L. Test de traction transversal du film thermorétractable

بلاستيك و مطاط
ENPC

Rapport d'essai par défaut — **caracteristique mecanique**

Nom du projet	**FILM THERMORETRACTABEL**
Nom d'utilisateur	**KERROUCHE /H**
Nom de l'essai	**MACCHI**
Date d'essai	**28/04/2022 11:41:48**

Graphique de toutes les séquences d'essai — **TRANSVERSAL**



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 1	13,000	75,000	19,134	19,62	152,963	832,208
Exécutions d'essai 2	13,000	75,000	19,451	19,95	223,321	810,663
Exécutions d'essai 3	13,000	75,000	16,897	17,33	243,820	765,653
Exécutions d'essai 4	13,000	75,000	18,605	19,08	245,237	743,675
Moyenne	13,000	75,000	18,522	19,00	216,335	788,050
Écart type	0.000	0.000	1.138	1.17	43.419	40.547

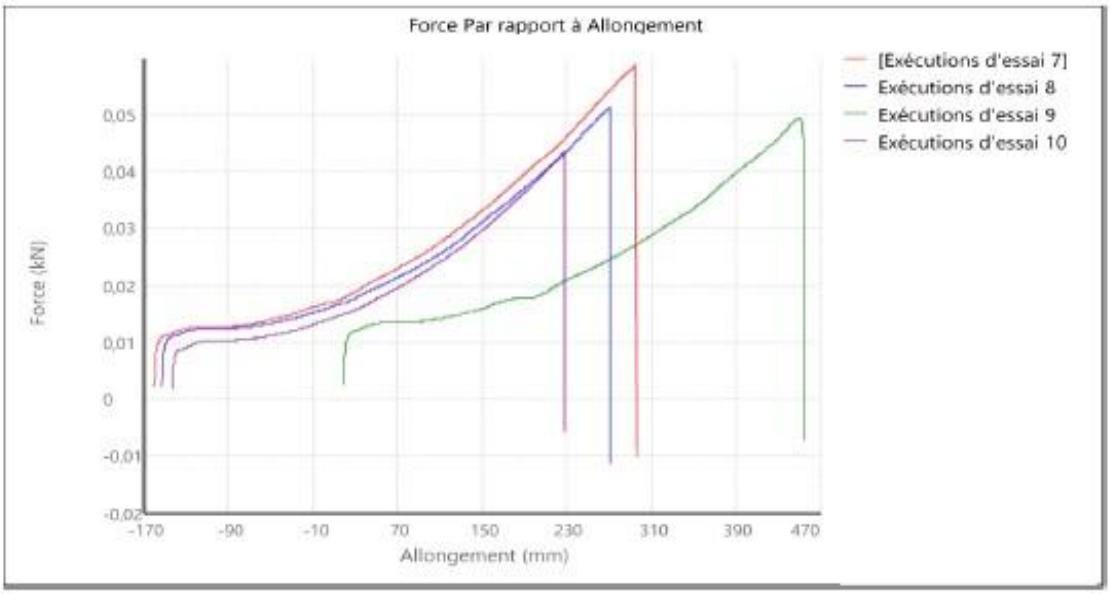
Annexe M. Test de traction longitudinal du film étirable

بلاستيك و مطاط
ENPC

Rapport d'essai par défaut — **caracteristique mecanique**

Nom du projet	**GAINE ITIRABELE**
Nom d'utilisateur	**KERROUCHE /H**
Nom de l'essai	**MACCHI**
Date d'essai	**28/04/2022 12:02:05**

Graphique de toutes les séquences d'essai — **LONGITUDINAL**



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 7	13,000	160,000	58,722	28,23	4,889	581,153
Exécutions d'essai 8	13,000	160,000	51,283	24,66	4,627	533,826
Exécutions d'essai 9	13,000	160,000	49,431	23,76	9,790	884,961
Exécutions d'essai 10	13,000	160,000	43,619	20,97	4,647	450,000
Moyenne	13,000	160,000	50,764	24,41	5,988	612,485
Écart type	0,000	0,000	6,230	3,00	2,537	189,572

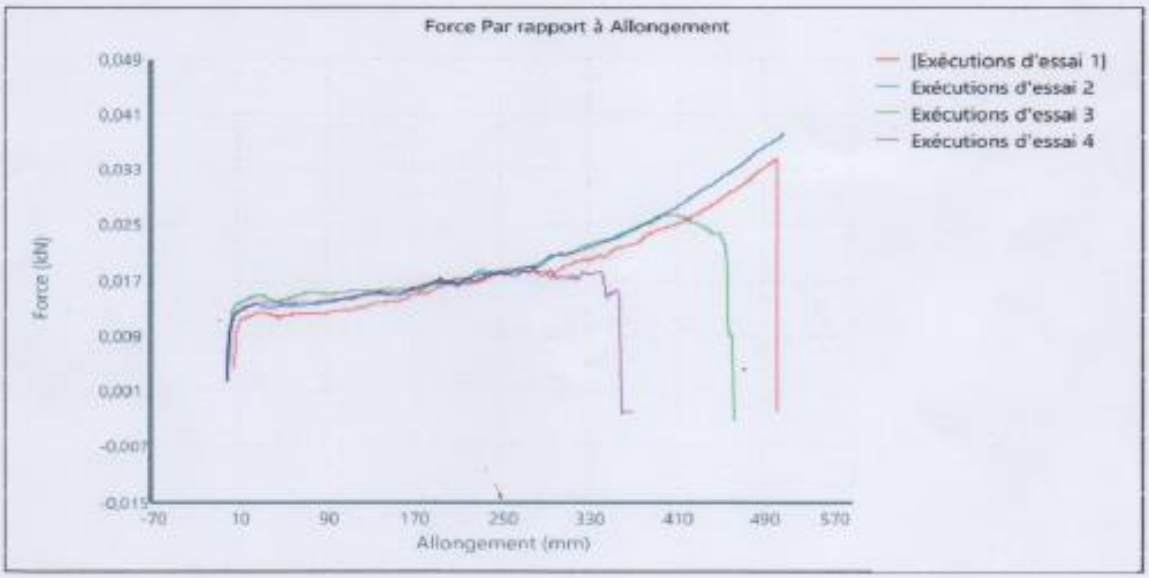
Annexe N. Test de traction transversale du film étirable

ENPC

Rapport d'essai par défaut — **caracteristique mecanique**

Nom du projet	**gaine etirabel**
Nom d'utilisateur	**kerrouche /h**
Nom de l'essai	**macchi**
Date d'essai	**08/07/2021 10:31:23**

Graphique de toutes les séquences d'essai — **TANSVERSALE**



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 1	13,000	170,000	34,328	15,53	21,702	986,881
Exécutions d'essai 2	13,000	170,000	38,068	17,23	60,896	1002,512
Exécutions d'essai 3	13,000	170,000	26,322	11,91	100,814	900,550
Exécutions d'essai 4	13,000	170,000	18,826	8,52	103,117	900,310
Moyenne	13,000	170,000	29,386	13,30	71,632	947,563
Écart type	0,000	0,000	8,577	3,88	38,519	213,996

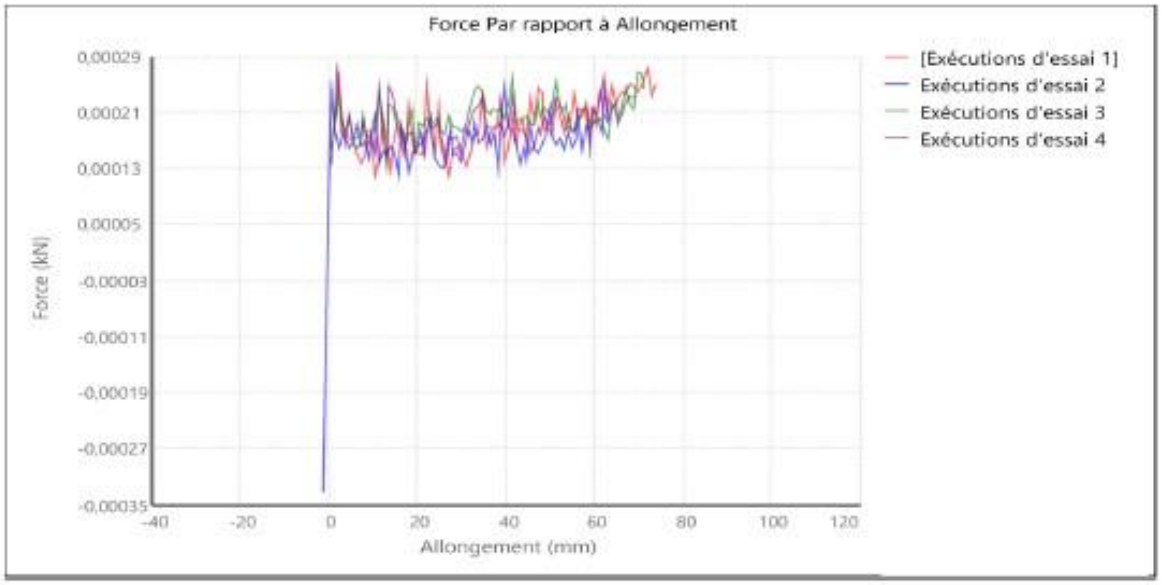
Annexe O. Test de friction du film thermorétractable

بلاستيك و مطاط
ENPC

Rapport d'essai par défaut caracteristique mecanique

Nom du projet	**FILM TERMO**
Nom d'utilisateur	**ZAKARIA**
Nom de l'essai	**Friction z 40**
Date d'essai	**28/04/2022 13:38:37**

Graphique de toutes les séquences d'essai



Résultats de l'exécution d'essai

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

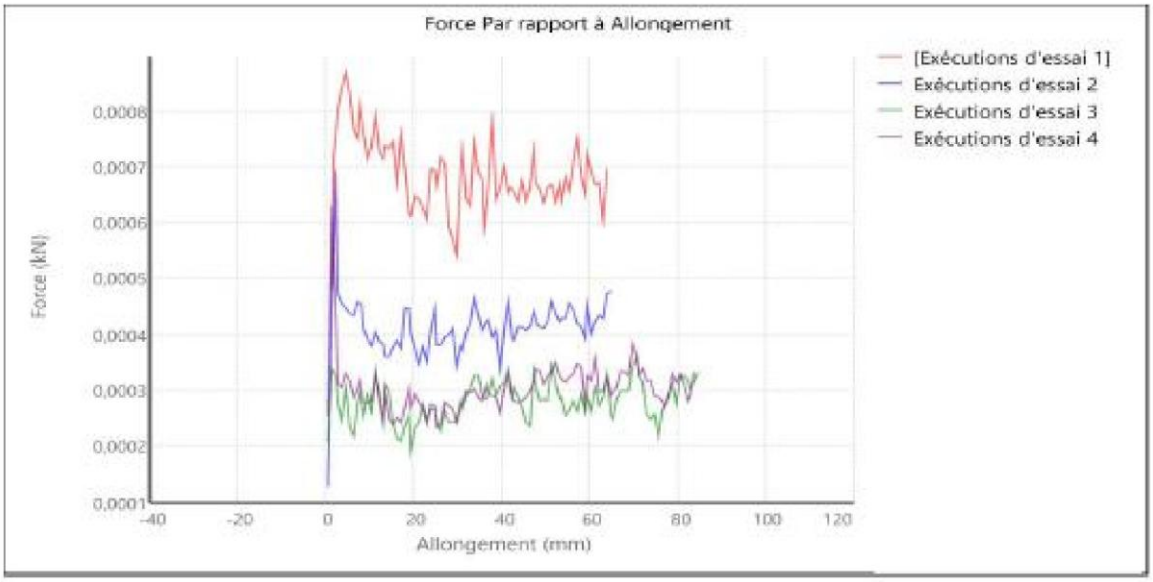
Annexe P. Test de friction du film étirable

ENPC

Rapport d'essai par défaut caracteristique mecanique

Nom du projet	**Gaine ETIRABLE**
Nom d'utilisateur	**KERROUCHE**
Nom de l'essai	**Friction z 39**
Date d'essai	**28/04/2022 12:38:20**

Graphique de toutes les séquences d'essai



Résultats de l'exécution d'essai

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