ECOLE DES MINES
DE PARIS

Ecole Doctorale 364 : Sciences Fondamentales et Appliquées

N° attribué par la bibliothèque

|__|__|__|__|__|__|__|__|__|__|

T H E S E

pour obtenir le grade de
Docteur de l'Ecole des Mines de Paris
Spécialité « Sciences et Génie des Matériaux »

présentée et soutenue publiquement par

Melle Aliza ERNER

Soutenue le 15 mars 2005

ETUDE EXPERIMENTALE DU THERMOFORMAGE ASSISTE PAR POINCON D'UN MELANGE DE POLYSTYRENES

Directeur de thèse : Noëlle BILLON

Jury :

Pf. Jean-Marc HAUDIN	Président
Pf. Patrick BOURGIN	Rapporteur
Pf. Christian G'SELL	Rapporteur
Pf. Luc CHEVALIER	Examinateur
Dr. Christian GAUTHIER	Examinateur
Dr. Richard CHAIGNEAU	Membre invité
Dr. Paul CORNILLON	Membre invité
M. Damien RAULINE	Membre invité

REMERCIEMENTS

Ce travail a été effectué au Centre de Mise en Forme des Matériaux de l'Ecole des Mines de Paris (UMR 7635), à Sophia Antipolis.

Je voudrais en tout premier lieu remercier chaleureusement mon directeur de thèse, Mme Noëlle Billon, qui a suivi et encadré ce travail avec intérêt, disponibilité et compétence.

Je remercie également le professeur Jean-François Agassant, responsable du groupe de recherche « Ecoulements Visco-Elastiques », pour m'avoir accueilli au sein de son équipe et pour l'intérêt qu'il a porté à mes travaux.

Je remercie vivement les membres de mon jury d'avoir accepté de juger ce travail et en particulier le professeur Jean-Marc Haudin, qui en a assuré la présidence, et les professeurs Patrick Bourgin et Christian G'Sell qui ont bien voulu l'analyser en détail en assumant la charge de rapporteurs. Mes remerciements vont aussi au professeur Luc Chevalier et à M. Christian Gauthier qui ont accepté d'examiner ce travail.

Cette thèse a été effectuée en collaboration avec des partenaires industriels que je souhaite remercier pour leur confiance et leur soutien, tant scientifique et technique, que financier. Je remercie en particulier messieurs Richard Chaigneau, Damien Rauline et Paul Cornillon pour avoir accepté de participer à mon jury de thèse et pour leurs encouragements et conseils tout au long de l'étude. Un grand merci également à Valérie Ferro et Serge Batkam pour l'intérêt qu'ils ont porté à ce travail.

Je remercie également Eric Felder et Pierre Monmitonnet, du groupe « Surface et Tribologie » du CEMEF, pour m'avoir fait profité de leurs compétence tribologiques avec toujours beaucoup de gentillesse et une grande disponibilité.

Je souhaiterais également remercier toutes les personnes qui m'ont aidé au cours de ce travail, au sein du laboratoire mais aussi chez les partenaires industriels : Alain le Floch, Francis Fournier, Gilbert Fiorucci, Suzanne Jacomet, Christian Peiti, Jo Genna, Erick Brotons, Marc Bouysson, Christophe Thieme et Jérôme Berger.

Je n'oublie pas l'aide d'Omar Mahdaoui et d'Hamid Harzoune, stagiaires dont le travail m'a permis d'approfondir certains points de ma thèse. Qu'ils en soient remerciés.

Je remercie aussi les nombreuses personnes du CEMEF et du CENERG que j'ai côtoyé pendant ces années de thèse. Je pense en particulier aux 3 grâces, mais aussi à mes collègues de bureau, Doriane, Audrey, Isabelle, Ludo et S. Une pensée à Elise, David, Julien, Yasmine et Pierre. Sans oublier Sylvie, beau soleil de l'Ecole des Mines ... Et Aleph.

Enfin, je remercie Antoine et ma famille pour leur amour et leur soutien.

TABLE DES MATIERES

Table des matières

Chapitre I : Contexte de l'étude **1**

I.1. Présentation du thermoformage 1
I.2. Problématique de l'étude et démarche 8

Chapitre II : Propriétés viscoélastiques linéaires du polystyrène dans la gamme de thermoformage **12**

II.1. Présentation du matériau de l'étude 14
II.2. Caractérisation des propriétés viscoélastiques linéaires 18
II.3. Etude bibliographique sur l'origine moléculaire du comportement mécanique macroscopique du polystyrène 31

Chapitre III : Etude expérimentale du procédé de thermoformage assisté par poinçon **44**

III.1. Introduction 46
III.2. Présentation du prototype instrumenté 49
III.3. Caractérisation du thermoformage « standard » 55
III.4. Influence du contact poinçon: frottement et thermique 71
III.5. Influence des paramètres cinématiques (poinçon feutre) 85
III.6. Conclusions 91

Chapitre IV : Comportement mécanique du polystyrène dans la gamme de thermoformage **96**

IV.1. Caractérisation expérimentale 98
IV.2. Discussion : interprétation en terme d'écart à la transition α 118
IV.3. Modélisation du comportement dans la gamme du thermoformage 123

Chapitre V : Caractérisation du contact poinçon feutre/matière **141**

V.1. Frottement 143
V.2. Thermique 166
V.3. Conclusions 174

Chapitre VI : Validation numérique des résultats **179**

VI.1. Présentation du problème numérique 181
VI.2. Etude de sensibilité dans le cas d'un poinçon isotherme 187
VI.3. Introduction d'une thermique dans le poinçon 191
VI.4. Conclusions 196

Chapitre VII : Conclusions et perspectives **199**

VII.1. Conclusions 199
VII.2. Perspectives 201

Annexes

Annexe I. Principe de mesure par thermographie infra-rouge et propriétés radiatives du mélange de polystyrène étudié 203
Annexe II. Propriétés thermiques des matériaux 208
Annexe III. Thermoformage assisté par poinçon feutre d'une feuille de température initiale 116 °C avec soufflage « libre » (sans moule) 210
Annexe IV. Détermination expérimentale de résistance thermique de contact feuille/outil en régime permanent 213

CHAPITRE I : Contexte de l'étude

Chapitre I

Contexte de l'étude

L'objectif de ce travail est une meilleure compréhension du procédé de thermoformage assisté par poinçon via l'étude des processus physiques impliqués dans la déformation de la feuille. L'application qui nous intéresse est la formation de pots profonds en polystyrène destinés à l'emballage de produits laitiers frais (type pots de yaourts).

Malgré l'apparente simplicité de l'application finale, le thermoformage assisté par poinçon est en fait un procédé technique, difficile à optimiser, dans lequel le matériau subit de très grandes déformations.

Nous présenterons dans un premier temps quelques notions générales sur le thermoformage, ses marchés et sur la place du polystyrène parmi les matériaux thermoformés, avant de décrire plus précisément le procédé de thermoformage assisté par poinçon dans le contexte de l'industrie laitière. Cela nous conduira à poser la problématique de notre étude puis à expliciter la démarche qui a été suivie.

I.1. Présentation du thermoformage

Le thermoformage est l'un des grands procédés de mise en forme des polymères permettant de réaliser, à partir de feuilles ou plaques généralement extrudées ou calandrées, des objets concaves d'épaisseurs et de dimensions diverses. Il consiste à chauffer une feuille de polymère jusqu'à une température permettant sa déformation, puis à la mettre en forme dans ou sur un moule. Après refroidissement, on obtient l'objet désiré.

En pratique, le terme générique de thermoformage regroupe un large panel de technologies différentes, plus ou moins complexes et automatisées selon l'application. Il peut s'agir du simple drapage manuel d'une feuille sur une forme (fabrication de baignoires par exemple) jusqu'aux lignes de thermoformage continues à hautes cadences intégrant éventuellement l'extrusion des plaques (pots de yaourts par exemple).

I.1.1. Le thermoformage dans le marché de l'emballage

Le principal secteur d'application du thermoformage est l'emballage, qui représente près des trois quart du marché [1]. Ses autres grands débouchés sont l'électroménager, le sanitaire et l'automobile.

Dans le secteur de l'emballage, le « plastique » s'impose comme un matériau de choix au détriment des matériaux traditionnels que sont le verre et le papier (30 % du marché en chiffre d'affaire en 2000 [2]). Cela est particulièrement vrai dans les applications alimentaires qui restent le principal débouché des emballages plastiques (63 % en 2000 d'après [2]).

Dans ce secteur, le thermoformage se trouve en concurrence avec deux autres procédés de mise en forme : l'injection et, dans une moindre mesure, l'extrusion-soufflage. Les applications où elles sont le plus en concurrence sont les barquettes et les gobelets pour l'injection, et les flacons pour l'extrusion soufflage.

La différence majeure entre le thermoformage et ces deux procédés tient à la gamme de température de mise en forme et donc à l'état physique de la matière. Injection et extrusion-soufflage utilisent directement la matière première (résine), qui est transformée à l'état fondu, alors que le thermoformage nécessite un semi-produit (feuille généralement extrudée) à l'état caoutchoutique. L'injection permet un contrôle plus précis des épaisseurs de l'objet fini, mais demande en revanche des outillages beaucoup plus chers du fait des pressions auxquelles le moule doit résister. Le thermoformage permet quant à lui de travailler dans des conditions de température et de pression nettement inférieures aux procédés fondus (de l'ordre de 0,1 MPa contre 10 à 100 MPa en injection [1]), et ainsi de diminuer les coûts d'outillages et de fonctionnement. Les cadences de production sont en outre élevées et les outillages bon marché, ce qui compense le coût de la matière première, nécessairement plus élevée du fait d'une première transformation (semi-produit).

I.1.2. Les matériaux thermoformés

Le tableau I-1 regroupe les caractéristiques de « thermoformabilité » des principales classes de polymères utilisées en thermoformage, leur plage de mise en forme (plage de formage) et leurs températures caractéristiques (température de transition vitreuse, T_g, ou de fusion, T_f).

Polymère	Abréviation	Type	T_g (°C)	T_f (°C)	Plage de formage (°C)
Polystyrène	PS	A	90	-	130 - 182
Poly(chlorure de vinyle)	PVC	A	90	-	100 - 155
Poly(acryl butadiène styrène)	ABS	A	90 - 120	-	130 - 180
Poly (méthylméthacrylate)	PMMA	A	100	-	150 - 190
Polycarbonate	PC	A	150	-	170 - 200
Polypropylène	PP	SC	5	165	150 - 165
Polyéthylène téréphtalate	PET	SC	70	255	120 - 180
Polyéthylène haute densité	PEhd	SC	-110	134	130 - 185

tableau I-1 : Plages de formabilité des principaux polymères utilisés en thermoformage (A : amorphe, SC : semi-cristallin) d'après [3].

De par leur facilité de mise en œuvre, les polymères amorphes se situent en tête des applications thermoformage (PS, PVC, ABS, etc.). Parmi eux, le polystyrène reste le plus utilisé [3, 4].

Les avancées technologiques des outils de production et des formulations de ces dernières décennies ont permis l'utilisation croissante des polymères semi-cristallins en thermoformage, et en particulier le polypropylène (PP) et le polyéthylène téréphtalate (PET). Leur percée est très sensible dans le secteur de l'emballage. En particulier, le polypropylène se trouve directement en concurrence avec le polystyrène pour le thermoformage de pots profonds (gobelets, pots de yaourts). Son avantage principal est son excellente tenue mécanique en température, qui lui permet d'accéder au marché des emballages stérilisables. Il est également fortement utilisé pour les emballages destinés à contenir des aliments ou boissons pouvant être chauffés (gobelets pour distributeurs de boissons chaudes ou barquettes destinées à être réchauffées (micro-onde)). Cependant, sa mise en forme reste délicate, ce qui fait que le polystyrène lui est encore largement préféré.

Enfin, notons que l'utilisation de feuilles multicouches co-extrudées est croissante en thermoformage. Elles permettent, en effet, d'allier les propriétés des différentes couches qui les composent et sont très fréquemment utilisées dans les applications alimentaires pour leur propriétés barrières. Dans la plupart des cas, elles sont constituées d'un produit majoritaire, représentant environ 70 % de la structure (par exemple le polystyrène ou le polypropylène), et d'une ou plusieurs couches de produits barrières et de liants. On peut, par exemple, citer l'alcool polyvinylique (EVOH) qui est utilisé comme couche barrière à l'oxygène. Un thermoformage de ces produits dans de bonnes conditions doit conduire à une déformation homogène dans l'épaisseur du « sandwich ».

I.1.3. Description du procédé de thermoformage assisté par poinçon

Le procédé de thermoformage négatif assisté par poinçon est largement utilisé dans l'industrie de l'emballage alimentaire de produits laitiers frais. Au niveau industriel, les étapes de remplissage et de scellage des pots produits sont souvent intégrées dans une machine qui suit donc un séquencement en cinq étapes, décrites figure I-1, qui sont [3] :

- le déroulement et l'acheminement automatisé de la feuille depuis la bobine ou directement en sortie d'extrudeuse,
- son chauffage (poste de chauffe),
- sa mise en forme à proprement parler (poste de formage),
- le remplissage en ligne des produits laitiers dans les emballages formés, le mélange lait, arômes et ferments étant introduit dans chaque pot par un doseur aseptique,
- le scellage du pot avec un film d'operculage (complexe papier/aluminium recouvert d'un vernis acrylique) soudé sur le pot par contact avec un mors en acier à haute température (environ 160 °C).

Les pots de yaourts sont ensuite transportés et conditionnés en palettes avant de séjourner un temps contrôlé en salle d'incubation où se produit la fermentation.

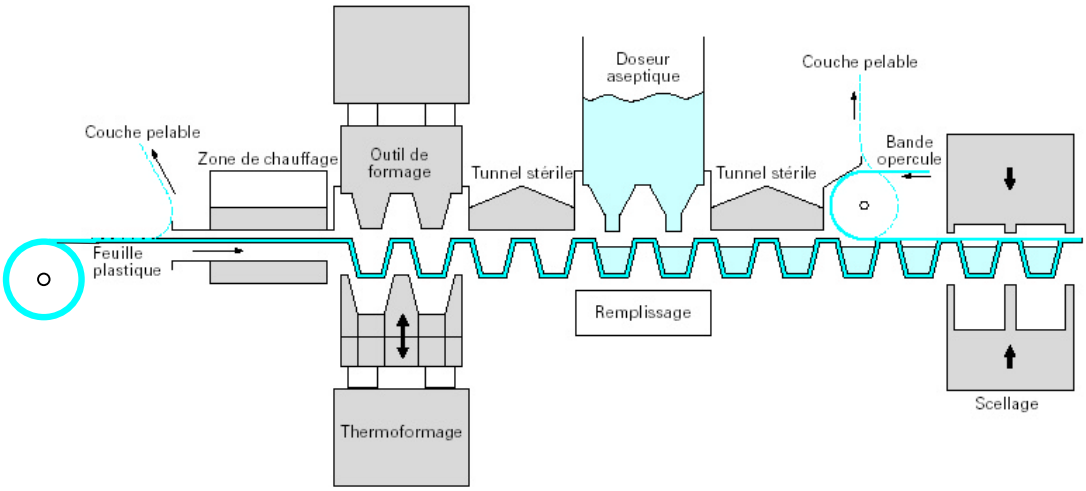


figure I-1 : Schéma de principe du procédé de thermoformage assisté par poinçon dans l'industrie de l'emballage alimentaire de produits frais : chauffage, formage, remplissage et scellage en ligne dans des conditions stériles, d'après [3].

Pour le conditionnement de produits alimentaires, il est indispensable d'assurer la stérilité de l'emballage. Il est par exemple possible d'utiliser un film de protection pour assurer la stérilité de la feuille et de l'opercule, comme illustré figure I-1, film qui sera ôté juste avant l'utilisation.

Les cadences de ces lignes sont grandes. On définit un cycle comme le temps nécessaire à l'avancée de la feuille d'un pas machine pour rejoindre successivement les quatre postes de la ligne : mise en chauffe (correspondant généralement à plusieurs pas machines), formage, remplissage et thermo-scellage. Sa durée moyenne est de l'ordre d'une seconde, ce qui conduit à des cadences de l'ordre de 40 000 pots/heure [3].

a) Le semi-produit

Le thermoformage n'utilise pas directement les granulés de polymère mais un semi-produit (feuille, d'épaisseur de 0,2 à 2 mm, ou plaque pour des épaisseurs allant jusqu'à 25 mm) dont la qualité conditionne pour une bonne part la qualité finale de l'objet thermoformé. Les feuilles sont généralement obtenues par extrusion dans une filière plate avec refroidissement en calandre avant d'être enroulées en bobine. Elles peuvent donc présenter des orientations et/ou contraintes résiduelles figées au cours du refroidissement.

Les spécifications du cahier des charges demandé au fournisseur de feuille concernent généralement :
- l'épaisseur de la feuille et la tolérance d'épaisseur,
- sa largeur et sa tolérance,
- les taux de retrait longitudinaux et transversaux à la température de formage.

En effet, si la feuille initiale présente une irrégularité d'épaisseur, son chauffage va être inhomogène et pourra conduire à des localisations importantes de la déformation lors du formage. Les tolérances classiques sur les épaisseurs des feuilles sont de l'ordre de 2 % [1]. En outre, un bon calibrage de la largeur de la feuille est important pour le passage sur machines continues puisque la feuille est maintenue et transportée sur sa largeur par un système de chaînes à picots. Les tolérances sur la largeur sont généralement inférieures à 3 % mais le point important est de minimiser les retraits transverses au cours du chauffage. En effet, ceux-ci peuvent conduire à des tensions dans les chaînes de transport, voire à une perte du maintien de la feuille. Ils peuvent également conduire à la formation de plis. Les conditions d'extrusion doivent donc être choisies de manière à minimiser les contraintes résiduelles pour éviter de trop grands retraits de la feuille lors de son chauffage. Les taux de retrait dans le sens de l'extrusion (sens longitudinal) sont généralement de l'ordre de 7 % pour le polystyrène [3].

Pour le thermoformage de pots destinés à l'emballage de produits laitiers, les feuilles les plus couramment employées sont des mélanges de polystyrènes. En effet, le polystyrène atactique, couramment nommé polystyrène cristal car transparent, est trop fragile. De ce fait, il ne peut être travaillé à partir de bobines car la feuille ne résiste pas au transport à froid sur les machines de thermoformage. Utilisé seul, il doit donc être thermoformé directement en sortie d'extrudeuse (thermoformage en ligne) [4].

Pour pallier ce problème technologique et pour améliorer les propriétés mécaniques des produits finis (résistance aux chocs en particulier), on le mélange fréquemment à du polystyrène choc, dont la matrice polystyrène est renforcée par des nodules d'élastomère (polybutadiène). Le polystyrène choc est un matériau opaque, moins fragile que le polystyrène cristal. Les rapports de dilution classique de ces produits sont de 40 à 60 % de polystyrène choc. Un certain nombre

d'autres additifs peuvent être ajoutés selon l'application, par exemple des colorants. Pour les feuilles laitières blanches, le colorant est classiquement de l'oxyde de titane (TiO_2).

Le stockage des feuilles en polystyrène est recommandé dans un endroit sec, à l'abri de la chaleur et de l'exposition directe de la lumière du soleil. En effet, la photooxydation du polystyrène, se traduisant par un jaunissement du matériau, est accentuée en présence d'ultra-violets.

b) Chauffage de la feuille

La feuille est chauffée à une température permettant sa déformation, c'est à dire à une température telle qu'elle soit flexible et étirable mais encore suffisamment rigide pour résister à son propre poids. On dispose ainsi d'une plage de température, dite plage de formage, combinant un allongement à la rupture maximum à un module minimum.

La figure I-2 présente les évolutions des modules d'élasticité en fonction de la température d'un polystyrène amorphe et d'un polyamide semi-cristallin, et les plages de formages correspondantes.

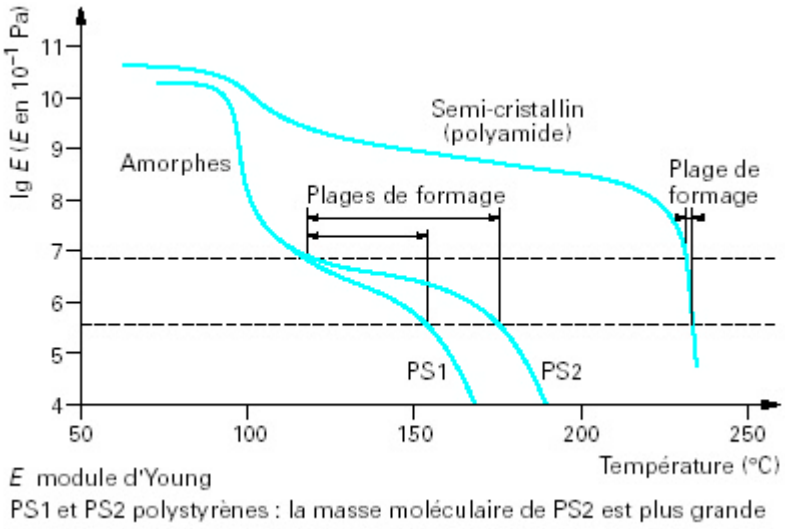


figure I-2 : Evolution des propriétés mécanique (module d'Young) d'un polymère amorphe (polystyrène) et semi-cristallin (polyamide) en fonction de la température : définition des plages de formage d'après [3].

Pour les thermoplastiques amorphes, la plage de formage est assez large et correspond grossièrement à l'état caoutchoutique du polymère. Pour le polystyrène, elle s'étend entre 120 et 180 °C [3, 4]. Notons que pour un même polymère amorphe, la longueur du plateau caoutchoutique est fonction de sa masse moléculaire, ce qui peut être mis à profit pour augmenter la plage de formage. En revanche, elle est beaucoup plus réduite pour les thermoplastiques semi-cristallins qui doivent n'être que partiellement fondus pour voir leur propriétés mécaniques chuter sans s'écouler. Le thermoformage de ces produits nécessite donc plus de précautions notamment au cours du chauffage de la feuille.

L'étape de chauffage, fondamentale pour la qualité finale de l'objet thermoformé, est souvent l'étape limitante d'une installation. On cherche généralement à avoir, le plus rapidement possible, une température bien définie et homogène sur la surface mais aussi dans l'épaisseur de la feuille. Toute hétérogénéité de température peut en effet conduire à des déchirements et/ou à des hétérogénéités importantes de la déformation.

Les systèmes de chauffage sont principalement de deux types : à infrarouge ou par contact.

Les systèmes de chauffage à infrarouge, utilisant la faculté des polymères à absorber le rayonnement infrarouge, sont les plus fréquents en thermoformage. Deux types de lampes infrarouge sont principalement utilisées : les céramiques et les lampes à quartz. Elles diffèrent par la gamme spectrale émise (la céramique émet des longueurs d'onde plus hautes que le quartz) mais aussi par leur durée de vie, leur coût et leur temps de réponse. Les céramiques sont moins onéreuses et de plus grande durée de vie que le quartz qui est cependant préféré lorsque des temps de réponses courts sont nécessaires [3]. L'homogénéité de la température dans l'épaisseur est améliorée en utilisant un chauffage simultané des deux faces. Ce type de chauffage permet une mise en chauffe plus rapide de la feuille, mais peut poser des problèmes de surchauffe en surface.

Le chauffage par boîte à contact (i.e. par conduction à partir de blocs métalliques chauds) est fréquemment employé pour les films et feuilles peu épais thermoformés à « basse » température. Il est donc classiquement utilisé en thermoformage de pots de yaourts en polystyrène. Par contre, il est peu utilisé pour les polymères semi-cristallins qui sont mis en forme au voisinage de leur zone de fusion, ce qui peut poser des problèmes d'adhérence avec les boites de chauffes. Il permet un bon contrôle de la température et limite les problèmes de surchauffe. Le gradient thermique dans l'épaisseur de la feuille est minimisé si les temps de chauffage sont suffisamment longs. On utilise fréquemment des boîtes de chauffe à empreintes permettant de chauffer uniquement les zones de la feuille qui seront déformées.

c) Formage

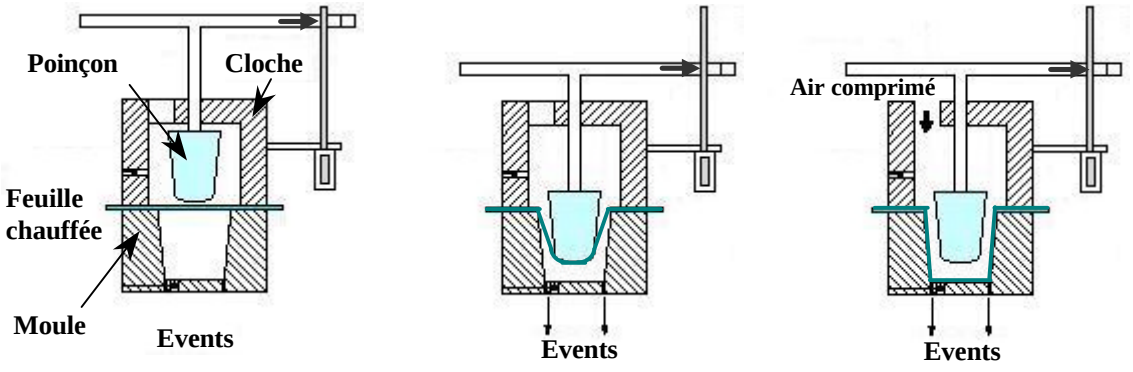
On distingue généralement deux modes principaux de formage : le formage positif, pour lequel la feuille est drapée sur un moule en relief, et le formage négatif pour lequel le moule est creux. La feuille est alors plaquée contre lui et en épouse la forme sous l'action d'une différence de pression entre ses deux faces.

Nous nous intéressons ici au thermoformage négatif de pot profonds. On parle de thermoformage profond lorsque le rapport hauteur H sur diamètre D du moule est supérieur à un [3]. Le problème majeur de ce type de thermoformage est l'amincissement de la matière restant libre après contact d'une partie de la feuille avec le moule. On obtient ainsi un profil d'épaisseur très hétérogène avec des zones de faiblesse en fond de pot [1, 3].

Cette répartition d'épaisseur peut notablement être améliorée en imposant une déformation à la feuille avant le formage (pré-étirage). Le préformage mécanique à l'aide d'un poinçon, schématisé figure I-3, est le plus utilisé dans le cas du formage profond [1, 3]. Il facilite la déformation de la feuille et permet de régulariser les épaisseurs finales par apport d'une quantité de matière plus importante au fond du pot. La course du poinçon est généralement proche de la hauteur du moule, ce qui fait qu'une bonne partie de la déformation totale de la feuille est réalisée à l'étape de poinçonnage, d'où son importance.

Les matières de poinçon les plus courantes pour les applications emballage sont le polyamide et le téflon, lorsqu'on souhaite favoriser le glissement de la feuille sur l'outil, et des mousses

polymères ou du feutre (laine résinée) dans le cas où un frottement important est recherché [3]. Ces poinçons ne sont généralement pas thermostatés et, s'ils peuvent s'échauffer du fait des cadences industrielles, ils restent généralement plus froids que la feuille. Le poinçon induit donc un refroidissement du polymère au niveau du contact ainsi que dans une épaisseur plus ou moins importante de la feuille, entraînant un certain figeage thermique de la matière.



(a) : Arrivée de la feuille chauffée (b) : Poinçonnage (c) : Soufflage

figure I-3 : Représentation schématique du thermoformage assisté par poinçon.

La déformation de la feuille est ensuite complétée par l'action d'une pression d'air qui va plaquer la feuille contre un moule froid (étape de soufflage, figure I-3 (c)). L'action de la pression se fait généralement lorsque le poinçon arrive en fin de course, pour que ce dernier agisse pleinement [3]. Pour éviter l'augmentation de pression dans le moule au cours du formage, celui-ci est muni d'évents qui permettent l'évacuation de l'air emprisonné entre la feuille et le moule. On cherche à obtenir une trempe rapide du pot lorsque celui-ci entre en contact avec les parois du moule afin de figer sa forme. Les moules sont donc choisis pour leurs propriétés de bons conducteurs thermiques (aluminium ou en acier) et ils sont généralement régulés par un circuit de refroidissement pour être beaucoup plus froids que la feuille. L'ordre de grandeur de la température du moule est de 10 à 40 °C.

Les lignes de thermoformage de pots de yaourts sont continues et utilisent des moules négatifs à empreintes multiples (figure I-4), ce qui autorise la formation des packs.

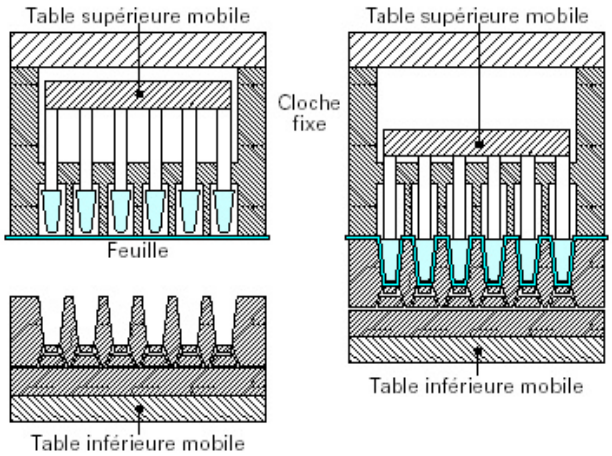


figure I-4 : Thermoformage négatif avec assistance mécanique d'après [3].

Dans certains cas, on dispose une étiquette en plastique ou en papier dans le moule afin d'obtenir des pots banderolés. L'étiquette est munie d'une couche d'adhésif qui agit par contact avec la feuille thermoformée chaude. Elle est généralement perforée afin d'éliminer toute trace d'air entre feuille et étiquette et assurer une bonne adhésion. L'adjonction d'une banderole va fortement améliorer les propriétés mécaniques du pot et en particulier sa résistance à la compression verticale, ce qui permet de diminuer les épaisseurs de polymère.

I.2. Problématique de l'étude et démarche

I.2.1. Analyse du procédé de thermoformage assisté par poinçon

Comme tout produit, un pot de yaourt doit respecter un cahier des charges. Ses conditions de remplissage et de transport en palettes nécessitent une tenue mécanique suffisante mais, du fait des contraintes économiques imposées à un produit de grande consommation, il est important d'éviter les surépaisseurs inutiles. Le contrôle de la répartition d'épaisseur, et plus largement des propriétés induites par le procédé de thermoformage, apparaît donc primordial.

De nombreux paramètres peuvent contrôler la qualité finale des pots formés par thermoformage assisté par poinçon, qu'ils soient technologiques ou liés à la nature du matériau mis en forme. On peut les classer en trois catégories principales :

- La feuille : la nature du polymère, son épaisseur et son niveau d'orientation (relié à ses conditions d'extrusion), et enfin sa température.
- Les paramètres outillage (poinçon et moule) : nature, géométrie, propriétés thermiques et tribologiques (rugosité) et température. Les paramètres poinçon jouent probablement un rôle prépondérant dans la répartition d'épaisseur finale puisqu'une part importante de la déformation de la feuille est réalisée durant le poinçonnage [3].
- Les paramètres cinématiques : vitesse et course du poinçon, pression et débit de soufflage.

Ces paramètres sont généralement choisis de manière empirique, par expérience, en fonction de la pièce et de la répartition d'épaisseur souhaitée. La tentation est grande de s'appuyer de plus en plus sur la simulation numérique pour optimiser le procédé ou pour aider à la conception de pots. Pourtant, les codes de calculs restent encore peu pertinents dans le cas d'une assistance poinçon, faute d'une caractérisation physique réaliste du procédé et du matériau.

Notre travail s'inscrit dans cette problématique générale du contrôle et de l'optimisation du thermoformage, et a pour objectif préliminaire une meilleure compréhension des phénomènes physiques impliqués dans la déformation de la feuille.

Dans le cas d'une assistance poinçon, trois phénomènes principaux se dégagent et gouvernent la déformation de la feuille de façon couplée : la rhéologie du matériau, la thermique du contact et les effets de frottement.

En effet, la déformation subie par la feuille au cours du poinçonnage va dépendre de la thermique du contact puisque toute évolution de température modifie directement sa rhéologie. Cela se traduit par une localisation des déformations dans les zones plus chaudes de la feuille aboutissant à une surépaisseur sous le poinçon au détriment des flancs.

Par ailleurs, selon l'importance du frottement entre la feuille et le poinçon, celle-ci va plus ou moins glisser sur l'outil, ce qui contrôle en partie sa déformation dans cette zone. Un frottement important localise la déformation dans une zone annulaire (matière « bloquée » sous le poinçon)

alors qu'un contact glissant favorise une déformation importante sous le poinçon [5, 6]. On sait que cet effet de frottement peut être important puisqu'une usure des poinçons utilisés en contexte industriel entraîne une modification de leur efficacité, qu'il faut alors compenser en jouant sur la température ou sur la course du poinçon.

Frottement et figeage thermique ont ainsi des effets de même nature sur la localisation des déformations, du moins durant le poinçonnage, ce qui les rend difficilement discernables.

Pour faire la part des choses entre ces différents phénomènes et pour mieux comprendre la déformation de la feuille au cours du procédé de thermoformage assisté par poinçon, nous nous proposons donc de mener parallèlement :

- une analyse du procédé sur prototype instrumenté de thermoformage. Notre objectif est de comprendre les chemins de déformation imposés à la feuille et d'étudier l'influence des différents paramètres procédé.
- la caractérisation rhéologique et mécanique du matériau en grande déformation pour les gammes de température et de vitesse de déformation représentatifs du procédé.
- l'analyse du contact avec le poinçon et la discrimination des effets du figeage thermique et du frottement. Cela implique une étude séparée de ces deux phénomènes afin de juger de leur importance relative.

I.2.2. Démarche

Notre travail s'articulera donc autour de ces trois axes principaux : le procédé, le matériau et l'analyse du contact avec le poinçon. Nous nous concentrerons sur une feuille standard, représentative des applications laitières type pots de yaourt. Il s'agit d'un mélange à parts égales de polystyrène cristal PS 1540 et de polystyrène choc 7240 (Total Petrochemicals). Par souci de représentativité, le matériau étudié a été extrudé en contexte industriel, suivant les règles de l'art, mais sans adjonction d'additifs. Cette feuille a été réalisée en une fois au début de l'étude puis a été stockée conformément aux recommandations usuelles.

L'objet du chapitre II est de présenter le matériau de l'étude et d'appréhender son comportement rhéologique dans la plage de mise en forme par une analyse de ses propriétés viscoélastiques linéaires. Une double sensibilité à la température et à la fréquence de sollicitation sera démontrée dans la gamme du procédé, située au voisinage de la transition α. Nous décrirons ce comportement viscoélastique, relié à la mobilité moléculaire des chaînes, en utilisant le principe d'équivalence temps-température. Nous nous appuierons alors sur une revue bibliographique pour discuter de la possibilité d'étendre ce principe d'équivalence temps-température aux grandes déformations sur le plateau caoutchoutique et au voisinage de la transition α du polystyrène.

Le chapitre III sera consacré à l'étude du procédé de thermoformage assisté par poinçon sur prototype instrumenté. Cette étude nous permettra de décrire les chemins de déformation de la feuille et de préciser la nature exacte des modes de sollicitations imposés au cours de sa déformation. En particulier les effets respectifs du poinçonnage et du soufflage sur la déformation seront précisés. L'influence et l'importance relative des paramètres procédé impliqués dans la mise en forme d'un pot de yaourt seront également illustrées. Différentes conditions de contact seront comparées, en faisant varier la nature (aluminium et feutre), la température et les conditions de glissement du poinçon, ce qui permettra de souligner l'importance de ces paramètres sur la déformation de la feuille. Ces résultats nous permettront de pressentir les effets respectifs de la thermique et du frottement ainsi que leur importance relative.

Le chapitre IV sera alors dédié à l'étude du comportement mécanique de notre feuille pour les gammes de température et de vitesse de déformation du procédé définies au chapitre III. L'analyse rhéologique en grande déformation du matériau combine des essais de poinçonnement à hautes vitesses, représentatifs de l'étape de poinçonnage, à des essais de traction uni-axiale à basses, moyennes et grandes vitesses, qui permettront de décrire le comportement intrinsèque du matériau. Les résultats permettront de confirmer que, si la mise en forme de la feuille s'effectue majoritairement à l'état caoutchoutique, son comportement est fortement évolutif du fait de la proximité de la transition vitreuse. Nous montrerons que le paramètre pertinent pour décrire la double sensibilité exhibée du comportement macroscopique à la température et à la vitesse de déformation est l'écart à la transition α, qui conditionne la mobilité moléculaire des chaînes.

Le chapitre V se focalisera sur l'étude du contact avec le poinçon par une étude séparée des effets de la thermique et du frottement. Cette étude, conduite dans des conditions de contact représentatives du procédé, se focalisera sur le poinçon industriel en feutre. Concernant l'aspect frottement, des mesures expérimentales ont été réalisées sur tribomètre de laboratoire et validées dans des conditions plus représentatives du procédé en s'appuyant sur des essais de poinçonnement à grande vitesse, analysés grâce à la simulation numérique. Concernant la thermique, le refroidissement imposé à la feuille est contrôlé par les propriétés thermiques des corps en contact, qui seront caractérisées, mais aussi par une éventuelle résistance thermique de contact que nous avons cherché à estimer expérimentalement.

Enfin, nous présenterons dans un dernier chapitre, une utilisation de nos résultats dans un contexte numérique. Cette analyse nous permettra de valider l'apport d'une meilleure caractérisation du matériau et des conditions de contact avec le poinçon sur la simulation numérique du procédé.

Références bibliographiques du chapitre I

[1] THRONE, J. L., *Thermoforming.* Munich : Hanser Publishers, 1987.

[2] L'industrie française de l'emballage en chiffres, édition 2000, Ministère de l'économie, des finances et de l'industrie (données du Service des Statistiques Industrielles SESSI).

[3] JAMMET, J. C., Thermoformage, *Techniques de l'ingénieur*, 1998, AM, AM3660.

[4] ILLIG, A., *Pratique du thermoformage*, Paris : Hermes Science Publication, 1999.

[5] BILLON, N., HAUDIN, J. M., *Thermomechanical modelling of multiaxial impact test in polymers*, In : NUMIFORM'92 Conf. Proc., Sophia - Antipolis, France (1992), p. 335-339.

[6] BILLON, N, *Inverse analysis of dart test, a tool for more efficient modelling of thermoforming.* In: PPS'17 Conf. Proc., Montréal, Canada (2001).

CHAPITRE II : Propriétés viscoélastiques linéaires du polystyrène dans la gamme de thermoformage

Chapitre II

Propriétés viscoélastiques linéaires du polystyrène dans la gamme de thermoformage

L'objet de ce second chapitre est de présenter le matériau de l'étude et d'appréhender son comportement rhéologique dans la plage de mise en forme par une analyse de ses propriétés viscoélastiques linéaires (petites déformations).

Nous commençons donc par décrire la feuille choisie pour notre étude, les caractéristiques des polystyrènes choc et cristal qui la constituent ainsi que les effets d'orientation induits par sa mise en forme par extrusion.

L'analyse des propriétés viscoélastiques permet ensuite de caractériser les transitions survenant au sein du polystyrène dans la plage de mise en forme par thermoformage assisté par poinçon. Deux transitions se dégagent, α et β, que nous nous attacherons tout d'abord à décrire telles qu'elles sont présentées dans la littérature. L'étude des propriétés viscoélastiques de notre mélange par spectroscopie mécanique permettra alors d'accéder au type de comportement adopté par celui-ci dans la gamme de température du procédé. Elle permet également de juger des effets de la mise en œuvre de la feuille sur ses propriétés viscoélastiques. Les effets de vitesse de sollicitation se traduisent par un déplacement de la transition α avec la fréquence. Ils sont interprétés en terme d'équivalence temps-température, ce qui permet de construire une courbe maîtresse sur toute la gamme de température et de vitesse du procédé.

Nous présentons enfin une revue bibliographique permettant d'illustrer l'origine moléculaire du comportement du polystyrène en grandes déformations qui fait intervenir, dans une certaine mesure, les processus α et β. Cette analyse nous conduira à étendre le principe d'équivalence temps-température, tel que nous le proposons dans la gamme viscoélastique linéaire, pour caractériser les évolutions de comportement du polystyrène en grandes déformations (Chapitre IV).

Sommaire

II.1. Présentation du matériau de l'étude 14
II.1.1. Les matériaux de base : polystyrène cristal et polystyrène choc 14
II.1.2. La feuille extrudée 16

II.2. Caractérisation des propriétés viscoélastiques linéaires 18
II.2.1. Relaxations du polystyrène : revue bibliographique 18
a) Les relaxations sub-vitreuses 18
b) La relaxation principale α 19
c) « Bifurcation » $\alpha\beta$ 23
d) Conclusions 24
II.2.2. Etude expérimentale des propriétés viscoélastiques de la feuille étudiée par spectroscopie mécanique (D.M.T.A.) 24
a) Sensibilité à la température 25
b) Effet de la mise en œuvre 26
c) Sensibilité à la fréquence : déplacement de la transition α 27
II.2.3. Equivalence temps-température 28
a) Courbes maîtresses et analyse selon la loi WLF 29
b) Construction d'une courbe maîtresse sur toute la gamme expérimentale 30
II.2.4. Conclusions relatives au procédé de thermoformage 31

II.3. Etude bibliographique sur l'origine moléculaire du comportement mécanique macroscopique du polystyrène 31
II.3.1. Déformation à l'état solide ($T<T_\alpha$) 32
a) Modèles de déformation à l'état solide 33
b) Observations expérimentales 34
II.3.2. Déformation au dessus de T_α 38
a) Plateau caoutchoutique 38
b) Zone d'écoulement 39
II.3.3. Conclusions 40

II.1. Présentation du matériau de l'étude

Comme il a été dit au 1er chapitre, les feuilles en polystyrène utilisées en thermoformage de pots de yaourts sont généralement des mélanges de « PS choc » et de « PS cristal », ce dernier étant en effet trop fragile pour résister au transport à froid sur les machines de thermoformage (système de chaînes à picots). Les rapports de dilution classique de ces produits sont de 40 à 60 % de polystyrène choc en masse.

Par souci de représentativité, nous avons donc choisi pour cette étude un mélange à parts égales de polystyrène cristal (PS 1540) et de polystyrène choc (PS 7240) synthétisés par la société Total Petrochemicals. Le matériau nous est délivré sous forme de feuille extrudée non chargée. L'extrusion a été réalisée suivant les règles de l'art dans des conditions industrielles. Sa largeur est de 350 mm (± 0,5 mm) pour une épaisseur, notée e_0(*), de l'ordre du mm (± 3 %).

II.1.1. Les matériaux de base : polystyrène cristal et polystyrène choc

Le polystyrène est un polymère thermoplastique linéaire à squelette aliphatique obtenu par polymérisation du motif styrène (figure II-1). Son principal mode de synthèse est la polymérisation radicalaire qui conduit à un polystyrène atactique totalement amorphe (pas de stéréoselectivité).

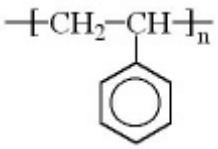


figure II-1 : Structure chimique du polystyrène.

Le polystyrène atactique est un matériau transparent et fragile que l'on nomme communément polystyrène « cristal ».

Pour améliorer ses propriétés mécaniques, on a recourt à un renforcement de la matrice thermoplastique par des nodules d'élastomères. Ainsi le polystyrène « choc » est un mélange composé d'une matrice polystyrène cristal dans laquelle sont dispersés des nodules d'élastomère, généralement du polybutadiène (figure II-2). Les propriétés mécaniques telles que la résistance aux chocs et l'allongement à la rupture sont ainsi améliorées, mais la rigidité et la transparence diminuent.

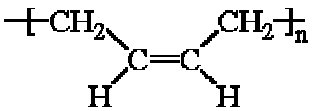


figure II-2 : Structure chimique du polybutadiène.

(*) : Cette épaisseur, représentative de l'usage industriel, ne peut être donnée ici pour des raisons de confidentialité.

Le polystyrène choc est également obtenu par polymérisation radicalaire mais selon trois étapes successives [1] :

- Début de la polymérisation et étape de greffage : les agents radicalaires, introduits dans le mélange miscible styrène/polybutadiène, réagissent avec le styrène mais aussi avec le polybutadiène. Celui-ci peut donc être greffé au polystyrène pour former des copolymères. Cette étape de greffage est importante puisqu'elle contribue à la bonne cohésion entre l'élastomère et la matrice qui confèrera au matériau ses propriétés mécaniques au choc.
- Séparation de phase : elle intervient au-delà d'un certain degré de conversion du styrène en polystyrène, en raison de l'incompatibilité du polystyrène avec le polybutadiène. Le polystyrène, phase minoritaire, est alors dispersé sous forme de gouttelettes dans le mélange homogène styrène/polybutadiène. Les copolymères greffés se concentrent à l'interface où ils jouent le rôle d'émulsifiant.
- Inversion de phase, lorsque le polystyrène devient la phase majoritaire : le polybutadiène est alors dispersé sous forme de nodules au sein de la matrice polystyrène. Il continue alors à réticuler par pontage des molécules d'élastomères sur elles-mêmes.

Les nodules jouent le rôle d'hétérogénéités au niveau desquelles une concentration de contrainte se développe sous sollicitation mécanique. Le renfort élastomère joue donc le rôle d'amorceur de la déformation plastique, qui se produit principalement par craquelure à l'interface nodule/matrice [1]. Il permet ainsi d'accroître la capacité du matériau à dissiper de l'énergie.

En fonction de la quantité de polybutadiène introduite, du taux de greffage et des conditions de synthèse, différentes morphologies et tailles de nodules peuvent être obtenues. La morphologie salami est la plus fréquente pour les taux de greffage classiques (de l'ordre de 10 %) [1]. Elle correspond à des nodules de polybutadiène de grandes dimensions (quelques µm) renfermant des inclusions de polystyrène (figure II-3). Les nodules peuvent également se présenter sous forme d'inclusions, soit une particule sphérique beaucoup plus petite (de l'ordre de 0,3 µm) composées d'un cœur en polystyrène et d'une coquille de polybutadiène.

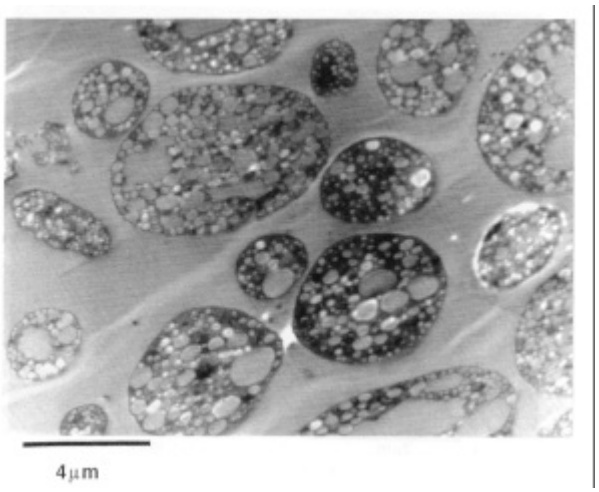


figure II-3 : Cliché de microscope électronique à balayage d'un polystyrène choc de morphologie salami (12.5 % de polybutadiène) d'après [1].

Les deux grades de polystyrène étudiés ont donc logiquement des propriétés mécaniques différentes à température ambiante, le matériau renforcé choc étant moins rigide et plus ductile que le matériau non renforcé (tableau II-1). Les mesures de module sur notre mélange fournissent un module d'élasticité à température ambiante proche de 2000 Mpa. Cette propriété semble donc être fortement influencée par le polymère renforcé.

	E (Mpa)	σ_0 (Mpa)	$\sigma_{rupture}$ (Mpa)	Allongement rupture (%)
PS cristal 1540	3100	50	42	2
PS choc 7240	1950	23	21	60

tableau II-1 : Propriétés mécaniques à température ambiante (23 °C) des grades de polystyrène étudiés obtenus sur éprouvettes injectées d'après la norme ISO-527-2 (source Total Petrochemicals).

L'adjonction de polybutadiène a également pour effet d'allonger le plateau caoutchoutique (écoulement retardé), comme l'ont montré Barroso et collaborateurs [2] en comparant les diagrammes viscoélastiques obtenus en rhéométrie de cisaillement (entre 140 et 190 °C) des deux grades de polystyrène choc et cristal que nous étudions (PS 7240 et 1540 de Total Petrochemicals). Leurs travaux indiquent en outre qu'une feuille obtenue par leur mélange à 50/50 présente un spectre très similaire à celui du polystyrène choc ce qui indique que, même diluée, la phase élastomère permet de renforcer le comportement caoutchoutique du matériau.

Les masses moléculaires des deux grades étudiés, et de leur mélange à 50/50 (réalisé en extrudeuse) sont proches. Elles ont été mesurées par chromatographie par perméation de gel par Barosso et al. [2] (tableau II-2) sur un chromatographe GPC 150 CV de Waters, les échantillons étant conditionnés dans du tétrahydrofurane (THF) à 35 °C.

	M_w (g/mol)	M_n (g/mol)	$I_p = M_w/M_n$
PS cristal 1540	207 000	86 000	2,4
PS choc 7240	200 000	80 000	2,5
Mélange 50/50	204 000	82 000	2,5

tableau II-2 : Masses moléculaires en poids (M_w) et en nombre (M_n) et indice de polymolécularité (Ip) des deux grades de polystyrène étudiés (granulés) et d'un mélange à parts égales extrudé d'après [2].

Si l'on extrapole ces résultats à notre feuille de polystyrène, on peut supposer que les masses molaires du mélange sont intermédiaires et du même ordre de grandeur que celles des deux grades et que l'extrusion modifie peu celles-ci.

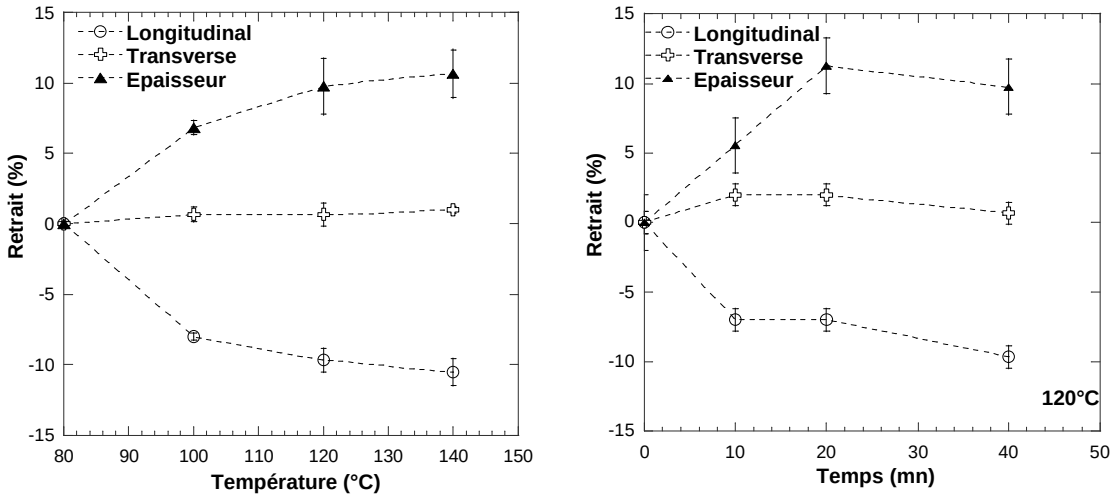
II.1.2. La feuille extrudée

Connaissant l'importance de la mise en œuvre sur les propriétés des polymères, il est évident que la caractérisation du matériau doit se faire, dans notre cas, sur la feuille extrudée. Il convient en premier lieu de s'assurer que la mise en forme par extrusion n'induit pas d'orientation ou de contrainte résiduelle trop importante. Ceci est réalisé via des mesures de retrait après recuit.

Les mesures ont été réalisées selon la méthode dite au lit de kaolin (norme NF T54-105). Cette méthode consiste à déterminer les variations dimensionnelles d'éprouvettes circulaires, de diamètre initial 100 mm , après un séjour en étuve de 40 minutes pour différentes températures (figure II-4 (a)). Nous avons également quantifié le retrait dans le sens de l'épaisseur en fin de recuit à partir de 20 points de mesure. Les éprouvettes sont disposées sur un lit de kaolin ce qui favorise leur glissement et permet une évolution dimensionnelle libre. Les mesures sont effectuées à raison de trois éprouvettes par condition.

Ces mesures montrent que les variations dimensionnelles de la feuille dues à la relaxation des orientations induites par la mise en forme n'excèdent pas 10 %. Elles concernent principalement la direction longitudinale et l'épaisseur, les retraits transversaux restant faibles.

Les retraits ainsi mesurés correspondent aux retraits maximaux permis pour un chauffage convectif en étuve à une température donnée. La question se pose de savoir en quelle proportion le chauffage mis en jeu pour nos essais rhéologiques (en étuve mais d'une durée inférieure à 40 minutes) et le rayonnement infra-rouge préalable au thermoformage permettent de relaxer les orientations de la feuille. Dans l'objectif d'apprécier la cinétique de relaxation de la feuille, quelques essais interrompus ont été conduits à 120 °C (figure II-4 (b)). Ces mesures indiquent que les orientations de la feuille sont majoritairement relaxées dès 20 minutes de maintien.



(a) Evolution des retraits mesurés avec la température d'enceinte, pour un temps de séjour de 40 minutes.

(b) Cinétique de relaxation dimensionnelle pour une température d'enceinte de 120 °C

figure II-4 : Mesures des retraits longitudinaux, transverses et dans l'épaisseur de la feuille selon la méthode au lit de Kaolin pour différentes températures d'étuve et durées de séjour.

Ce résultat nous permettra un choix raisonné des temps de chauffage des éprouvettes lors de nos essais mécaniques conduits en grandes déformations (chapitre IV), afin de favoriser une relaxation complète du matériau avant sollicitation. Nos mesures de retrait permettront en outre une prise en compte des variations dimensionnelles de l'éprouvette au cours de ce chauffage. Une connaissance précise de la géométrie initiale est en effet nécessaire à l'interprétation des essais de traction uni-axiale (reconstruction de courbes intrinsèques).

Quant au thermoformage, il est probable que les temps de chauffage industriels ne permettent pas une relaxation complète des orientations, d'autant que les feuilles ne sont pas complètement libres. Des mesures réalisées sur le prototype utilisé dans cette étude semblent indiquer que la relaxation des orientations, si elle existe, doit être faible puisque les variations d'épaisseur d'une feuille non déformée avant et après chauffage restent inférieures à la dispersion initiale de celle-ci (tolérance de 3 % sur l'épaisseur initiale).

Compte tenu de ces observations et du fait que les variations dimensionnelles maximales restent faibles (< 10 %), on peut considérer que l'axisymétrie de la mise en forme ne sera pas trop altérée par l'anisotropie des feuilles. L'influence de cette anisotropie sur les propriétés mécaniques sera quant à elle discutée au paragraphe suivant.

II.2. Caractérisation des propriétés viscoélastiques linéaires

Les polymères sont des corps viscoélastiques, c'est-à-dire que leur déformation combine des processus élastiques et visqueux. Leur comportement mécanique se traduit donc par une réponse dépendant du temps suivant la sollicitation. Ces propriétés viscoélastiques sont la traduction des mouvements moléculaires des chaînes au sein du matériau. Leur étude dans le cadre du régime linéaire des petites déformations permet donc de caractériser les phénomènes de relaxation et les transitions qui y sont associées.

La littérature fournit quatre relaxations pour le polystyrène, notées α, β, γ, et δ par ordre décroissant de température. Elles peuvent être étudiées par de nombreuses techniques expérimentales dont notamment la dilatométrie, la mesure enthalpique (DSC) et les spectroscopies mécaniques et diélectriques (dynamiques ou transitoires). Yano et Wada donnent des températures de transitions secondaires à 10 Hz de 77 °C pour la relaxation β ($E_a^{(*)}$ = 30 kcal/mol) , -93 °C pour la relaxation γ (E_a = 9 kcal/mol) et -218 °C pour la relaxation δ (E_a = 1,6 kcal/mol), pour une température de transition principale α de 127 °C (spectroscopie mécanique et diélectrique) [3].

Dans la plage de température balayée en thermoformage assisté par poinçon (entre environ T_α + 50 °C et l'ambiante), deux relaxations nous intéressent : la relaxation principale α, associée à la transition vitreuse, et la relaxation sub-vitreuse β. Une analyse bibliographique permet dans un premier temps de décrire les processus moléculaires des chaînes associées à ces deux relaxations. Nous montrerons qu'elles sont intimement liées et dégénèrent en un unique processus à haute fréquence (notion de bifurcation $\alpha\beta$).

L'analyse expérimentale par spectroscopie mécanique de notre mélange de polystyrènes permet ensuite d'illustrer ses évolutions de comportement dans la plage de mise en forme. Elle permet de plus de juger de l'influence de l'anisotropie de la feuille sur les propriétés mécaniques en comparant l'évolution des propriétés viscoélastiques dans deux sens de prélèvements.

La sensibilité du comportement à la fréquence de sollicitation dans la gamme de température du procédé sera également mise en évidence et le principe d'équivalence temps-température sera exploité par la construction d'une courbe maîtresse. Bien que cette analyse, menée en petites déformations, ne soit pas directement transposable au thermoformage, elle permet une première approche de la rhéologie de notre mélange, utile à la mise en place des essais mécaniques en grandes déformations qui seront présentés au Chapitre IV.

II.2.1. Relaxations du polystyrène : revue bibliographique

a) Les relaxations sub-vitreuses

A l'état vitreux, la mobilité des chaînes est réduite. Cependant des mouvements moléculaires locaux de faible amplitude restent possible. Cela se traduit par l'existence de relaxations sub-vitreuses. Les temps caractéristiques de ces relaxations secondaires vérifient une dépendance à la température de type Arrhénius.

Les processus de relaxations secondaires du polystyrène ont été étudiés par de nombreux auteurs, notamment par spectroscopie mécanique dynamique [3] ou diélectrique [3, 4, 5] ou encore par la technique des Courants ThermoSimulés [6]. L'origine moléculaire précise de ces

(*) : E_a, l'énergie d'activation.

relaxations secondaires a été sujet à débat, les auteurs s'accordant toutefois sur le fait qu'elles doivent mettre en jeu des mouvements plus ou moins importants du groupe phényle latéral.

La transition β apparaît en spectroscopie mécanique ou diélectrique comme un pic assez large, associé à une large distribution de temps de relaxation. Il n'est correctement séparé de la transition principale α qu'à basse fréquence et apparaît souvent comme un épaulement du pic principal [3]. De ce fait, une certaine imprécision existe sur la caractérisation de cette transition. L'énergie d'activation apparente, E_a, peut ainsi prendre des valeurs comprises entre 30 [3] et 80 kJ/mol [13, 7].

La transition sub-vitreuse β du polystyrène est également sensible à l'effet d'un recuit, son amplitude diminuant jusqu'à disparaître totalement dans certains cas (recuit au dessus de T_α ou vieillissement physique suffisamment long – 2 heures –, au dessus de T_β) [8, 9]. D'après Johari, l'intensité du pic β reflète l'état de la structure du polymère [10], qui serait constitué par des régions de forte densité séparées par des régions moins denses qui permettent aux processus β de se produire. Un recuit diminuerait le nombre de ces « îlots de mobilité » et donc les possibilités de mouvements β. A contrario, ces mouvements sont favorisés par une trempe.

Comme les autres transitions sub-vitreuses, la transition β du polystyrène a été initialement associée à des mouvements de rotation des groupements phényles latéraux, ce qui est conforté par certaines études RMN (travaux de Vol'kenshtein sur des polystyrènes mono-substitués en ortho, meta ou para d'après [11]).

Cependant, l'explication de la relaxation β uniquement par des mouvements de radicaux n'est peut-être pas complètement satisfaisante. Certains matériaux ne possèdent pas de radical (PVC et PET par exemple) et présentent une relaxation β. Des mouvements de la chaîne principale y sont donc probablement associés. L'observation de la relaxation β du polystyrène par spectroscopie diélectrique [3, 4] conforte cette idée puisque la rotation seule des groupements phényles n'induit pas de variation de la polarisation globale (moment dipolaire perpendiculaire à la chaîne principale).

Yano et Wada postulent que les processus β correspondent uniquement à des modes oscillatoires locaux des chaînes [3] sans aucune rotation des phényles. L'interprétation des analyses RMN quant à la rotation des groupes phényles dans les mouvements β reste encore conflictuelle à l'heure actuelle : certains auteurs concluent qu'aucune rotation n'est mise en jeu [5] alors que d'autres plaident pour une rotation des groupes phényles couplée à des réarrangements de la chaîne principale [9, 12].

b) La relaxation principale a

La relaxation α est la transition principale de comportement du polystyrène atactique associée à la transition vitreuse. Elle se situe aux alentours de 100 °C (96 ± 1 °C par DSC à 0,83 °C.s^{-1} d'après [13]), sa valeur dépendant des conditions de vitrification et d'analyse (caractère cinétique). Cette valeur de transition est relativement élevée par rapport aux autres polymères linéaires à squelette aliphatique. Cela peut être attribué à une mobilité relativement limitée des segments de chaînes du fait de l'encombrement stérique important des groupements phényles latéraux, ces derniers étant de surcroît totalement rigides.

Les processus de relaxation α correspondent à des mouvements locaux coopératifs le long de la chaîne principale conduisant à un dépliement des chaînes à grande échelle. Certains auteurs

pensent que ces mouvements localisés pourraient être des mouvements de type β [14, 15,]. Cela constitue d'ailleurs une hypothèse de base du modèle moléculaire développé par Pérez [16, 17] qui sera présenté au II.3.1.a).

- ***Influence de la masse molaire***

La température de transition α dépend de la masse moléculaire moyenne du polymère puisque la longueur des chaînes va influer sur leur mobilité. La présence de chaînes plus courtes augmente le nombre de « fins de chaînes », qui engendrent un volume libre important. Cela a pour effet d'abaisser la température de transition. Elle varie donc comme l'inverse de la masse moléculaire en nombre, selon la relation de Fox et Flory (équation II.1) [18].

$$T_a = T_a^{\infty} - \frac{K}{M_n} \qquad \text{(II.1)}$$

Au delà d'une certaine masse moléculaire, la température de transition α devient indépendante de cette dernière. Pour le polystyrène, on considère que le plateau est atteint au-delà d'un degré de polymérisation moyen critique compris entre 100 [14] et 450 [19] (T_α mesurée par DSC à 3°C.min^{-1}). Notons que les polystyrènes industriels utilisés dans cette étude sont de hauts polymères dont la masse moléculaire est bien supérieure à cette valeur critique (degré de polymérisation moyen de l'ordre de 2000).

- ***Influence de l'histoire thermomécanique***

La température de transition vitreuse dépend des conditions de vitrification mais aussi de l'histoire thermomécanique de l'échantillon. En effet, le polymère vitreux hors équilibre tend à se réorganiser vers un état plus stable, de manière plus ou moins rapide selon les conditions qui lui sont imposées (température, pression).

Un vieillissement physique (maintien à une température inférieure à T_α), se traduit ainsi par une densification de l'échantillon, conformément à la théorie du volume libre. L'état d'équilibre ne peut cependant pas être atteint quelque soit la durée du vieillissement.

Par contre, un recuit à une température légèrement supérieure à T_α permet d'atteindre l'état d'équilibre si on laisse l'échantillon suffisamment longtemps. Ce phénomène a été relaté pour le polystyrène, par exemple par Kovacs [20] (100 h à 85 °C) comme illustré figure II-5. Les points correspondant aux échantillons recuits se situent alors sur le prolongement de la droite d'équilibre (AB). Cette figure permet également d'illustrer les aspects cinétiques de la transition α (déplacement de T_α vers les basses températures en augmentant la durée de relaxation).

Ces réarrangements des chaînes au cours du recuit se traduisent par une réduction de l'énergie du système. Cela se traduit en DSC par l'existence d'un pic endothermique supplémentaire au dessus de T_α lors du chauffage du polymère recuit (figure II-6).

La transition vitreuse est également sensible aux effets de pression. L'application d'une pression élevée à une température supérieure à la transition vitreuse est assimilée à une « trempe » instantanée du matériau. En ordre de grandeur, une élévation isotherme de 1000 bars correspond aux effets d'une baisse de température de 30 °C effectuée à pression atmosphérique [21]. Par contre, elle s'accompagne d'une densification de l'échantillon. Cet effet a été étudié par de nombreux auteurs, par exemple [22, 23] pour le polystyrène.

Une trempe isobare classique conduit à un volume libre moyen important alors qu'une « trempe isotherme » (par élévation de pression) conduit à une densification du matériau. Ce résultat indique que le concept de volume libre moyen ne doit pas être suffisant pour expliquer seul les évolutions structurales du matériau, notamment sous chargement thermomécanique complexe.

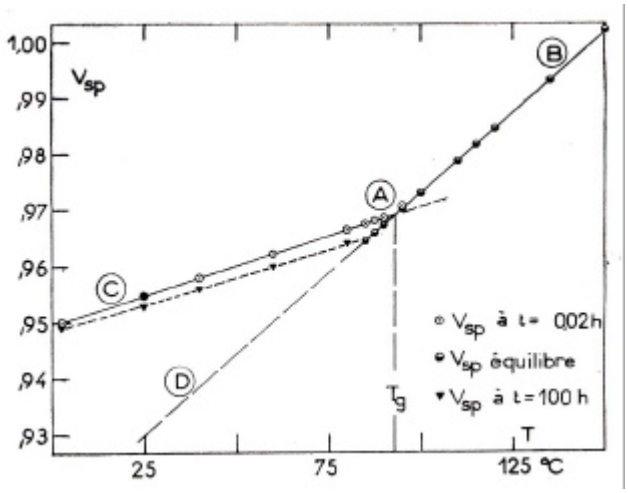


figure II-5 : Evolution du volume spécifique (v_{sp} = v/m) d'un polystyrène en fonction de la température d'après des mesures de relaxation dilatométrique de Kovacs [20] : volume spécifique à l'équilibre au dessus de T_g, soit 92,5 ± 0,5 °C, (points représentés par des cercles demi-pleins) et hors-équilibre à l'état vitreux, présenté après une durée de relaxation de 0,02 h (cercles centrés) et de 100 h (triangles).

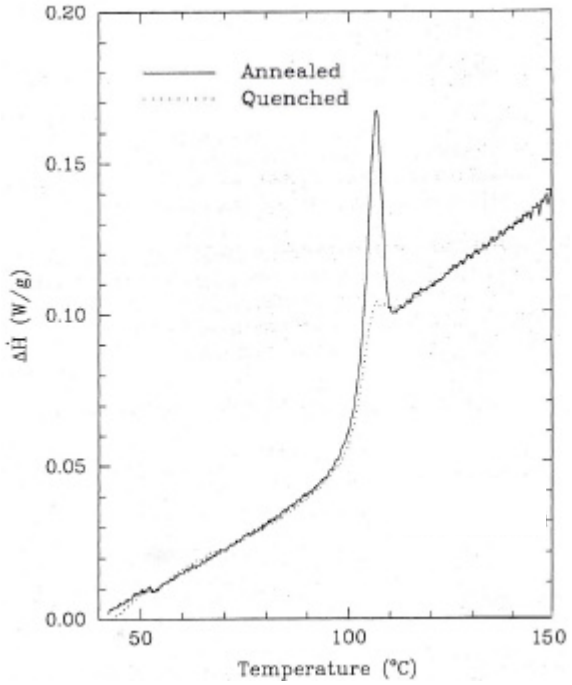


figure II-6 : Thermogrammes DSC obtenus à 10 °C.min^{-1} pour un polystyrène trempé et pour un polystyrène recuit d'après [24].

L'étude de la dynamique locale permet d'interpréter ces différentes observations expérimentales en suivant précisément les réorganisations internes du matériau au cours des traitements

thermomécaniques. Les techniques les plus couramment rencontrées pour caractériser l'évolution de la structure du polystyrène sont les techniques de spectrométrie.

Ainsi, les travaux de Victor et Torkelson [25, 26] et de Yu, Sung et Roberston [27] s'intéressent à l'étude de la structure du polystyrène au cours du vieillissement physique par photochromisme. Cette technique repose sur l'introduction de marqueurs chromophores dans la chaîne de polystyrène (ici l'azobenzène). On mesure le taux de photoisomérisation par spectroscopie, les isomères ayant des spectres d'absorption différents, que l'on relie au volume libre disponible. On peut ainsi quantifier la taille des « poches » de volume libre et suivre la réorganisation du matériau au cours du vieillissement physique. L'utilisation de cette technique montre qu'un polystyrène trempé possède une distribution hétérogène de volume libre, avec 90 % des tailles de poches comprises entre 10 et 40 nm, pour une valeur moyenne de 26-28 nm [25]. Cette distribution de volume libre a tendance à s'homogénéiser lors du vieillissement physique, avec une réduction du nombre des « poches » les plus grandes (supérieure à 28 nm) [26]. Cette réorganisation est dépendante de la température de vieillisement, et s'avère être maximale pour des températures de 20 à 25 °C inférieures à T_α [26].

Les travaux de Roe [22, 28] permettent de compléter ces observations en donnant une idée précise de l'évolution de la structure du polymère par mesure de diffusion des RX aux petits angles. Ces travaux comparent en particulier l'évolution de la structure accompagnant une densification d'échantillons de polystyrène sous divers chargements (vieillissement physique et effet de la pression). Deux pics principaux sont observés sur les spectres du polystyrène : un pic à 7,5 nm^{-1}, majoritairement associé à des corrélations interchaînes, et un pic à 13,8 nm^{-1} qui rend principalement compte des corrélations intrachaînes (halo amorphe) [28]. Le pic « interchaîne » reflète la fluctuation de densité à grande échelle, que l'on corrèle à l'évolution du volume libre moyen, alors que la hauteur de l'intensité du pic de l'halo amorphe donne en pratique une bonne idée de l'ordre structural local. Ces mesures montrent qu'un vieillissement physique à pression atmosphérique se traduit par une diminution du volume global accompagnée d'une augmentation d'ordre local. Par contre, à haute pression la densité du matériau augmente alors que l'organisation locale est faible.

Ainsi, il apparaît que le critère adéquat pour caractériser l'écart à l'équilibre du matériau n'est pas le volume libre moyen mais le niveau d'ordre local et ce, quelque soit l'histoire thermomécanique de l'échantillon. La mobilité moléculaire, qui apparaît être le bon critère pour interpréter le comportement mécanique du matériau, est donc fortement conditionnée par le niveau d'organisation local.

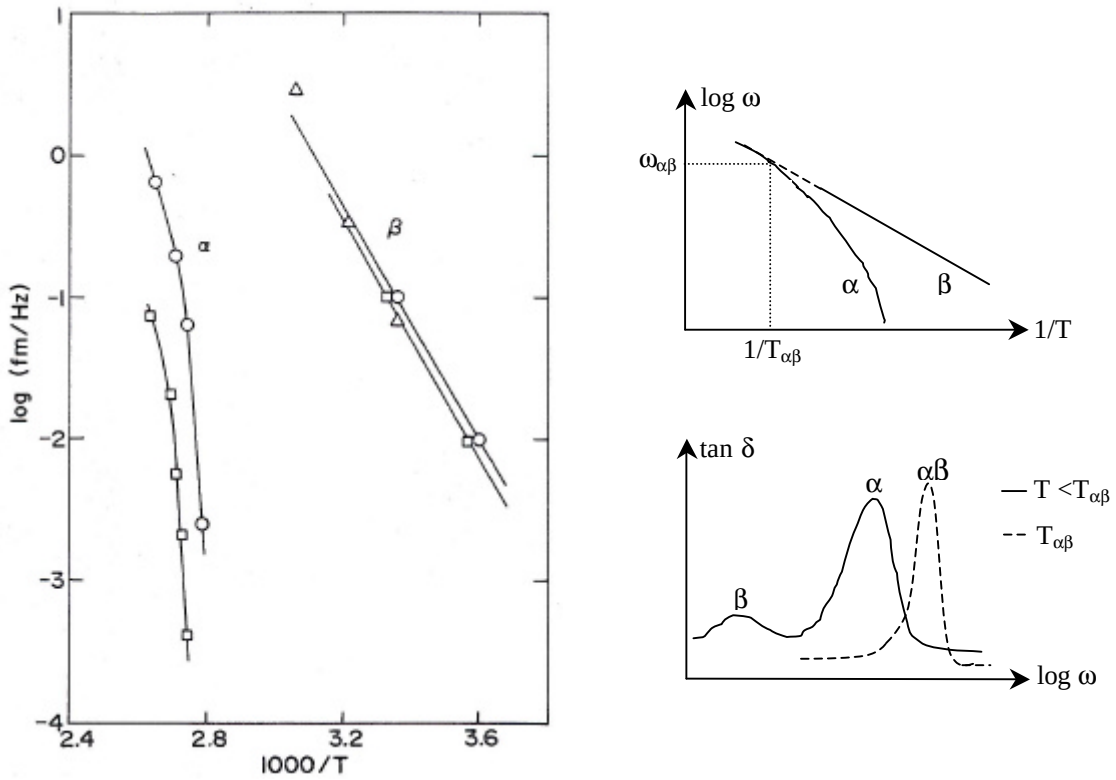
Notons pour finir que l'étude du polystyrène par diffusion des RX indique qu'il y a peu de différence de structure à grande échelle (> 5 nm) entre le fluide et le polymère vitreux dans la gamme de température du vieillissement physique (entre T_β et T_α). Sa dynamique moléculaire reste en effet comparable à celle d'un liquide, mais avec une dépendance à la température plus faible [22, 28]. Ce type de résultat a conduit certains auteurs à étendre une description de type WLF (classiquement vérifiée entre T_α et T_α+100 °C) pour décrire le comportement viscoélastique du polymère entre T_β et T_α en introduisant la température fictive T_f correspondant à l'équilibre pour le matériau recuit [21].

Le chauffage de notre feuille de polystyrène autorise une certaine réorganisation interne du matériau se traduisant par la relaxation des orientations induites par l'étape d'extrusion. Elle est donc en toute rigueur susceptible de modifier la température de transition α (le matériau est « recuit » avant sa déformation). Nous jugerons de ce point en procédant à l'étude des propriétés viscoélastiques d'une feuille recuite.

c) « Bifurcation » ab

La figure II-7 (a) présente l'évolution des fréquence maximales des processus de relaxation α et β en fonction de l'inverse de la température (diagramme d'Arrhénius) d'après une étude en Analyse Dynamique Mécanique à basse fréquence [13]. Les deux relaxations apparaissent alors relativement bien séparées. A haute fréquence, les mouvements moléculaires associés aux relaxations α et β dégénèrent en un unique processus, ce qui se traduit par un unique pic en spectroscopie (figure II-7 (b)).

On définit le point de bifurcation αβ à la rencontre de la droite d'Arrhénius des processus β avec la courbe WLF des processus α à haute fréquence (figure II-7 (b)) [15].



(a) (b)

figure II-7 : (a) Diagramme d'Arrhenius des processus a **et** b **d'un polystyrène atactique déterminée en Analyse Dynamique Mécanique d'après [13] (représentation de la fréquence maximale en fonction de l'inverse de la température) : les cercles correspondent au module anélastique G'' et les carrés et triangles correspondent à l'angle de perte. (b) Représentation schématique de la température de bifurcation** ab **à haute fréquence.**

Au delà de ce point de bifurcation αβ, qui marque la fin du domaine de validité de la loi WLF, les mouvements moléculaires sont décrits par une loi d'Arrhénius. Cela se traduit par un rétrécissement du pic de la relaxation principale relevé par spectroscopie (figure II-7 (b)), sa largeur devenant alors comparable à la largeur de Debye correspondant à un temps de relaxation unique [21].

Différents travaux concernant la bifurcation αβ du polystyrène conduisent à une température de bifurcation comprise entre 415 et 440 K, pour une fréquence de bifurcation correspondante de l'ordre de 10^6 Hz d'après [15]. Notons que l'existence de la bifurcation αβ est cohérente avec

une description des processus α comme une mise en mouvement coopérative de mouvements locaux de la chaîne de la chaîne carbonée de type β.

d) Conclusions

Le polystyrène possède donc deux relaxations α et β entre la température initiale de mise en œuvre et la température ambiante. Elles ne semblent pas totalement disjointes, la transition α correspondant à une coopérativité de mouvements locaux qui pourraient être des processus β. Cela est conforté par l'observation que peu de différence de structure existe à grande échelle entre le fluide et le polymère vitreux dans la gamme de température du vieillissement physique (entre T_β et T_α).

La relaxation principale α ne dépend pas de la masse molaire dans la gamme des polymères industriels étudiés. Elle présente par contre un fort caractère cinétique et est sensible au passé thermomécanique du matériau. L'étude expérimentale des propriétés viscoélastiques de notre mélange en spectroscopie mécanique comportera donc une étude de sensibilité à la fréquence de sollicitation ainsi qu'à un recuit préalable de l'échantillon.

Notons que la transition β est également sensible aux effets de recuit et pourra fournir une bonne indication de l'état de la structure du matériau via l'intensité du pic β.

II.2.2. Etude expérimentale des propriétés viscoélastiques de la feuille étudiée par spectroscopie mécanique (D.M.T.A.)

Les propriétés viscoélastiques linéaires de notre mélange de polystyrènes sont déterminées par des mesures dynamiques mécaniques (D.M.T.A.) en torsion sur un rhéomètre Rheometrics RMS 800. La condition de linéarité implique de très faibles déformations et la vérification du principe de superposition de Boltzmann, qui postule que l'effet résultant d'un ensemble de sollicitations élémentaires est la somme des réponses à chacune de ces contributions élémentaires [29].

L'essai consiste à imposer à un échantillon une déformation sinusoïdale, de fréquence et d'amplitude contrôlée, et à mesurer le couple de torsion résultant et son déphasage par rapport à la sollicitation, caractérisé par l'angle de perte *d*. Ces mesures donnent accès au module complexe de torsion $G^*(w)$ en fonction de la fréquence *w* dont les composantes réelles et imaginaires, respectivement en phase et en quadrature de phase par rapport à la déformation, fournissent les modules élastique G' et visqueux G'' (équation II.2) :

$$G^*(w) = \frac{s^*}{e^*} = G'(w) + iG''(w) \qquad \text{(II.2)}$$

Le facteur de perte, tan *d*, est défini comme le rapport des modules visqueux et élastique (équation II.3) :

$$\tan d = \frac{G''(w)}{G'(w)} \qquad \text{(II.3)}$$

Les analyses ont été conduites de 0,1 à 100 rad.s^{-1} avec deux géométries en fonction de la gamme de température considérée :

- en torsion rectangulaire en dessous (plateau vitreux) et au passage de la transition vitreuse (de 25 à 120 °C). Les échantillons parallélépipédiques, de dimension 12,7 par 60 mm, ont été prélevés par usinage dans la feuille parallèlement et perpendiculairement au sens d'extrusion.
- en géométrie plan-plan (cisaillement entre deux plans parallèles) au dessus de la transition vitreuse (plateau caoutchoutique et zone d'écoulement, de 130 à 200 °C). Des échantillons circulaires, de diamètre 25 mm, sont usinés sur la feuille, l'entrefer entre les plateaux étant ensuite réglé à 1 mm.

Ce protocole permet de balayer tout la gamme de température pour un même type de sollicitation, avec cependant un manque dans les températures intermédiaires qui restent inaccessibles aux deux techniques.

a) Sensibilité à la température

Un résultat typique du comportement du matériau soumis à un balayage de température est donné figure II-8 pour une fréquence de 1 rad.s^{-1}. Pour l'analyse conduite à l'état solide (de 25 à 120 °C), l'échantillon a été prélevé dans le sens perpendiculaire au sens d'extrusion. Cette précision n'a pas de sens pour les mesures conduites au-delà de T_α, toutes les orientations du matériau ayant été gommées pendant la mise en température de l'échantillon.

A température ambiante et jusqu'à environ 50 °C, le matériau a un comportement de type vitreux, avec un module élastique G' élevé et faiblement décroissant avec la température, de l'ordre 10^9 Pa, pour une module anélastique inférieur de deux décades. A partir de 50 °C, les mouvements locaux des chaînes, favorisés par l'agitation thermique, deviennent plus importants ce qui se traduit par une augmentation de la composante anélastique du module. Ces processus moléculaires correspondent à la transition β du matériau qui apparaît mal séparée à cette fréquence des processus α et se traduit par un épaulement du pic principal de l'angle de perte. On relève une température de transition β d'environ 75 °C à 1 rad.s^{-1}.

Au delà de 80 °C, on assiste à une chute importante du module élastique, d'environ trois décades, entre 80 °C et 110 °C. Cette chute des modules correspond à la transition α du matériau associée à sa transition vitreuse et que l'on caractérise, par convention, par la température du sommet du pic de tan*d*. Elle est de 101 °C pour une sollicitation à 1 rad.s^{-1}. Bien que la mesure ait été conduite jusqu'à 120 °C, les valeurs obtenues n'ont qu'une valeur qualitative au-delà d'environ 110 °C (traits en pointillés sur la figure II-8). En effet, la mesure devient délicate au-delà de la transition, suite à des distorsions importantes de l'échantillon et à des valeurs de couple faibles au regard de la limite de détection du capteur. Cependant, on voit l'amorce du domaine caoutchoutique pour lequel les modules élastique et anélastique deviennent du même ordre de grandeur.

Les mesures effectuées en rhéométrie de cisaillement viennent compléter ce diagramme pour des températures comprises entre 130 et 200 °C, les valeurs de modules présentées étant cette fois quantitatives sur toute la plage de température balayée. Le plateau caoutchoutique s'étend jusqu'à environ 170 °C, température de croisement à partir de laquelle le module visqueux devient supérieur au module élastique.

Notons, pour finir, que la transition vitreuse du polybutadiène, de l'ordre de -85 °C à 1Hz [1], n'apparaît pas sur ce diagramme.

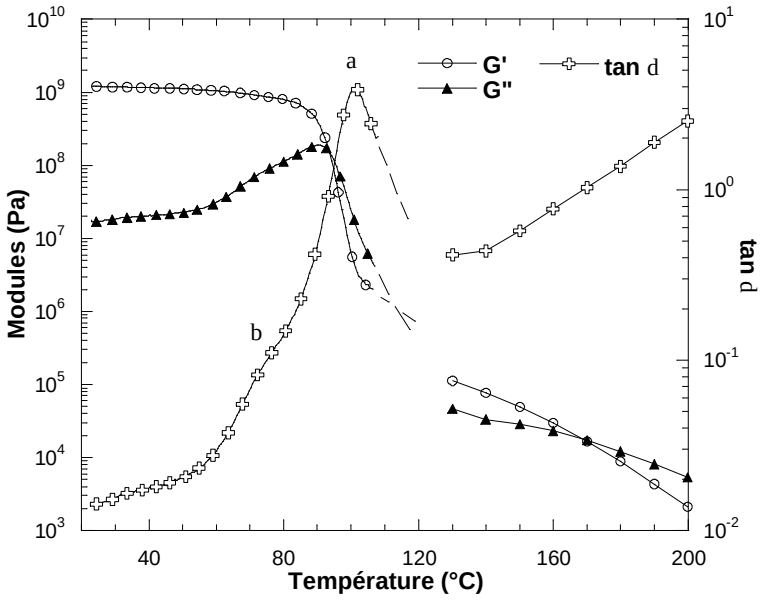


figure II-8 : Analyse dynamique mécanique en torsion pour une fréquence de 1 rad.s^{-1} lors d'un chauffage de 1 °C.min^{-1} : évolution des modules élastique G' et visqueux G'' et du facteur de perte tand**. Analyse conduite en D.M.T.A. solide entre 25 et 120 °C, pour un échantillon prélevé perpendiculairement au sens d'extrusion, et en rhéométrie de cisaillement entre 130 et 200 °C.**

La plage de formage usuelle du polystyrène s'étend grossièrement entre 120 et 180 °C. Sur cette plage de température, le comportement du polystyrène apparaît majoritairement caoutchoutique, avec peut-être un début d'écoulement pour les plus hautes températures.

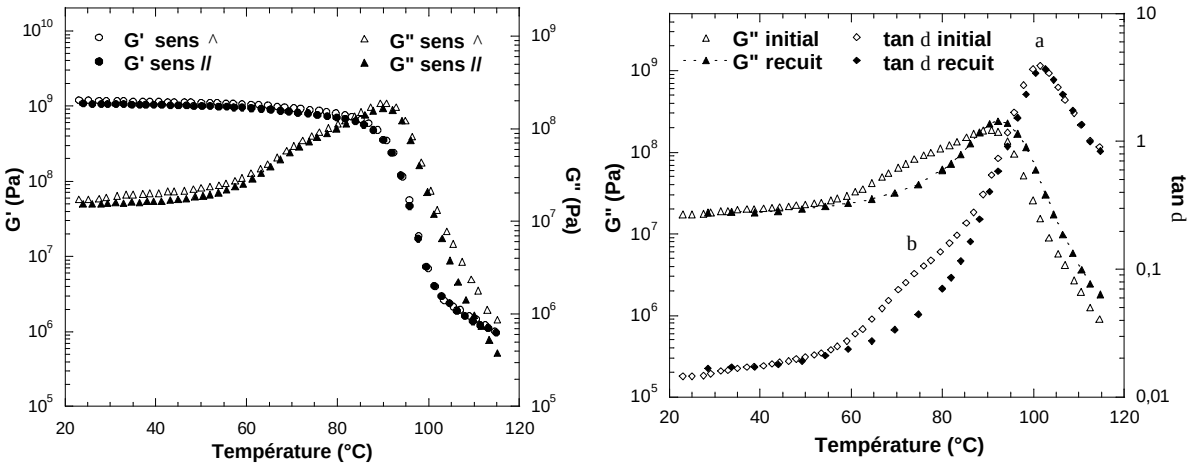
b) Effet de la mise en œuvre

L'effet d'une anisotropie du matériau sur son comportement rhéologique est analysé par D.M.T.A entre 25 et 120 °C avec des prélèvements perpendiculaires (sens ⊥) et parallèles (sens //) au sens d'extrusion, sur une feuille non relaxée. Compte tenu de la faible vitesse de chauffage choisie pour ces mesures (1 °C.min^{-1}), une relaxation progressive des orientations du matériau est autorisée pendant le balayage de température.

Les évolutions des modules élastique et visqueux obtenus pour les deux sens de prélèvement sont présentées (figure II-9 (a)) et apparaissent proches. L'anisotropie ne semble donc pas modifier de manière significative le comportement rhéologique. Les processus β interviennent de manière semblable pour les deux sens de prélèvement. Par contre, une légère différence d'évolution de la composante anélastique G'' a pu être été mise en évidence au dessus de T_α, la température de transition α n'étant pas elle-même modifiée. Cela pourrait provenir d'une évolution de la géométrie de l'éprouvette au passage de la transition α différente selon le sens de prélèvement du matériau, ce qui se ressent logiquement sur l'évolution des modules (calculés à partir de la géométrie initiale). Il s'agit donc plutôt d'un artefact de mesure que d'une évolution de G''.

Pour compléter ces mesures, une analyse après recuit de 15 minutes sous presse (0,5 Mpa, pour conserver la géométrie des plaques) à 120 °C a été réalisée (figure II-9 (b)). Nos mesures indiquent une diminution du pic de l'angle de perte correspondant aux processus β, signe d'une réorganisation interne, conformément aux résultats de la littérature [8, 9]. Un chauffage préalable de la feuille se traduit donc par la relaxation d'un certain nombre de contraintes et/ou

orientations résiduelles qui peut modifier la mobilité moléculaire des chaînes en dessous de T_α. Par contre, la transition principale α n'est pas perturbée.



(a) Influence du sens de prélèvement : comparaison d'échantillons prélevés perpendiculairement (sens ⊥) et parallèlement au sens d'extrusion (sens //)

(b) Effet d'un recuit sous presse (échantillons prélevés perpendiculairement au sens d'extrusion)

figure II-9 : Influence de la mise en forme des plaques par analyse dynamique mécanique en torsion, balayage en température à 1 °C.min^{-1} pour une fréquence de 1 rad.s^{-1}.

Par la suite, compte tenu des difficultés de réalisation d'un recuit contrôlé tout en conservant la géométrie des feuilles et de la faible influence de celui-ci sur les propriétés rhéologiques, nous caractériserons systématiquement notre matériau à l'état brut. Par ailleurs, les effets d'anisotropie étant faibles, nous ne caractériserons pas le matériau de façon systématique dans les deux directions. Nous choisirons de prélever nos éprouvettes dans le sens transversal car, dans cette direction, la longueur de l'éprouvette ne varie pas ce qui facilite les essais.

Les variations dimensionnelles, même faibles seront prises en compte dans le dépouillement des essais mécaniques en grande déformation (traction) présentés au Chapitre IV. Nous prenons par contre le parti de ne pas corriger les essais D.M.T.A. qui ne seront pas exploités en termes quantitatifs, exception faite de T_α qui n'est pas perturbée.

c) Sensibilité à la fréquence : déplacement de la transition a

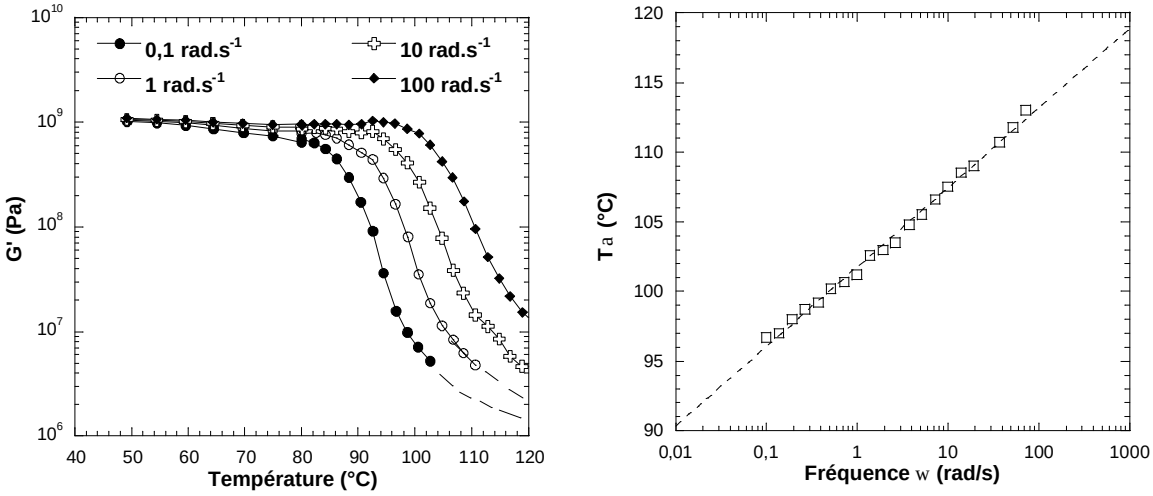
La dépendance de la température de transition α avec la fréquence de sollicitation (figure II-10) est notable dans la gamme 0,1 à 100 rad.s^{-1}.

Les évolutions de modules élastiques entre 50 et 120 °C, présentées figure II-10 (a) pour quatre fréquences de sollicitation, mettent en évidence le déplacement de la température de transition α vers les températures croissantes avec la fréquence. Les fins de courbes présentées en pointillé correspondent aux mesures pour lesquelles on se situe trop proche de la limite de détection du capteur. Ce déplacement peut être représenté par une interpolation linéaire en échelle logarithmique (figure II-10 (b) et équation II.4).

$$T_a = 2.48 \times \ln(v) + 101.75 \qquad \text{(II.4)}$$

Même s'il est risqué de faire une équivalence simple entre fréquence et vitesse de sollicitation dans le procédé, ces essais mettent en lumière les effets probables de la vitesse dans celui-ci.

Multiplier la vitesse par dix revient à une augmentation de la température de transition de plus de 5 °C. Compte-tenu de l'ampleur des modifications rhéologiques dont elle s'accompagne, il est évident que ces effets de vitesse devront être pris en compte.



(a) Sensibilité du module élastique G' vis à vis de la fréquence de sollicitation entre 0,1 à 100 rad.s^{-1}

(b) Déplacement de la température de transition α avec la fréquence de sollicitation

figure II-10 : Sensibilité de la transition *a* à la fréquence de sollicitation. Résultats obtenus par analyse dynamique mécanique en torsion rectangulaire pour une vitesse de chauffage de 1 °C.min^{-1}.

Les effets de la fréquence sont également notables pour les mesures conduites entre 130 et 200 °C, sur le plateau caoutchoutique et la zone d'écoulement (figure II-12 (a), p. 30). Une sollicitation à plus haute fréquence, à température donnée, se traduit par un module élastique plus élevé du fait de la diminution relative de l'écart à la transition α.

II.2.3. Equivalence temps-température

Les comportements en fonction de la température et de la fréquence sont liés, les hautes fréquences étant équivalentes aux basses températures et les basses fréquences équivalentes aux températures élevées. C'est le principe d'équivalence temps-température, qui est classiquement vérifié dans le cadre de la viscoélasticité linéaire [29].

Pour mieux rendre compte de cette double dépendance en température et en vitesse de sollicitation et simplifier l'analyse des propriétés viscoélastiques du matériau, la construction d'une courbe dite « maîtresse » peut être utile. On effectue pour cela des translations horizontales des courbes expérimentales obtenues en fonction de la fréquence (en échelles logarithmiques) pour différentes températures afin de les superposer à une des courbes choisie comme référence, ce qui s'écrit, dans le cas du module élastique de cisaillement G'(*w*) (équation II.5) :

$$G'(w,T_0) = \frac{rT}{r_0 T_0} \times G'(w \times a_{T/T_0}, T_0) \qquad \text{(II.5)}$$

où w , T et r sont respectivement la fréquence, la température et la masse volumique. Le facteur de translation horizontale $\log_{10}(a_{T/T_0})$ est appelé facteur de translation thermique, et dépend de la température mais aussi de la température de référence choisie T_0 [29].

L'intérêt de l'obtention de courbes maîtresses est d'obtenir les caractéristiques viscoélastiques du polymère sur une gamme de temps considérablement élargie par rapport aux possibilités de mesure des rhéomètres.

a) Courbes maîtresses et analyse selon la loi WLF

Deux courbes maîtresses ont pu être établies pour notre matériau à partir des mesures dynamiques conduites en balayage de fréquence pour des températures comprises entre 92 et 120 °C d'une part (figure II-11) et entre 130 et 200 °C d'autre part (figure II-12).

Pour l'analyse conduite à l'état « solide », la température de référence est choisie à 100 °C, proche de la température de transition α à 1 rad.s^{-1}. Aucun glissement vertical (correspondant à des variations de masse volumique) n'a été intégré pour l'obtention de la courbe maîtresse présentée figure II-11 (a). Comme précédemment, les fins de courbes présentées en pointillé correspondent à des mesures de modules moins fiables en raison des faibles niveaux de couple. Elles s'intègrent toutefois bien suivant la courbe maîtresse. Le point d'intersection des modules élastique et visqueux est relevé sur ce diagramme à 1.8 10^{-2} s^{-1}.

La dépendance en température des coefficients de glissement a_{T/T_0} peut être décrite par la relation semi-empirique proposée par Williams, Landel et Ferry (loi WLF [30]), dans le domaine de température compris entre T_α et T_α + 100 °C (équation II.6).

$$\log_{10}(a_{T/T_0}) = -\frac{C_1^0(T-T_0)}{C_2^0 + T - T_0} \qquad \text{(II.6)}$$

Les coefficients viscoélastiques, C_1^0 et C_2^0, sont des caractéristiques du matériau mais leurs valeurs sont fonction du choix de la température de référence T_0. Pour notre mélange de polystyrène, nous obtenons (figure II-11 (b)) : $C_1^0 = 11.8$ et $C_2^0 = 72\,°C$, ce qui reste proche des valeurs de la littérature [31].

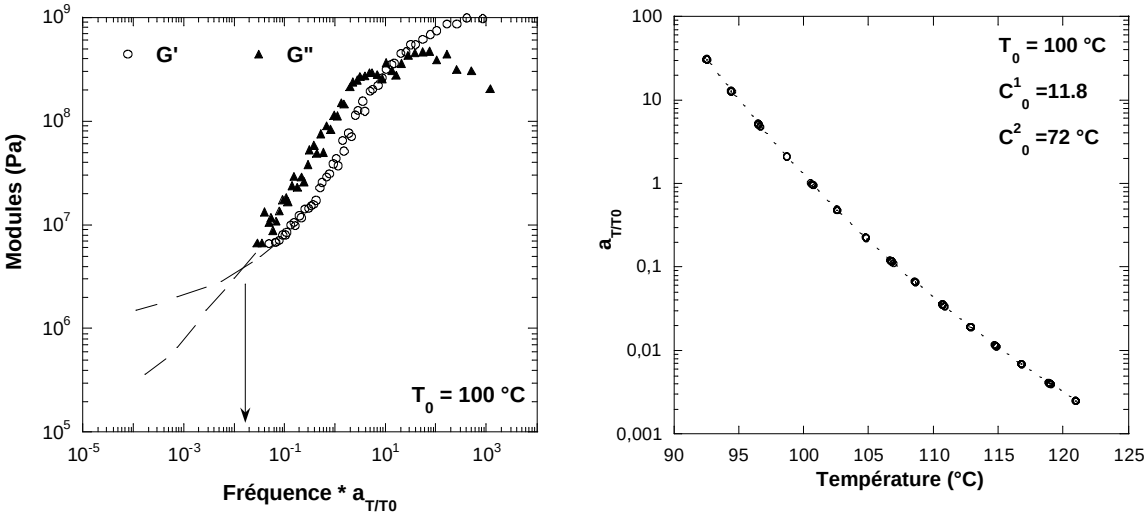
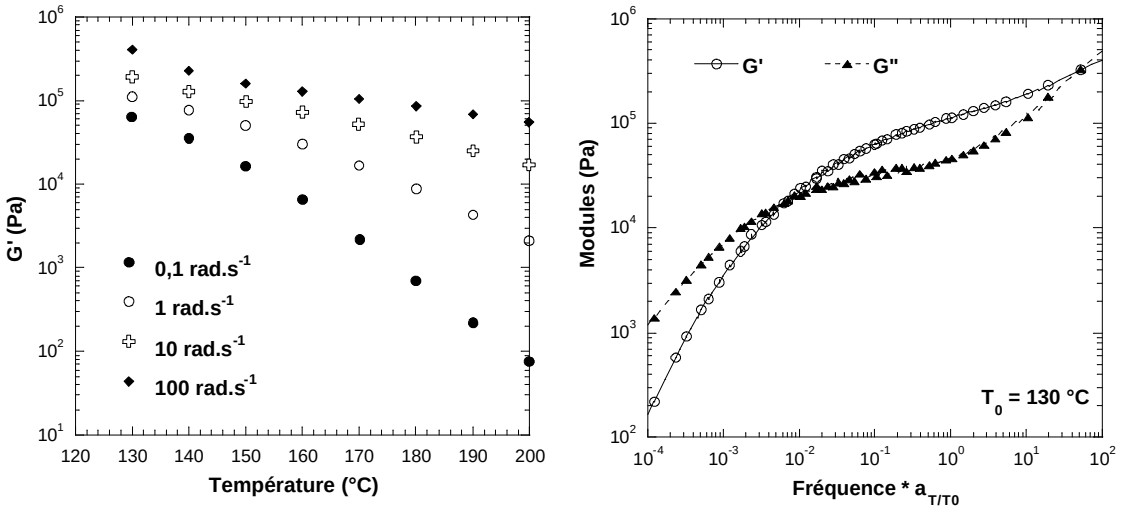


figure II-11 : Courbe maîtresse à T_0=100 °C des modules élastiques et anélastiques obtenus à partir d'un balayage en fréquence dans la gamme [0,1-100 rad.s^{-1}] pour des températures comprises entre 92 et 130 °C (a) et analyse WLF des facteurs de translation thermique (b).

Une courbe maîtresse peut également être obtenue à partir des mesures réalisées à hautes températures, comme illustré figure II-12 (b) pour une température de référence de 130 °C. Les coefficients de glissement obéissent à une équation de WLF, avec $C_1^0 = 8.14$ et $C_2^0 = 108\,°C$.



(a) (b)

figure II-12 : Sensibilité du comportement du mélange de polystyrène étudié en spectroscopie mécanique en torsion (géométrie plan/plan) à la température (entre 130 et 200 °C) et à la fréquence de sollicitation (entre de 0,1 et 100 rad.s^{-1}) (a) et courbe maîtresse à T_0=130 °C obtenue (b).

b) Construction d'une courbe maîtresse sur toute la gamme expérimentale

Nos mesures rhéologiques peuvent être regroupées. En effet, les coefficients de l'équation WLF identifiés à basse température pour une référence de 100 °C ($C_1^0 = 11.8$ et $C_2^0 = 72\,°C$) permettent aussi de regrouper les essais hautes températures sur la même courbe maîtresse (figure II-13).

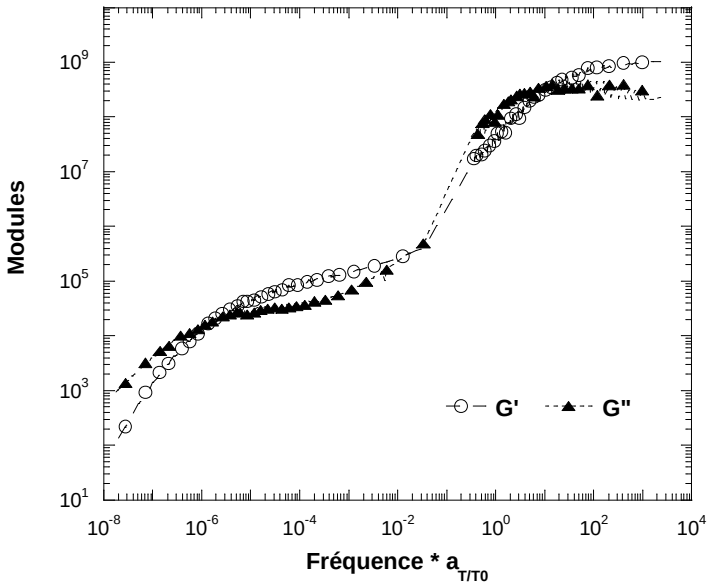


figure II-13 : Courbe maîtresse à T_0 = 100 °C des modules élastique et anélastique obtenus à partir d'un balayage en fréquence dans la gamme [0,1-100 rad.s^{-1}] pour des températures comprises entre 92 et 130 °C.

La construction d'une telle courbe maîtresse semble indiquer que les mouvements moléculaires mis en jeu sur le plateau caoutchoutique mais aussi dans la zone d'écoulement sont bien les processus intervenant dans la zone de transition α puisqu'ils présentent la même sensibilité au couple (température, vitesse). D'autres auteurs ont déjà pu mettre en évidence l'existence d'une telle courbe maîtresse pour le polystyrène [32].

II.2.4. Conclusions relatives au procédé de thermoformage

La feuille étudiée dans ce travail, bien que renforcée au choc, présente un comportement viscoélastique linéaire proche de ceux décrits dans la littérature pour un polystyrène atactique. Le polystyrène mis en forme par thermoformage est utilisé à l'état caoutchoutique, au-dessus de sa transition α. Compte tenu de nos observations, il est à craindre que son comportement soit fortement thermodépendant et très sensible aux effets de vitesse du fait du déplacement de T_α.

Dans le procédé, il sera sans doute important de rendre compte de la brusque « rigidification » du matériau qui intervient à proximité de la transition α. Ces effets risquent en particulier d'être importants au niveau des outils, qui refroidissent la feuille, et peuvent contrôler en partie les localisations de la déformation (alors déplacée vers les zones restées « plus chaudes »). Une prise en compte des effets de vitesse apparaît fondamentale puisqu'elle règle en partie l'écart à la transition α, qui est variable au cours du procédé en fonction du couple (vitesse, température).

Nous avons montré que le principe d'équivalence temps-température s'applique sur toute la gamme de température et de vitesse du procédé, ce qui semble indiquer que les mêmes processus moléculaires sont activés de la zone d'écoulement jusqu'à l'amorce de la zone de transition (processus α). Pour rendre compte de cette équivalence, nous disposons d'une part de l'évolution de la température de transition α avec la fréquence de sollicitation, et d'autre part des facteurs de glissement qui suivent une loi de WLF.

La question se pose de savoir en quelle mesure cette équivalence temps-température, qui gouverne le comportement du mélange aux faibles déformations, intervient pour les grandes déformations du thermoformage. Le paragraphe suivant est donc dédié à une analyse bibliographique permettant d'illustrer l'origine moléculaire des propriétés macroscopiques du polystyrène lorsqu'il est soumis à une sollicitation mécanique. Cela nous permettra de discuter de l'utilisation du principe d'équivalence temps-température pour caractériser les évolutions de comportement observées en grandes déformations et décrites au Chapitre IV.

II.3. Etude bibliographique sur l'origine moléculaire du comportement mécanique macroscopique du polystyrène

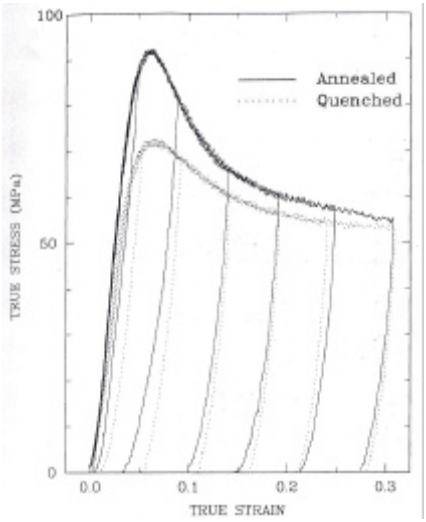
La déformation d'un matériau au cours d'une sollicitation mécanique résulte des réorganisations possibles au niveau de sa microstructure. Dans le cas de polymères amorphes, les mécanismes envisageables sont d'origine moléculaire. C'est à ce genre de mécanismes que nous nous intéresserons dans ce paragraphe dans le cas particulier du polystyrène.

Nous présentons quelques tentatives d'explication des mécanismes aux grandes déformations (à partir du seuil apparent d'écoulement plastique) qui ont été reliés aux processus moléculaires α et β. Ceci nous conduira à étendre le principe d'équivalence temps-température en dehors du cadre classique de la viscoélasticité linéaire.

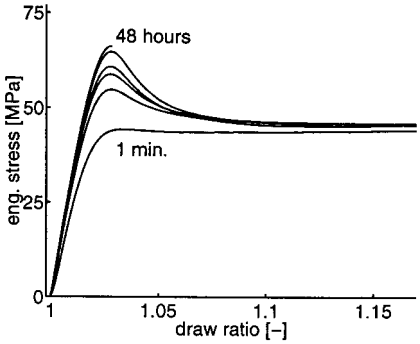
II.3.1. Déformation à l'état solide ($T<T_a$)

L'observation par microscopie électronique à balayage d'échantillons de polystyrène étirés à température ambiante au-delà du seuil d'écoulement montre que la déformation plastique est hétérogène à l'échelle microscopique, conduisant à des cavitations et/ou craquelures [1].

Le comportement du polystyrène en dessous de sa transition vitreuse présente un crochet de contrainte à la fin du domaine de déformation viscoélastique (figure II-14 (a)) [24, 33] et des phénomènes de vieillissement physique [24].



(a) Compression uni-axiale d'un polystyrène trempé et recuit à température ambiante à une vitesse de sollicitation de 0,001 s^{-1} d'après [24] : courbes de charge et de décharge pour différents taux de déformation



(b) Effet d'un rajeunissement mécanique par calandrage d'un polystyrène en traction uni-axiale à vitesse de sollicitation de 0,01 s^{-1} et influence du temps de vieillissement entre le calandrage et le test (entre 1 mn et 48 h), d'après [33].

figure II-14: Sensibilité de l'amplitude du crochet observé sur les courbes contrainte-déformation d'un polystyrène à l'histoire thermomécanique de l'échantillon : effet d'un recuit, d'une trempe et d'une pré-déformation plastique (rajeunissement mécanique par calandrage).

L'amplitude du crochet décroît avec la température [34], ce qui est cohérent avec l'existence de processus thermiquement activés à l'amorçage de la plasticité. Il est également très sensible à la vitesse de déformation dans la gamme de transition vitreuse, et peut disparaître pour les vitesses les plus lentes [32, 34].

Il est fortement sensible à l'histoire thermomécanique antérieure du matériau dont l'influence a été discutée précédemment (paragraphe II.2.1). L'amplitude du pic augmente à l'issue d'un recuit et diminue après une trempe (figure II-14 (a)) [24], ce qui montre que les processus plastiques sont favorisés par une structure désordonnée de l'échantillon.

Le crochet peut être totalement supprimé par une pré-déformation plastique (rajeunissement mécanique) mais est restauré si l'échantillon pré-déformé n'est pas sollicité immédiatement (figure II-14 (b)) [33]. La pré-déformation conduirait à la création de micro-défauts, excès locaux d'énergie relaxant dans le temps, qui constituent alors des sites préexistant favorables à l'amorçage de la plasticité lors d'une seconde sollicitation. La création de ces défauts s'accompagne d'une modification de structure du polymère dont nous discuterons au

paragraphe II.3.1.b). La diminution du crochet par rajeunissement mécanique est observé quelque soit le type de sollicitation appliqué pour la pré-déformation plastique (traction, torsion, compression, etc.).

Nous allons brièvement présenter quelques modèles permettant de décrire ces phénomènes, pour ensuite les confronter aux observations expérimentales de la littérature pour le polystyrène.

a) Modèles de déformation à l'état solide

La déformation des polymères à l'état solide est considérée comme un processus thermiquement activé correspondant au saut de barrières d'énergie résultant des interactions entre molécules, conformément à la théorie de l'écoulement développée par Eyring. Deux approches principales peuvent être dégagées, selon que la déformation est considérée comme homogène ou hétérogène.

- ***Modèle homogène de Roberston [35]***

Le modèle de Roberston considère que la déformation est microscopiquement homogène, et met en jeu des interactions exclusivement intramoléculaires. Il envisage l'existence de deux conformations rotationnelles planes : cis et trans. L'application d'une contrainte augmente la population de plus haute énergie (cis), comme si le matériau avait été chauffé, au détriment de la population de plus basse énergie (trans). La limite élastique est atteinte lorsque la population de haute énergie est équivalente à celle que l'on trouverait à une température proche de la transition α. Le seuil d'écoulement correspondrait donc au passage de la transition vitreuse.

Ce modèle permet de rendre compte de façon relativement satisfaisante du comportement au seuil du polystyrène dans une gamme de température proche de la transition vitreuse [35]. De tels changements conformationnels ont effectivement pu être mis en évidence expérimentalement (spectrométrie Infra Rouge) pour le polystyrène à des températures proches de la transition vitreuse [37]. Cependant, ils n'ont pas été observés à température ambiante (travaux de Magonov sur le polystyrène d'après [32]).

- ***Modèles hétérogènes***

Les modèles les plus récents (modèles d'Oleynik [36] et de Perez [16, 17]) considèrent les processus de déformations plastiques comme hétérogènes, faisant appel à la notion de défauts au sein desquels se produisent les processus élémentaires de la déformation. Ces défauts sont qualifiés de « micro-domaines cisaillés » (MDC) par Perez ou de « Plastic Shear Defects » (PSD) par Oleynik. Le stade initial de la déformation correspond à la germination de ces défauts, les autres à leur croissance.

L'approche de Perez vise à obtenir une description cohérente et quantitative du comportement mécanique dans des conditions expérimentales diverses (petites et grandes déformations), et fait intervenir les processus moléculaires des transitions α et β. L'approche d'Oleynik, plus qualitative, ne décrit pas les processus de déformations en terme de mouvements moléculaires des chaînes.

D'après Oleynik, les zones cisaillées contenant localement la déformation (PSD) sont décrites comme des états métastables excités, dont l'activation est purement mécanique (pas de réorganisation des chaînes). A partir d'un taux de déformation, les PSD métastables se décomposent par réarrangement conformationnels vers un état plus stable, ce qui se traduit macroscopiquement par un adoucissement de contrainte. D'après cet auteur, le régime

stationnaire de la déformation plastique observé (plateau) résulte alors de la compétition entre activation et décomposition des PSD.

D'après Perez, les micro-domaines cisaillés (MDC) apparaissent dans les zones amorphes où la mobilité moléculaire est plus élevée. Ces sites, appelés défauts quasi-ponctuels (dqp) généralisent l'idée de volume libre puisqu'ils correspondent à des microfluctuations de densité, qui peuvent être positives ou négatives. D'après Perez, l'activation des MDC résulte de mouvements locaux des chaînes de type β. Le seuil d'écoulement macroscopique (anélastique) marque une phase d'expansion des MDC par diffusion des molécules, correspondant aux processus α. Enfin, leur coalescence, avec dissipation de l'énergie élastique stockée, conduit au régime viscoplatique.

Ces deux modèles impliquent une modification structurale du verre au seuil d'écoulement qui se traduit par une augmentation de l'énergie interne du système.

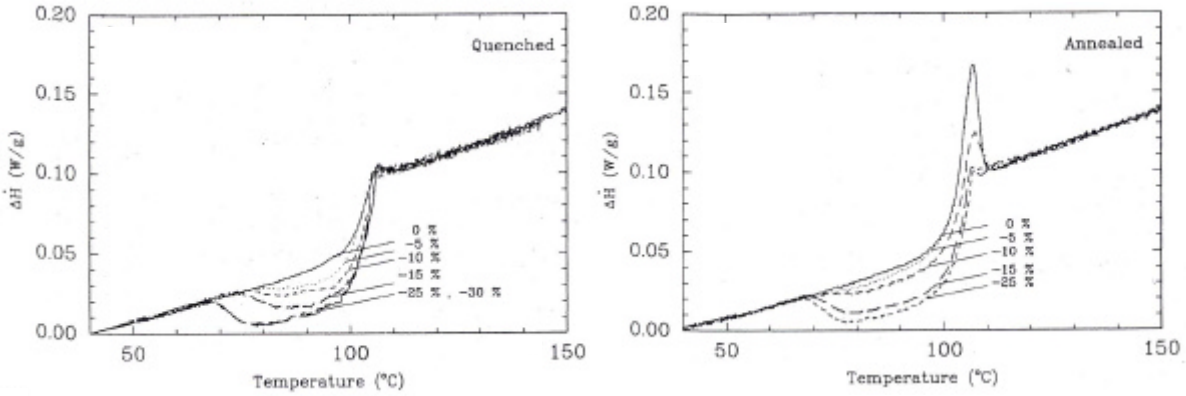
b) Observations expérimentales

La mise en évidence expérimentale des mécanismes de déformation mis en jeu au passage du seuil de plasticité ont été obtenues, pour le polystyrène, par deux approches principales :

- l'étude des propriétés thermophysiques du matériau : mesures calorimétriques en cours de déformation [36] ou analyse thermique différentielle (DSC) [24, 36] et mesures de la recouvrance de la déformation sur des échantillons déformés plastiquement [36],
- l'analyse des mécanismes de déformation locale par des techniques spectroscopiques (IR, RX, RMN, etc …) ou par mesure de l'orientation des chaînes (biréfringence) [32, 37].

▪ ***Etude des propriétés thermophysiques***

Des mesures calorimétriques montrent qu'un stockage d'énergie intervient au sein du matériau déformé plastiquement à température ambiante (travaux de Oleynik [36], et de Hasan et Boyce en compression uni axiale [24]). Ce stockage d'énergie se traduit par un phénomène exothermique observé par DSC, comme le montrent les diagrammes obtenus par Hasan et Boyce [24] et présentés figure II-15 pour des échantillons trempés (a) et recuits (b) pour différents taux de déformation.



(a) (b)

figure II-15 : Analyse DSC d'un polystyrène (a) trempé et (b) recuit (1 h à T_g + 15 °C puis refroidissement lent) pour différents taux de déformation (compression uni-axiale à température ambiante à une vitesse de sollicitation de 0,001 s^{-1}) d'après [24] .

Le phénomène exothermique débute à des températures inférieures à la transition vitreuse lorsque la déformation se situe en deçà du seuil d'écoulement (ε_{seuil} ~ 6 % d'après la figure II-14 (a)) mais concerne également la gamme de transition vitreuse au delà de celui-ci. Des mesures sur échantillons recuits montrent la présence d'un pic endothermique supplémentaire juste au-dessus de T_α, l'amplitude de ce pic étant décroissante avec la déformation (figure II-15 (b)).

Ces résultats indiquent que des mouvements moléculaires locaux nécessitant le franchissement de potentiel d'énergie (le matériau « consomme » de l'énergie) sont mis en jeu au cours de l'amorçage de la déformation plastique. De nombreux auteurs s'accordent pour dire que ces mouvements moléculaires sont amorcés dans des zones désordonnées de haute énergie, agissant comme des germes à l'écoulement plastique [16, 24, 36, 38], conformément à la description des modèles moléculaires hétérogènes. L'amorçage de la déformation plastique nécessiterait donc une contrainte élevée pour créer ces germes, d'autant plus importante que la structure de l'échantillon est ordonnée. Ainsi, le travail mécanique nécessaire à la déformation d'un échantillon recuit (défini par l'aire sous la courbe contrainte-déformation, figure II-14 (a)) est plus important que pour l'échantillon trempé, car une partie du travail mécanique doit être transformé en énergie interne pour augmenter le désordre (pic endothermique en DSC). Par contre, une pré-déformation plastique facilite, en créant un nombre suffisant de germes, la déformation plastique qui se produit à un niveau de contrainte plus faible.

Les processus de déformation du polystyrène évoluent avec la température. Ceci se traduit par une diminution du pic exothermique en DSC (figure II-16), parallèlement à la diminution du niveau du crochet, quand la température de déformation augmente.

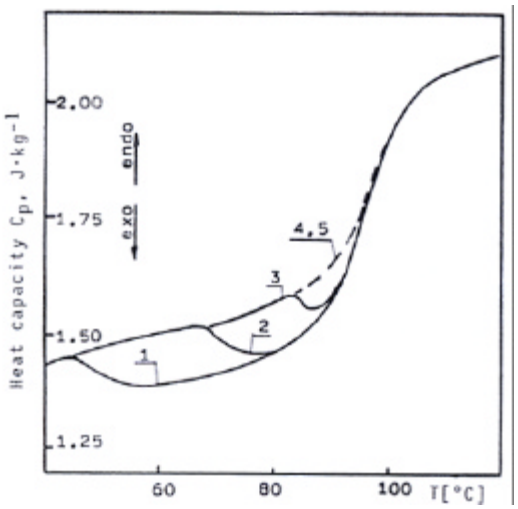


figure II-16 : Analyse DSC à 20 °C.min^{-1} d'un polystyrène déformé à 13 % par compression uni-axiale (vitesse de sollicitation de 0,001 s^{-1}) à différentes températures T_{def} d'après [36] : (1) : T_{def} =25 °C ; (2) : T_{def} =65 °C ; (3) : T_{def} =80 °C ; (4) : second passage en DSC des échantillons (1), (2) et (3) ; (5) : échantillon non déformé.

Si l'échantillon est déformé à une température légèrement inférieure à la transition α (96 °C à 10^{-2} s^{-1}) un crochet de contrainte est observé. Par contre, aucun phénomène exothermique n'est décelé en DSC [32], ce qui suggère que les processus de déformation mis en jeu ne correspondent probablement plus à des processus d'activation de défauts (qui conduiraient à une augmentation de l'énergie interne du système).

Oleynik [36] met également en évidence l'évolution des mécanismes de déformation du polystyrène en fonction de la température par des mesures de recouvrance d'échantillons

déformés par compression uni-axiale à différentes températures. La recouvrance est mesurée en continu entre 40 et 120 °C (balayage de température à 20 °C.min^{-1}). Deux processus de recouvrance distincts sont observés pendant ce balayage en température :

- une recouvrance à des températures nettement inférieures à T_α, attribuée à la relaxation des défauts crées au sein de l'échantillon à l'amorçage de la plasticité (à rapprocher des pics exothermiques relevés en DSC),
- une recouvrance qui débute à la transition vitreuse, reliée à l'orientation et aux changements de conformations des chaînes.

Lorsque la température à laquelle l'échantillon est sollicité augmente, la proportion du phénomène de recouvrance intervenant au-delà de T_α augmente également et devient le seul mécanisme activé si l'échantillon a été déformé dans son état caoutchoutique ($T > T_\alpha$).

- ***Analyse des mécanismes de déformation locale***

L'analyse de la dynamique locale des chaînes permet de compléter les observations précédentes et de préciser la nature des mouvements moléculaires activés selon la température de déformation de l'échantillon. Pour des températures proches de la transition α ($T_\alpha \pm 2$ °C) les changements conformationnels du polystyrène induits par une déformation uni-axiale ont été en particulier étudiés par Xu et Monnerie (spectrométrie IR [37]) et par Luap (biréfringence, RX, et RMN [32]) .

Xu et Monnerie rapportent une augmentation du taux de conformation gauche de plus haute énergie au passage du seuil de plasticité. A haute déformation, une décroissance du même taux est observée, la conformation trans étant alors favorisée puisqu'elle permet un plus grand dépliement des chaînes. Ces auteurs ont montré que le taux maximal de conformation gauche observé au seuil de plasticité correspond aux taux que l'on obtient pour un échantillon non déformé porté à une température supérieure à la transition vitreuse (T_g + 30 °C) [37]. Ces résultats sont en très bon accord avec la théorie proposée par Roberston [35] qui suppose que l'effet de la contrainte est d'augmenter la population de haute énergie de la même manière qu'une élévation de température, le seuil d'écoulement correspondant au passage de la transition vitreuse. Au voisinage de T_α, une description homogène de la déformation paraît donc pertinente. Par contre, les observations expérimentales relevées précédemment indiquent que la déformation de l'éprouvette devient hétérogène à température ambiante.

Pour un polystyrène sollicité au voisinage de T_α (96 °C à 10^{-2} s^{-1}), aucun phénomène exothermique n'est observé en DSC et aucune influence sur la structure ou la mobilité moléculaire n'a pu être mise en évidence expérimentalement (RX, RMN, diffusion de neutrons) [32]. On observe par ailleurs un écart à la loi photoélastique qui n'est pas corrélé à la limite d'extensibilité des chaînes [par exemple 32]. Cet écart à la linéarité entre la contrainte et l'orientation moléculaire des chaînes déterminée par biréfringence correspond à l'apparition du crochet de contrainte. Ces résultats expérimentaux sont généralement interprétés en considérant que la contrainte totale peut être décomposée en :

- une contribution entropique associée à l'orientation des chaînes, reliée à la biréfringence via la loi photoélastique,
- une contribution supplémentaire apparaissant au voisinage de T_α, non reliée à l'orientation des chaînes, et responsable du crochet observé sur les courbes contrainte-déformation.

Cet « excès de contrainte » serait relié à la germination de défauts responsables de l'écoulement plastique à basse température, comme il a été discuté précédemment. Par contre, au voisinage de T_α, son origine n'apparaît pas reliée à une modification de la structure locale du polystyrène

mais plutôt à l'existence d'interactions répulsives entre segments non liés (intra et inter chaînes) [32].

Cette coexistence de deux processus de déformation différents, dont l'importance relative est fonction de l'écart à la transition α, peut être modélisée en considérant que la contrainte est décomposée en deux termes : une composante dépendant du taux d'allongement et de l'orientation des chaînes et une composante d'activation correspondant aux processus plastiques [38] (figure II-17).

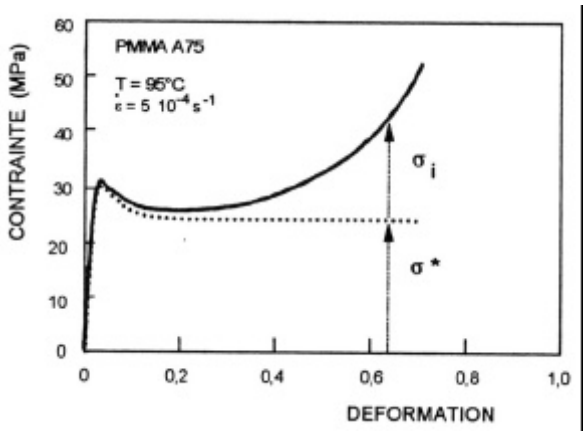


figure II-17 : Déformation des polymères à l'état solide : décomposition de la contrainte vraie en une composition d'activation s^* et une composition d'orientation s_i d'après [38].

Enfin, les travaux de Luap en traction uni-axiale à vitesse de déformation constante (rhéométrie élongationnelle) [4] montrent que le principe d'équivalence temps-température peut être étendu en grande déformation pour le polystyrène au voisinage de sa transition α. La figure II-18 représente ainsi l'évolution de contrainte et de biréfringence en fonction du temps réduit ($a_{T/T0} \times t = \frac{\dot{e}_T}{\dot{e}_{T0}} \times t$) exprimé avec un facteur de glissement en adéquation avec les facteurs de glissement déterminés en visco-élasticité linéaire (loi WLF).

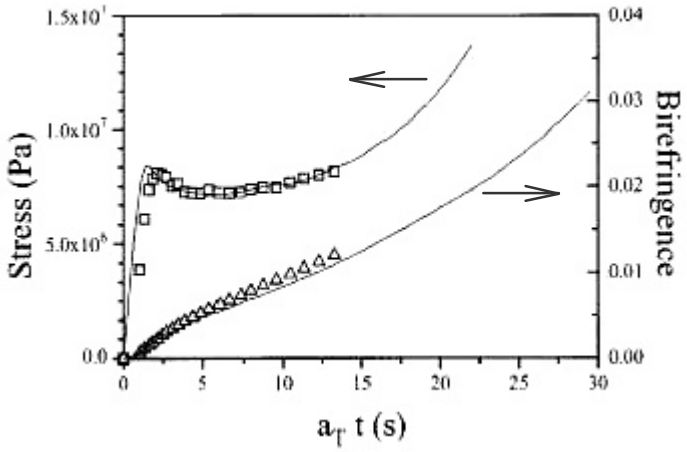


figure II-18 : Vérification du principe d'équivalence temps-température au voisinage de T_a sur la contrainte et la biréfringence du polystyrène en traction uni-axiale à vitesse de déformation constante (rhéométrie élongationnelle) d'après [32] : essais à 97,6 °C pour une vitesse de déformation de 0,05 s^{-1} (traits continus) et à 94.6 °C pour une vitesse de déformation de 0,01 s^{-1} (symboles) superposés en prenant une température de référence de 97.6 °C.

Compte-tenu des fortes sensibilités observées à la température et à la vitesse de sollicitation au voisinage de T_α, une telle superposition apparaît très satisfaisante. Il semble donc que le principe d'équivalence temps-température s'applique au voisinage de T_α. Ceci signifie que le comportement macroscopique serait alors la signature des processus moléculaires des chaînes de type α.

II.3.2. Déformation au dessus de T_a

a) Plateau caoutchoutique

Sur son plateau caoutchoutique, le polystyrène a des propriétés proches de celles d'un d'élastomère, c'est-à-dire un module d'Young très faible et de très grands allongements à la rupture. Par ailleurs, son comportement viscoélastique est réglé par le couple (température, vitesse de déformation) qui définit la mobilité moléculaire des chaînes, comme nous l'avons vu précédemment.

Son comportement en traction uni-axiale (grandes déformations) a été étudié en rhéométrie élongationnelle à vitesse de déformation constante, par exemple par Muller et Froelich [39, 40, 41] (déformation supposée homogène et vitesse de sollicitation exponentielle de 120 à 130 °C et de 2 10^{-2} à 4 10^{-1} s^{-1}). Des mesures de relaxation après déformation (15 minutes à 150 °C) montrent que, sur le plateau caoutchoutique, la réversibilité de la déformation est supérieure à 95 % de la déformation appliquée, pour des élongations $l = l / l_0$ de l'ordre de 10.

Ces mesures en grande déformation démontrent en outre que l'on retrouve la double dépendance température/vitesse de déformation, l'effet d'une diminution de température étant similaire à une augmentation de vitesse. Le principe d'équivalence temps-température est vérifié (figure II-19 (a)), les facteurs de translations permettant de réaliser ces superpositions étant identiques à ceux déterminés dans la gamme linéaire et vérifient donc une dépendance avec la température de type WLF [39].

Muller et Froelich ont par ailleurs montré que le comportement élongationnel du polystyrène pouvait être décrit par des approches hyper-élastiques sur son plateau caoutchoutique, par exemple en utilisant les modèles Néo-Hookéen ou de Mooney-Rivlin [40, 41]. Les paramètres de ces lois varient en fonction des conditions expérimentales de température et de vitesse, mais une prise en compte du principe d'équivalence temps-température est possible.

Ainsi, la figure II-19 (b) représente l'analyse de l'évolution de la contrainte en fonction de $(l^2 - l^{-1})$ selon une loi de type Néo-Hookéen, présentée équation II.7 :

$$s(l, T, \dot{e}) = G(\dot{e}) \times (l^2 - l^{-1}) + s_V(\dot{e})$$

$$\text{avec } G(\dot{e}) = \frac{rRT}{M(\dot{e})} \qquad \text{(II.7)}$$

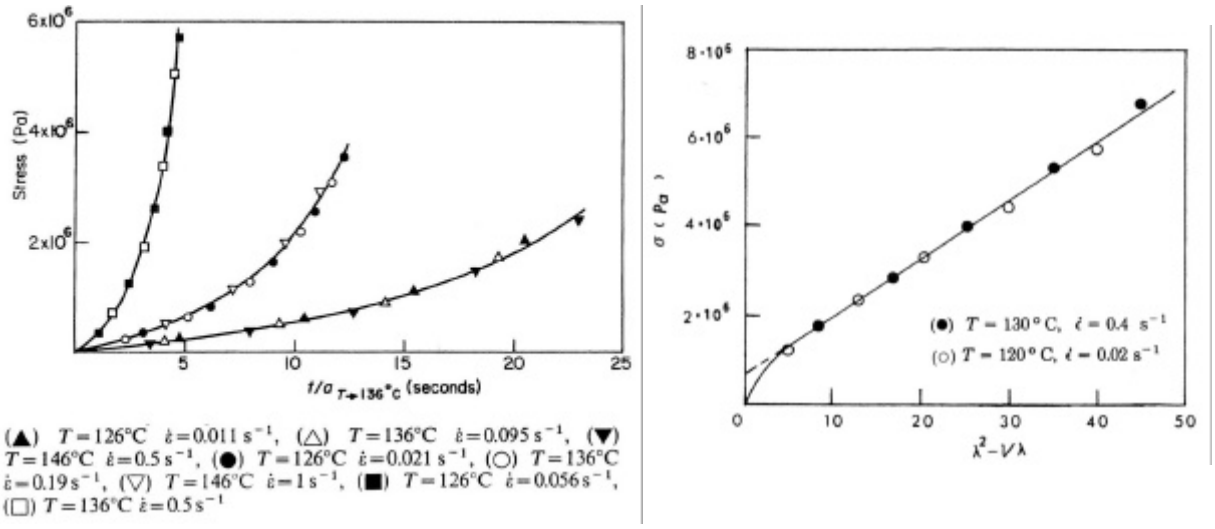
$$\text{et } h_V(\dot{e}) = \frac{s_V(\dot{e})}{\dot{e}} = 3h_0(\dot{e}),\ h_0 \text{ étant la viscosité de cisaillement}$$

Le premier terme de cette expression décrit la contribution entropique de la déformation du matériau, qui apparaît dépendante de la vitesse de sollicitation du réseau via la masse moléculaire moyenne entre enchevêtrements *M*. Sur le plateau caoutchoutique, *M* reste en fait

proche de la valeur correspondant au réseau non déformé, prédite à partir du module de cisaillement déterminé par DMTA sur le plateau caoutchoutique (de l'ordre de 20000 g/moles pour le PS d'après [41]). Par contre, à proximité de la zone d'écoulement (à basse vitesse de sollicitation ou à haute température), la valeur de M augmente lorsque la vitesse de sollicitation diminue, ce qui indique qu'un certain désenchevêtrement des chaînes se produit. Il a pour conséquence qu'une part non négligeable de la déformation devient irréversible.

Un terme constant supplémentaire intervient, s_V, qui apparaît corrélé aux propriétés viscoélastiques linéaires du polystyrène puisqu'il vérifie la loi de Trouton.

Dans une telle analyse, le principe d'équivalence temps-température s'applique avec succès aux paramètres de la loi, ici G et s_V.



(a) Evolution de la contrainte élongationnelle en fonction du temps réduit d'un polystyrène atactique, pour une température de référence de 136 °C (vitesse de déformation constante), d'après [39].

(b) Analyse du comportement élongationnel du polystyrène sur son plateau caoutchoutique en terme d'élasticité hyper –élastique (Néo-Hookéen) : superposition temps-température, d'après [41].

figure II-19 : Vérification du principe d'équivalence temps-température sur le plateau caoutchoutique du polystyrène en rhéométrie élongationnelle et analyse du comportement par le modèle hyper-élastique Néo-Hookéen.

b) Zone d'écoulement

A plus haute température et/ou à plus basse vitesse, une analyse hyper-élastique n'est plus satisfaisante lorsqu'un début d'écoulement est observé (entre 130 et 150 °C et de 5 10^{-3} à 5 10^{-1} s^{-2} d'après [41]). Les désenchevêtrements des chaînes rendent en effet une part importante de la déformation non recouvrable.

Par contre, Muller et Froelich [41] ont montré que la description précédente selon un modèle Néo-Hookéen adapté reste acceptable si l'on considère la part réversible de déformation l_r (figure II-20), déterminée par des mesures de relaxation de l'éprouvette pour différents taux d'élongation (équation II.8) :

$$l_r(t) = \frac{L(t)}{L_r(t)} \text{ avec } L_r(t), \text{la longueur de l'éprouvette après relaxation} \qquad \text{(II.8)}$$

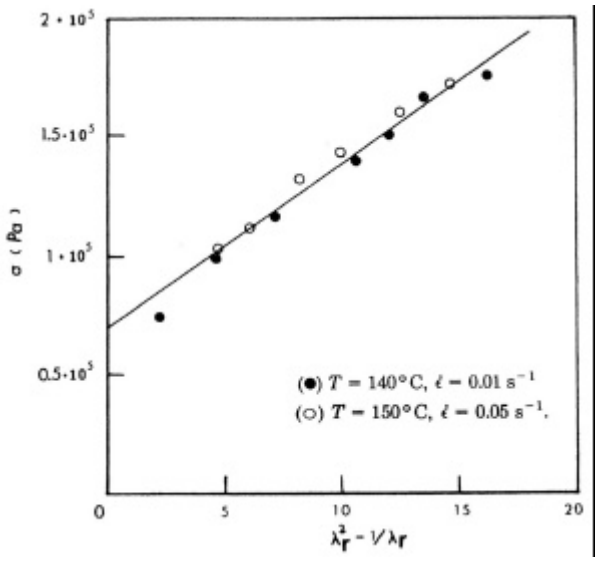


figure II-20 : Vérification du principe d'équivalence temps-température dans la zone d'écoulement du polystyrène en rhéométrie élongationnelle et analyse du comportement par le modèle hyper-élastique Néo-Hookéen d'après [41].

Dans ce cas, les trois paramètres du modèle, l_r, G et s_V, vérifient le principe d'équivalence temps-température, avec les même dépendances en température des coefficients de translation que pour les essais classiques de visco-élasticité linéaire.

II.3.3. Conclusions

De nombreux travaux de la littérature font donc référence aux mouvements moléculaires des chaînes pour décrire le comportement macroscopique du polystyrène en grande déformation, ce qui a conduit plusieurs auteurs à proposer des modélisations moléculaires.

Ainsi, le seuil de plasticité, observé pour la déformation du matériau en dessous et à proximité de T_α, est à corréler avec une mise en mouvement des chaînes, grâce à l'énergie mécanique apportée au matériau déformé plastiquement, similaire à celle que l'on obtiendrait au passage de la transition vitreuse.

A proximité de la transition α et sur le plateau caoutchoutique, il a été montré que le comportement du polystyrène, déterminé en traction uni-axiale, vérifiait le principe d'équivalence temps-température, qui semble donc pouvoir être étendu aux grandes déformations (viscoélasticité non linéaire) dans la plage de mise en forme par thermoformage. Nous confirmerons et exploiterons cette observation au Chapitre IV, dédié à l'étude du comportement mécanique du mélange de PS étudié en grandes déformations.

Le comportement du polystyrène en thermoformage, caractérisé par des allongements considérables et majoritairement réversibles, sera donc un comportement de type hyper-élastique, avec un fort caractère viscoélastique. C'est effectivement la mobilité des chaînes qui règle pour partie les propriétés du réseau caoutchoutique, dont les nœuds sont composés d'enchevêtrements (jonctions physiques temporaires résultant de l'encombrement stérique des macromolécules).

Références bibliographiques du chapitre II

[1] BILE, B., *Comportement mécanique de mélanges à matrice polystyrène renforcés au choc*. Thèse Doct. Sciences des Matériaux, Lille : Université des Sciences et technologies, 1999.

[2] BARROSO, V. C., RIBEIRO, S. P., MAIA, J. M., Unusual extensional behavior of a polystyrene / HIPS blend, *Rheol. Acta*., 42, 2003, p. 483-490.

[3] YANO, O. and YASAKU, W., Dynamic mechanical and dielectric relaxation of polystyrene below the glass temperature, *J. Polym. Sci., Part A-2*, 1971, 9, p. 669-686.

[4] YANO, O. and YASAKU, W, Effects of peroxide bonds and their degradation products on the dielectric relaxation of polystyrene, *J. Polym. Sci, Part B*, 1974, 12, p. 665-683.

[5] ALEXANDROVITCH, P. S., KARASZ, F., E. and MACKNIGHT, W. J., Dielectric relaxation of poly(chlorostyrenes) and their copolymers in the primary transition region, *Polymer*, 1980, 21, p. 488-494.

[6] BERNES, A., *Transitions et relaxations diélectriques dans le polystyrène amorphe ; Interprétation microstructurale*, Thèse Doct. Physiques des Polymères, Toulouse : Laboratoire de Physique des Solides, 1993.

[7] MUZEAU, E. *Etude des relaxations mécaniques alpha et béta du PMMA, du PS et de leurs copolymères*. Thèse Doct. Génie des Matériaux , Lyon : INSA, 1992.

[8] SAUER, B., B. and AVAKIAN, P., Cooperative relaxation in amorphous polymers studied by thermally stimulated current depolarization, *Polymer*, 1992, 33 (24), p. 5128-5142.

[9] VAN NGUYEN BACH, C. NOEL, Effect of chemical structure and thermal history on the β transition of polystyrene and some substituted polystyrenes, *J. Polym. Sci, Part A*, 1976, 14, p. 1627-1636.

[10] JOHARI, G. P., Intrinsic mobility of molecular glasses, *J. Chem. Phys.*, 1973, 58 (4), p. 1766-1770.

[11] HUTCHINSON, J.M. Relaxation processes and physical aging. In : The physics of glassy polymers (2d edition), London : Applied Science Publishers Ltd, ,1997, Chapman & Hall.

[12] JONES, A. A., Phenyl group rotation in polystyrene and the nature of twofold anisotropic internal rotation, *J. Polym. Sci, Part B*, 1977, 15, p. 863-872.

[13] CAVAILLE, J.Y., JOURDAN, C., PEREZ, J. and MONNERIE, L., Time-temperature superposition and dynamic mechanical behavior of atactic polystyrene, *J. Polym. Sci., Part B*, 1987, 25, p. 1235-1251.

[14] BERSHTEIN, V. A., EGOROV, V. M., PODOLSKY, A. F. and STEPANOV, V. A., Interrelationship and common nature of the β relaxation and the glass transition in polymers, *J. Polym. Sci. : Polymer letters Ed.*, 1985, 23, p. 371-377.

[15] RAULT, J. Origin of the Vogel-Fulcher-Tammann law in glass-forming materials : the α-β bifurcation, *J. of Non-Cryst. Sol.*, 2000, 271, p. 177-217.

[16] PEREZ, J. et LEFEVRE, J. M., Modélisation du comportement viscoélastique et plastique des polymères vitreux, dans : *Introduction à la mécanique des polymères*, p. 289-318, C. G'SELL and J. M. HAUDIN, Nancy : 1995, INPL. (ISBN : 2-905267-22-4).

[17] PEREZ, J., JOHARI G. P., A comparison of a point defects theory with relaxations in polymers, *J. of Non-Cryst. Sol.*,1991, 131-133, p. 935-941.

[18] VERDU, J. Structure et propriétés des polymères à l'état amorphe. dans : *Introduction à la mécanique des polymères*, p. 77-96, C. G'SELL and J. M. HAUDIN Ed., Nancy : 1995, INPL (ISBN : 2-905267-22-4).

[19] CLAUDY, P., LETOFFE, J. M., CAMBERLAIN, Y., PASCAULT, J. P., Glass transition of polystyrene versus molecular weight, *Polymer bulletin*, 9, 1983, p. 208-215.

[20] KOVACS, A., *Contribution à l'étude de l'évolution isotherme du volume de hauts polymères*, Thèse Doct. Sciences Physiques, Paris : Faculté des Sciences, 1955.

[21] RAULT, J., *Les polymères solides, amorphes, élastomères, semi-cristallins : Propriétés microscopiques et macroscopiques*, Toulouse : Cépaduès Ed., 2002.

[22] SONG, H. H. and ROE, R. J., Structural change accompanying volume change in amorphous polystyrene as studied by small and intermediate angle X-ray scattering, *Macromolecules*, 1987, 20, p. 2723-2732.

[23] KULIK, A.S. and PRINS, O., ^{2}H n.m.r. study of high pressure effects on the molecular dynamics in polystyrene : 2. Phenyl group motion, *Polymer*, 1993, 34 (22), p. 4635-4641.

[24] HASAN, O. A. and BOYCE, M. C., Energy storage during inelastic deformation of glassy polymers, *Polymer*, 1993, 34 (24), p. 5085-5092.

[25] VICTOR, J. G. and TORKELSON, J. M., On measuring the distribution of local free volume in glassy polymers by photochromic and fluorescence techniques, *Macromolecules*, 1987, 20, p. 2241-2250.

[26] VICTOR, J. G. and TORKELSON, J. M., Photochromic and fluorescent probe studies in glassy polymer matrices. 3 : Effect of physical aging and molar weight on the size distribution of local free volume in polystyrene, *Macromolecules*, 1988, 21, p. 3490-3497.

[27] YU,W. C., SUNG, C. S. P. and ROBERSTON, R., E., Site-specific labelling and the distribution of free volume in glassy polystyrene, *Macromolecules*, 1988, 21, p. 355-361.

[28] ROE, R. J. and CURRO, J. J., Small-angle X-ray scattering study of density fluctuation in polystyrene annealead below the glass transition temperature, *Macromolecules*, 1983, 16, p. 428-434.

[29] HALARY, J. L., Traitement pratique des résultats des essais de viscoélasticité. dans : *Introduction à la mécanique des polymères*, p. 169-189, C. G'SELL and J. M. HAUDIN Ed., Nancy : 1995, INPL (ISBN : 2-905267-22-4).

[30] WILLIAMS, M. L., LANDEL, R. F, FERRY, J. D., The temperature dependance of relaxation mechanisms in amourphous polymers and other glass-forming liquids, *J. Am. Chem. Society*, 1955, 77, p. 3701-3707.

[31] FERRY, J. D., *Viscoelastic properties of polymers*, second edition, New York : J. Wiley & sons Inc, 1970.

[32] LUAP, C., *Etude des relations entre contrainte et orientation moléculaire au voisinage de TG dans les polymères amorphes*. Thèse Doct. Physico-chimie des Matériaux Macromoléculaires, Strasbourg : Université Louis Pasteur, 1996.

[33] VAN MELICK, H., *Deformation and failure of polymer glasses* ; Thèse Doct, Eindhoven : 2002, University Press, 110p.

[34] BOYCE, M.C., HAWARD, R. N., The post-yield deformation of glassy polymers, In : The physics of glassy polymers (2d edition), London : Applied Science Publishers Ltd, 1997, Chapman & Hall.

[35] ROBERTSON, R. E., Theory for the plasticity of glassy polymers, *J. Chem. Phys.*, 44(10), 1965, p. 3950-3956

[36] OLEYNIK, E., Plastic deformation and mobility in glassy polymers, *Prog. in Colloid & Polym. Sci.*, 1989, 80, p. 140-150.

[37] XU, Z., JASSE, B. and MONNERIE, L., Fourier transform infrared study of conformational changes occurring at the yield point in uniaxially drawn polymers, *J. Polym. Sci, Part B*, 1989, 27, p. 355-368.

[38] G'SELL, C., Lois de comportement mécanique des polymères solides, dans : *Introduction à la mécanique des polymères*, p. 141-168, C. G'SELL and J. M. HAUDIN, Nancy : 1995, INPL. (ISBN : 2-905267-22-4).

[39] MULLER, R., FROELICH, D., New extensional rheometer for elongational viscosity and flow birefringence measurements : some results on polystyrene melts, *Polymer*, 1985, 26, p. 1477-1482.

[40] ZANG, Y. H, MULLER, R. and FROELICH, D., Interpretation of the rheological behavior in elongation of uncrosslinked polystyrene melts in term of the Mooney-Rivlin equation, *Polymer*, 1986, 27, p. 61-65.

[41] MULLER, R., FROELICH, D. and ZANG, Y. H., Tensile measurements on polystyrene melts. Interpretation of results in terms of rubberlike elasticity, *J. Polym. Sci.e, Part B*, 1987, 25, p. 295-310.

CHAPITRE III : Etude expérimentale du procédé de thermoformage assisté par poinçon

Chapitre III

Etude expérimentale du procédé de thermoformage assisté par poinçon

Nous souhaitons réaliser une analyse, la plus exhaustive possible, du procédé lui-même et des conditions réelles de sollicitation de la matière. Nous réalisons pour cela des thermoformages sur un prototype bien instrumenté, modifié pour permettre une observation directe de la feuille thermoformée pendant sa mise en forme. Notre objectif est d'identifier la cinématique du thermoformage et d'accéder aux modes de sollicitation locaux de la matière.

Nos observations permettront tout d'abord de définir au mieux le cadre d'étude des essais rhéologiques, décrits au Chapitre IV, en définissant les gammes de mode et de vitesse de sollicitation à reproduire.

Cette étude nous permettra en outre de préciser l'influence des paramètres de mise en œuvre sur les épaisseurs finales du pot ainsi que sur les chemins de déformation suivis par la matière. Un effort particulier sera porté sur l'étude des conditions de contact entre la matière et le poinçon pour discriminer les effets respectifs du frottement et des transferts thermiques.

Sommaire

III.1. Introduction 46

III.2. Présentation du prototype instrumenté 49
III.2.1. Description du cycle 50
a) Poste de chauffage 50
b) Poste de formage 50
III.2.2. Définition des essais 54

III.3. Caractérisation du thermoformage « standard » 55
III.3.1. Cinématique de la déformation 56
III.3.2. Mesures des élongations et des vitesses d'élongation locales 58
III.3.3. Mesures d'épaisseurs, élongation dans l'épaisseur 63
III.3.4. Incompressibilité et réversibilité de la déformation 64
III.3.5. Evolution de température au cours de la déformation 66
III.3.6. Conclusions 70

III.4. Influence du contact poinçon : frottement et thermique 71
III.4.1. Poinçon aluminium 72
a) Répartitions d'épaisseurs en fonction de la température du poinçon et effet d'une lubrification. 72
b) Cinématiques de déformation 76
c) Conclusions 81
III.4.2. Poinçon feutre : influence de la température de la feuille 82

III.5. Influence des paramètres cinématiques (poinçon feutre) 85
III.5.1. Vitesse de descente du poinçon 85
III.5.2. Hauteur de descente du poinçon 87

III.6. Conclusions 91

III.1. Introduction

Un pot thermoformé doit présenter une tenue mécanique suffisante pour résister aux conditions de remplissage et de transport en palettes tout en évitant les surépaisseurs inutiles. Ces propriétés sont classiquement estimées via la Résistance à la Charge Verticale (RCV), i.e. la résistance à l'écrasement vertical du pot. Il faut donc répartir la matière correctement sur les flancs et éviter les sous-épaisseurs qui constituent des points mécaniquement faibles [1]. S'agissant de thermoformage profond, la difficulté est de conserver une épaisseur suffisante au fond du pot.

Lors d'un soufflage pur, un chauffage hétérogène de la feuille peut permettre de localiser la déformation dans des zones périphériques plus chaudes (zone centrale plus froide) et aider à l'apport en fond de pot [2, 3]. Des optimisations de répartition initiale de température peuvent être obtenues par des méthodes d'analyse inverse [2, 4]. Cependant, on préfère plutôt avoir recours à une assistance mécanique pour augmenter l'apport de matière en fond du pot et améliorer l'homogénéité des épaisseurs du flanc [1, 5, 6, 7, 8]. Par contre, le poinçon conditionne alors pour une bonne part la déformation de la feuille [1, 5, 6, 7, 8, 9] et devient un élément clé du procédé.

L'apport de matière au fond du pot peut avoir deux origines distinctes :

- Le polymère est refroidi par le poinçon, généralement non thermostaté, ce qui modifie localement sa consistance et déporte la déformation dans les zones plus chaudes de la feuille. L'importance de ce refroidissement dépend des températures de la feuille et de l'outil ainsi que de leurs caractéristiques thermiques (effusivités respectives). Ainsi Collins et collaborateurs relèvent, pour un polypropylène, des différences d'épaisseur en fin de poinçonnage importantes en fonction de la nature du poinçon (aluminium, Delrin et mousse polymère à 30 °C), qu'ils interprètent en considérant le refroidissement plus ou moins important imposé à la feuille [8, 21].
- Le polymère glisse plus ou moins sur le poinçon. On montre numériquement qu'une augmentation du frottement se traduit par une augmentation des épaisseurs en fond de pot [6, 10]. On sait de plus qu'une usure des poinçons en contexte industriel entraîne une modification de leur effet qu'il faut alors compenser en jouant sur d'autres paramètres [6]. Le frottement est donc bien un paramètre important que l'on doit prendre en compte. En toute rigueur il dépend, pour une feuille donnée, de la nature du poinçon et de sa rugosité mais aussi des autres paramètres du contact (température, vitesse de glissement et force normale [11]).

L'effet du frottement poinçon/matière dans des conditions proches du thermoformage peut être mis en évidence par des essais d'impact multi-axial à grande vitesse au sein d'une étuve [12, 13, 14, 15]. Son effet sur la localisation des déformations et les niveaux de force est d'ores et déjà bien établi [12, 13, 16] : la déformation est localisée dans une zone annulaire lorsque le frottement entre l'impacteur et le polymère est important alors qu'elle se situe sous l'impacteur dans le cas d'un contact glissant. Les niveaux de force sont quant à eux croissants avec le frottement. Un changement de nature du poinçon en impact multi-axial (toutes choses égales par ailleurs), conduit à une modification des niveaux de force obtenus [14]. Une diminution importante de ce niveau est en particulier observée dans le cas d'un poinçon téflonné, pour lequel on peut s'attendre à un glissement important. Ces résultats, obtenus dans des conditions de contact simplifiées (pas d'effets thermiques) mais proches du thermoformage, indiquent donc qu'un certain frottement existe au niveau du poinçon et dépend de la nature de ce dernier.

Toutefois, les deux aspects thermique et frottement coexistent probablement et restent difficilement discriminables [6, 17]. Ainsi, lors des premières simulations isothermes du thermoformage, il était fréquent de modéliser l'entraînement de la matière sous le poinçon par un coefficient de frottement élevé, ajusté a posteriori pour reproduire les répartitions d'épaisseurs expérimentales [18, 19].

L'introduction de la thermique dans les codes de calculs permet d'améliorer les résultats et de découpler les effets du frottement et de la thermique [6, 17]. Cependant, si les propriétés thermiques des matériaux (conductivité, capacité calorifique) peuvent être généralement connues, il reste difficile de caractériser les transferts thermiques. En effet, une certaine résistance thermique au transfert de chaleur peut exister. Par ailleurs, donner un ordre de grandeur raisonnable au frottement feuille/poinçon dans les conditions du procédé reste difficile. Il apparaît donc nécessaire de caractériser expérimentalement les conditions du contact afin de fournir des données d'entrée plus réalistes aux codes de calcul. Quelques équipes se tournent donc actuellement vers cette thématique, et en particulier vers une caractérisation expérimentale du frottement poinçon/polymère. Citons en particulier les équipes de la Queen's University of Belfast, de l'Institut des Matériaux Industriels de Québec (Boucherville) et de « l'Institut für Kunststoffpruefung und Kunststoffkunde (IKP) » de l'Université de Stuttgart. Ces travaux seront détaillés au Chapitre V que nous dédions à l'étude expérimentale du contact poinçon/matière.

La compréhension de l'importance relative de ces deux phénomènes en fonction des conditions de mise en œuvre est donc une étape essentielle à la compréhension de la déformation en thermoformage assisté par poinçon. Elle semble dépendre de la nature du poinçon.

Dans le cas d'un poinçon métallique, les effets de refroidissement sont si importants qu'il faut chauffer le poinçon pour assurer le thermoformage [5, 6]. Une température critique d'environ 100 °C est nécessaire pour le couple aluminium/PS choc, un effet de la température du poinçon non monotone étant observé : l'épaisseur moyenne du flanc augmente avec la température du poinçon entre 25 et 100 °C, elle est stable entre 100 et 123 °C puis décroît entre 123 et 135 °C [5]. Des travaux récents la décrivent aussi dans le cas du polypropylène dès la fin du poinçonnage (existence d'un minima de quantité de matière sous le poinçon entre 90 et 120°C) [7, 20]. Une combinaison d'effets thermiques, prépondérants à basse température, et d'effets de frottement, qui prendraient une importante relative plus importante lorsque l'écart de température entre la feuille et le poinçon diminue, expliquerait ce phénomène. Des mesures de coefficient de frottement confortent cette idée. Pour le couple PS choc/aluminium, le frottement est effectivement faible (entre 0,15 et 0,4) et faiblement thermodépendant entre 20 et 100 °C, température au-delà de laquelle il augmente fortement avec la température [7]. Nous reviendrons sur ce point lors de l'analyse de nos résultats.

L'optimisation empirique a conduit l'industrie de l'emballage à choisir des poinçons peu conducteurs (résines polymères). Ils ne sont généralement pas thermostatés mais s'échauffent en surface du fait des cadences industrielles [6]. Le figeage thermique de la matière est probablement moindre et l'on peut supposer que l'importance relative du frottement s'en trouve augmentée. Les effets thermiques existent pourtant puisqu'un chauffage préalable (60 °C) de ce type de poinçon modifie dans certains cas les répartitions d'épaisseurs relevées en fin de poinçonnage (cas d'un polypropylène) : l'épaisseur en fond de pot augmente avec la température du poinçon pour un poinçon en mousse polymère alors qu'aucun effet significatif n'est relevé avec le Delrin® (polyoxyméthylène) [20]. En outre, l'utilisation d'un poinçon polyuréthane plus froid qu'une feuille de PEhd augmente le niveau de force exercé sur le

poinçon en impact multi-axial (par rapport à un essai isotherme) [14]. Ces effets pourraient provenir d'une combinaison d'effets thermiques et de frottement qui pourrait être évolutif avec la température, comme l'indique des mesures expérimentales de coefficient de frottement dans le cas du PP [7, 20] du PEhd et du PS [21]. Quel que soit le couple polymère/poinçon étudié, ces mesures indiquent que le coefficient de frottement est peu dépendant de la température jusqu'aux températures de mise en forme par thermoformage (T_α pour les amorphes et T_f pour les semi-cristallins) pour lesquelles une forte augmentation du frottement est observée. Nous reviendrons sur ces mesures au Chapitre V.

On relève dans la littérature des influences d'autres paramètres, tels la géométrie, la course et la vitesse du poinçon :

- sa forme contrôle la quantité de matière entraînée au fond du pot via l'aire de contact poinçon/feuille [1, 6, 8, 9],
- sa course contrôle la distance à parcourir pour atteindre le fond du pot lors du soufflage. Ainsi l'épaisseur en fond de pot diminue avec la course du poinçon, alors que l'épaisseur des flancs augmente [1, 8, 9].
- les effets de vitesse de poinçon sont moins évidents puisqu'ils modifient à la fois la rhéologie (augmentation probable des vitesses de déformations locales) mais aussi les conditions de contact feuille/poinçon. En effet, le refroidissement de la feuille imposé au niveau du contact augmente avec le temps de contact, et la vitesse de glissement peut également être modifiée. Une augmentation de vitesse du poinçon s'accompagne d'une augmentation de la force exercée sur celui-ci [12, 14]. Par contre, l'effet sur les épaisseurs n'est pas clairement élucidé : Aroujalian indique une évolution expérimentale des épaisseurs moyennes non monotones avec la vitesse [5] alors que des simulations prédisent une diminution de l'épaisseur en fond de pot lorsque la vitesse du poinçon augmente [8]. Les effets de vitesse de poinçon apparaissent en outre dépendants des effets thermiques, et sont plus importants lorsque l'écart de température feuille/poinçon diminue [5, 14].

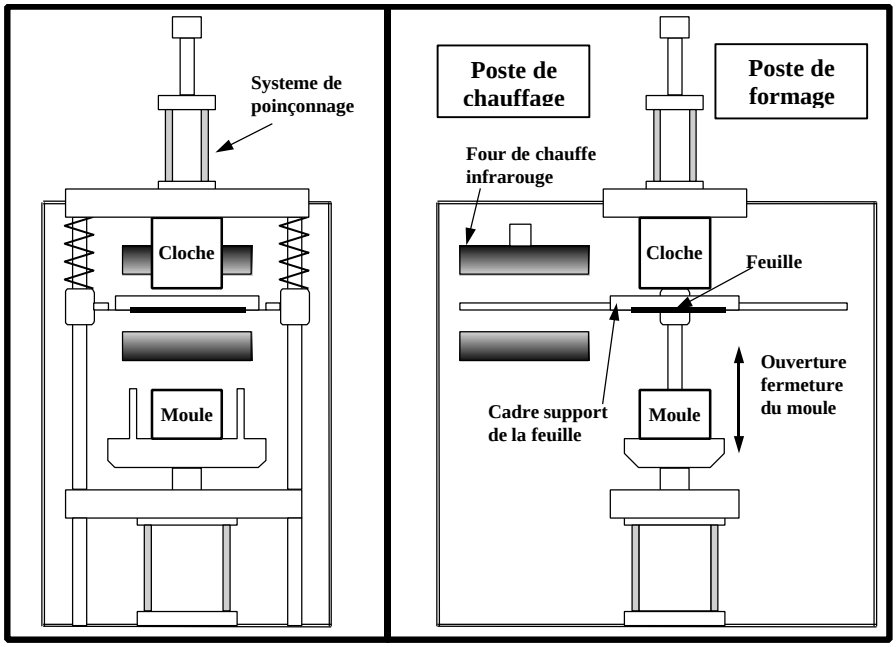
Pour finir, notons qu'un couplage thermique/frottement existe également à l'interface feuille/moule. Cependant, le refroidissement imposé est dans ce cas beaucoup plus rapide, le rôle du moule étant de figer la feuille pour qu'elle conserve sa forme. Il est donc choisi en matériau fortement conducteur et est thermostaté pour être beaucoup plus froid que la feuille. Dans ce cas, il est possible que le figeage de la feuille soit principalement d'origine thermique comme le suggèrent Vantal et collaborateurs [17]. Les travaux d'Andro sur prototype de laboratoire [22] vont dans ce sens puisqu'une lubrification du moule n'induit pas de modification significative des répartitions d'épaisseur. Des simulations numériques avec un contact feuille/moule totalement collant conduisent toutefois à surestimer les épaisseurs des zones entrant les premières en contact avec le moule [2, 3, 9]. Cela pourrait indiquer qu'un certain glissement devrait être envisagé au début du contact lorsque la feuille est encore chaude. Cet aspect est cependant du second ordre dans le cas d'une assistance poinçon. Il est en effet reconnu que dans ce cas c'est le contact poinçon/matière qui a le plus d'influence sur les répartitions d'épaisseurs.

L'un des objectifs de notre travail est de faire le bilan de la compréhension du contact entre le poinçon et une feuille de polystyrène couramment utilisée dans l'emballage alimentaire. Nous nous proposons en particulier de juger de l'importance relative de la thermique et du frottement sur la déformation de la feuille. Nous nous appuyons pour cela sur un poinçon d'étude en aluminium et un poinçon industriel dit « en feutre ».

Nous présentons dans ce chapitre une analyse de nos travaux expérimentaux sur prototype de thermoformage. L'effet des « conditions procédé » sera relevé sur les répartitions d'épaisseur finales des pots mais aussi sur les chemins de déformation de la matière. Nous suivrons en particulier les cinématiques locales à l'aide d'une caméra rapide, ce qui permettra d'avoir accès aux conditions exactes de sollicitation de la matière.

III.2. Présentation du prototype instrumenté

Les essais de thermoformage négatif assisté par poinçon sont effectués sur une machine pilote de marque Kiefel, modèle KD20/25, au Service des Technologies de Transformation des Thermoplastiques (S3T) du CERDATO (ATOFINA). Le prototype comprend deux postes de travail (figure III-1), le poste de chauffage et le poste de formage.



(a) : Vue de face (b) : Vue de côté

figure III-1 : Prototype instrumenté de thermoformage.

Nos essais sont bien instrumentés afin de pouvoir suivre de manière complète la mise en forme du pot. Nous disposons en effet de l'enregistrement, soit simultanément, soit séquentiellement, des grandeurs suivantes :

- température initiale de la feuille,
- déplacement du poinçon et de la force de poinçonnage,
- pression de soufflage,
- visualisation des cinématiques de déformation à l'aide d'une caméra rapide,
- température de la feuille au cours de sa déformation pendant le poinçonnage.

III.2.1. Description du cycle

a) Poste de chauffage

Le système de chauffage est de type infra-rouge et comprend deux plateaux chauffants horizontaux, équipés chacun de douze lampes à quartz. La puissance de chaque élément est réglable à l'aide de potentiomètres. Pour nos essais, la puissance de chauffage des deux plateaux a été réglée de manière égale et homogène à 70 % de la puissance maximale. La température est ainsi contrôlée par le seul temps d'exposition, toutes choses étant égales par ailleurs.

Des mesures de la température de la feuille à la sortie du four pour différents temps de chauffage ont été réalisées par thermographie infra-rouge en collaboration avec le Laboratoire de ThermoPhysique (LTP) de la Faculté des Sciences de Reims. L'émissivité de notre polymère a été mesurée en laboratoire (ε = 0,96) et il est vérifié que la feuille initiale est opaque aux infra-rouges utilisés compte tenu de son épaisseur (Annexe I).

Ces mesures permettent de vérifier l'homogénéité initiale de la température dans la zone à déformer (± 2 °C). De plus, le système de chauffage est suffisamment stable pour établir une correspondance entre le temps de chauffage et la température de la feuille (figure III-2).

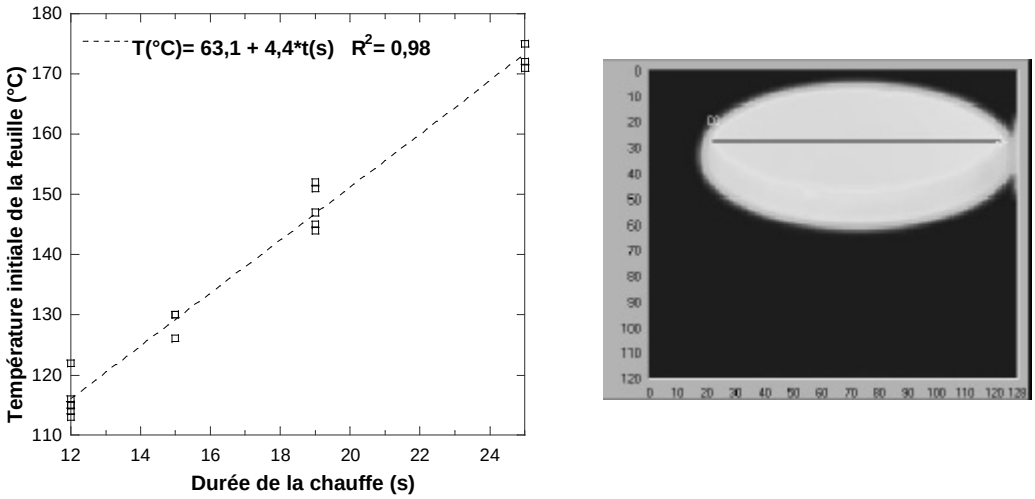


figure III-2 : Correspondance temps de chauffage/température initiale de feuille d'après les mesures de thermographie infra-rouge (moyenne sur la zone à déformer).

Malgré cela, un contrôle de la température est systématiquement réalisé à l'aide d'un pyromètre infra-rouge (disposé sur le côté du moule) qui fournit une mesure ponctuelle de température. Il a en outre été vérifié que l'apposition d'un marquage par sérigraphie sur la feuille, dans l'objectif d'étudier sa déformation, ne modifiait pas son chauffage.

Pour conclure, précisons que la plage de température accessible balaye la plage de formage, jusqu'aux températures basses et hautes réputées extrêmes (soit de 130 à 180 °C, tableau I-1).

b) Poste de formage

Le poste de formage est constitué d'une cloche à air comprimé et d'un moule fixé sur la table inférieure mobile. Un poinçon interchangeable est fixé sur un vérin pneumatique dans la cloche.

Il est équipé d'un capteur de déplacement et d'un capteur de force utilisable en température (de -50 à 120 °C) dans une gamme de 10 à 500 N (ENTRAN modèle ELFM-B2).

Nous nous sommes fixés une unique géométrie (« champignon », figure III-3) pour deux natures de poinçon : un poinçon en « feutre », couramment utilisé en contexte industriel et un poinçon en aluminium poli.

Le choix de matériaux est fait pour maximiser chacun des effets recherchés. La composition exacte du poinçon « feutre », matelas de fibres textiles imbibé de résine polymère, ne nous est pas accessible pour des raisons de confidentialité industrielle. Notons simplement qu'il s'agit d'un matériau rugueux de faible effusivité thermique que nous comparons à l'aluminium poli qui est un matériau lisse de forte effusivité. Les propriétés thermiques de ces poinçons sont regroupées en Annexe II.

(a) (b)

figure III-3 : Géométrie du poinçon « champignon » utilisé pour deux matières de poinçon, le feutre (a) et l'aluminium (b).

Le poinçon aluminium est équipé à cœur d'une résistance chauffante et d'une sonde de température permettant la régulation de sa température, que nous avons fait varier entre la température ambiante et 120 °C. Il a également été lubrifié dans certains cas afin de modifier les conditions de contact feuille/poinçon. La procédure de lubrification consiste alors à déposer une fine couche de graisse silicone sur la partie supérieure de la feuille qui va entrer en contact avec le poinçon, avant son chauffage. Il a été vérifié que cela ne modifie pas le chauffage de la feuille. Une telle lubrification n'est pas envisageable dans un contexte industriel mais elle permet de mettre en évidence les effets du frottement.

Le poinçon feutre, mauvais conducteur thermique, n'est généralement pas régulé en contexte industriel. Nous l'avons donc utilisé sans régulation, sa température résultant des échanges conductifs (feuille de PS) et convectif avec le milieu extérieur à la cadence de production considérée. Il est reconnu que le poinçon feutre s'échauffe en surface dans les conditions de thermoformage industriel. Nous avons observé qu'il se réchauffe effectivement au contact de la feuille dans nos conditions d'essais (63 °C après thermoformage d'une feuille de température initiale 116 °C, voir Annexe III). Cependant, compte-tenu de nos cadences sur prototype, on peut considérer que la température initiale du poinçon reste la température ambiante.

Le cycle de formage se déroule comme suit :

- La feuille de polymère est positionnée dans un cadre de serrage, de dimension 300×350 mm, puis est déplacée sur des glissières de guidage vers le poste de chauffage. Son déplacement vers le poste de formage, assuré par un vérin pneumatique, est déclenché automatiquement lorsque le temps de chauffage choisi par l'utilisateur est écoulé.
- La table inférieure, qui porte le moule, se déplace verticalement pour venir se placer contre la cloche en entraînant le cadre de serrage dans son mouvement (figure III-1). On assure ainsi une bonne étanchéité entre la cloche et le moule (figure III-4 (a)).

- L'étape suivante correspond au poinçonnage de la feuille par descente du piston à une vitesse imposée par l'opérateur, la vitesse maximale accessible étant de 0,5 $m.s^{-1}$ (figure III-4 (b)). La course totale du poinçon est également réglable.
- Enfin, l'étape de soufflage d'air comprimé dans la cloche va plaquer la feuille de polymère contre le moule (figure III-4 (c)). La mise en pression de la cloche est déclenchée automatiquement à la fin du poinçonnage. La durée, la pression et le débit de soufflage sont choisis par l'opérateur. Les moules sont équipés d'évents afin d'éviter d'avoir une surpression interne qui perturberaient la cinématique de formage. Notons bien ici que le procédé est totalement séquentiel et est constitué d'un étirage pur puis d'un soufflage pur, ce qui est du reste fréquemment le cas en thermoformage industriel.
- La dernière étape du cycle correspond à la remontée du piston et à la descente du moule et du cadre de serrage à leur position initiale.

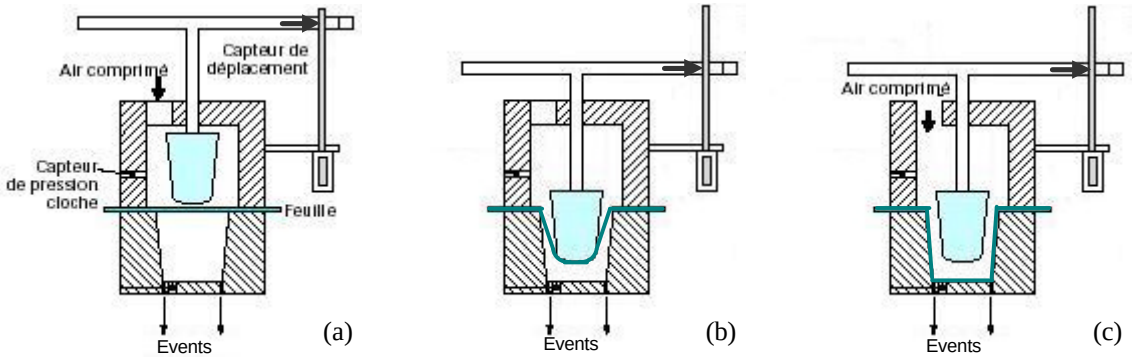


figure III-4: Cycle de formage d'un pot.

Deux types d'essais ont été réalisés : des cycles complets (poinçonnage et soufflage) et des essais interrompus après poinçonnage.

Les essais complets sont réalisés selon le cycle de formage décrit précédemment. Le moule utilisé est cylindrique à parois verticales, de hauteur 65 mm pour un diamètre de 60 mm, soit un rapport H/D de 1,08. Cette géométrie axisymétrique simple se rencontre pour le conditionnement de certains produits frais bien que d'autres géométries plus complexes lui soit souvent préférées. Il représente toutefois un cas d'étude assez critique en ce qui concerne les répartitions d'épaisseurs, l'apport de matière étant malaisé dans les coins inférieurs du moule. La résistance à la compression verticale (RCV) peut aussi être faible du fait de l'absence de poutres de renfort dans sa géométrie.

Un moule transparent en polycarbonate a été réalisé afin d'autoriser l'observation des cinématiques de déformation de la feuille en cours de sa mise en forme (figure III-5). Il n'est pas thermostaté, sa température d'usage résultant donc des échanges et de la cadence de production. Du fait de la faiblesse de celles-ci, nous pouvons cependant admettre qu'il reste à température ambiante.

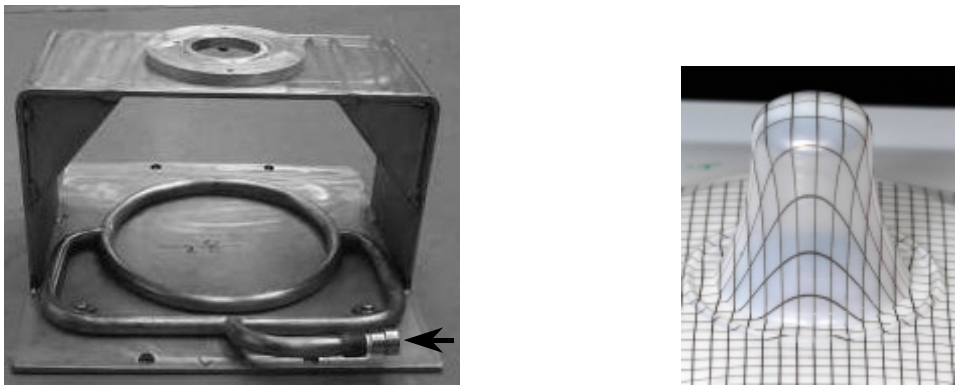
Afin d'accéder aux taux d'élongation locaux, des feuilles ont été quadrillées de manière régulière par sérigraphie, le motif de base étant un carré de coté initial 5 mm. Certaines feuilles sont même marquées sur leurs deux faces.

(a) (b)

figure III-5 : Géométrie du moule transparent en polycarbonate (D = 60 mm et h = 65 mm) (a) et pot final obtenu (b) avec une feuille sérigraphiée.

Nous réaliserons également des essais interrompus à la fin du poinçonnage, c'est à dire en supprimant l'étape de soufflage. Notre objectif est de discriminer la part de déformation liée au poinçonnage de celle liée au soufflage.

Par contre, du fait du caractère élastique de la déformation à la température de formage, il est nécessaire de refroidir rapidement le matériau. Un dispositif « sans moule » a pour cela été mis en place (figure III-6). Le refroidissement y est assuré par un jet d'air comprimé pendant 50 secondes, le poinçon étant maintenu dans sa position de fin de course. Le système consiste en un serpentin métallique, régulièrement percé, positionné à la place du moule.



(a) (b)

figure III-6: Essai interrompus après poinçonnage : dispositif « sans moule » et refroidissement de la feuille par circulation d'air comprimé dans un serpentin métallique (a) et échantillon obtenu (b).

Il est à noter que ce système fait circuler l'air comprimé pendant toute la durée de l'opération, y compris pendant l'étape de poinçonnage, ce qui peut provoquer un refroidissement parasite de la feuille. L'importance des perturbations induites par ce système a été chiffrée par des mesures de température initiale de feuille. Elles indiquent un refroidissement non négligeable de la surface externe, de l'ordre de 10 %. Cela se traduit par une modification faible mais significative des répartitions d'épaisseurs des interrompus sur les flancs (jusqu'à 25 %), qui sont moins déformés lorsque le système de trempe est actif. Les épaisseurs sous le poinçon ne sont par contre pas modifiées. Une augmentation des niveaux de forces exercés sur le poinçon est également relevée (+ 20 %). Ces résultats nous conduisent donc à une certaine prudence dans notre comparaison quantitative interrompus/pots finis. Par contre, ils ne remettent pas en cause les grandes conclusions de notre étude.

La réalisation de ces essais « sans moule » permet en outre la mesure de température par thermographie infra-rouge au cours du poinçonnage et ainsi de chiffrer d'éventuels auto-échauffements de la feuille. Ces mesures seront réalisées sans actionner le système de trempe afin de ne pas perturber la mesure thermique.

III.2.2. Définition des essais

Pour plus de lisibilité, nous définissons une condition de thermoformage dite « standard », proche des réglages industriels, servant de point de comparaison. Elle correspond à un poinçonnage profond avec un poinçon non thermostaté jusqu'à quelques millimètres du fond du moule. La valeur nominale de la course est de 60 mm, ce qui correspond à un peu plus de 92 % de la profondeur du pot (65 mm).

Industriellement les vitesses de poinçonnage sont maximales pour augmenter les cadences de production (près de 30 coups.min^{-1}), de l'ordre de 1 m.s^{-1}. Nous avons donc choisi pour vitesse nominale la vitesse maximale du prototype à savoir 0,5 m.s^{-1}. Concernant l'étape de soufflage, seul le « top d'air » (début de mise en pression) est bien maîtrisé sur machines industrielles et intervient généralement lorsque le poinçon arrive en fin de course, ce qui est également le cas sur prototype. La pression dans la cloche n'est pas contrôlée mais est mesurée en fonction du temps. Le débit nominal, correspondant au débit maximal accessible, conduit à une vitesse de montée en pression de la cloche de l'ordre de 40 bar.s^{-1} (4 MPa.s^{-1}) pour une pression de consigne entre 3,5 et 5 bar (0,35 et 0,5 MPa).

Une étude exhaustive de tous les paramètres du procédé n'est pas le but de notre travail. Nous nous intéressons au point particulier du contact entre la feuille et le poinçon. Nous réalisons donc une étude ciblée de quelques paramètres, les autres étant fixés à leur valeur nominale.
Les paramètres variables retenus sont donc :

- la température de la feuille, de 110 à 170 °C, pour le poinçon feutre,
- la nature du poinçon (non thermostaté), aluminium et feutre, pour une feuille à la température de 145 °C,
- la température du poinçon aluminium, de 20 à 120 °C, pour une feuille à la température de 145 °C,
- l'effet d'une lubrification du poinçon aluminium à différentes températures (de 20 à 120 °C) pour une feuille à la température de 145°C,
- la hauteur de poinçonnage, pour le poinçon feutre : du soufflage pur (h=0) à la valeur nominale (h=60 mm)
- la vitesse du poinçonnage, pour le poinçon feutre : entre 0,2 et 0,5 m.s^{-1}.

Nous présenterons nos résultats en étudiant tout d'abord l'influence du contact avec le poinçon, qui conditionne pour partie la déformation de la feuille. Les résultats concernant l'aluminium et le feutre seront présentés successivement, les paramètres cinématiques étant fixés à leurs valeurs nominales. Nous présenterons ensuite les effets de ces derniers, étudiés dans le cas du poinçon feutre.

Dans chaque cas, nous disposons des épaisseurs des pots interrompus après poinçonnage ainsi que des épaisseurs finales des pots. L'influence des paramètres de mise en œuvre sur les chemins de déformation de la matière sera également examinée à partir des cinématiques de déformation ([23] pour le feutre). Nous jugeons en outre des propriétés finales du pot formé et en particulier de son anisotropie.

La procédure complète d'exploitation est précisée dans le paragraphe suivant, dans le cas d'un pot formé dans les conditions standard définies précédemment.

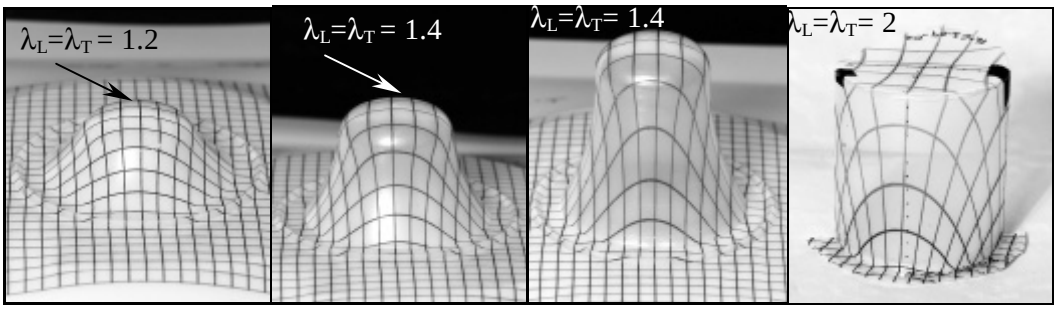
III.3. Caractérisation du thermoformage « standard »

Nous souhaitons décrire qualitativement mais aussi quantitativement la déformation de la feuille intervenant au cours du procédé. Notre objectif est de comprendre le chemin de déformation emprunté par la matière et de faire émerger les modes de sollicitation locaux spécifiques des différentes étapes du procédé.

Nous présentons dans ce paragraphe les cinématiques de déformations et les épaisseurs obtenues pour une température de 133 °C, qui correspond à un ordre de grandeur usuel sur lignes industrielles. Nous nous focalisons sur le poinçon feutre, qui est classiquement utilisé en contexte industriel. Seules les mesures de température en ligne font exception et concernent un poinçon non thermostaté en aluminium. Nous choisissons ces conditions pour illustrer le phénomène de dissipation visqueuse car les déformations sont alors maximales sur les flancs, ce qui augmente l'importance du phénomène à observer.

Trois pots interrompus après poinçonnage, pour des courses de poinçon respectives de 20, 40 et 60 mm, ainsi que le pot final (après soufflage pour une course de 60 mm) sont présentés figure III-7. La déformation du pot final apparaît majoritairement longitudinale en haut (en bas sur l'image) et au milieu du flanc (uni-axiale planaire), la déformation du bas du flanc (en haut sur l'image) et du fond étant biaxiale plus ou moins équilibrée, ce qui est conforme aux observations de la littérature [6].

Nous fournissons, par l'observation des différents interrompus, une première approche de la cinématique de la déformation, en terme d'élongation longitudinale l_L (selon la direction d'étirage) et transverse l_T du marquage (dimension courante rapportée à la dimension initiale). Il faut toutefois rappeler que le système de trempe des échantillons est actif dès le poinçonnage et provoque un refroidissement non négligeable de la feuille, susceptible de modifier sa déformation (cf. plus haut). Par ailleurs, le positionnement du marquage pouvant varier d'un essai à l'autre, le suivi d'un même point matériel n'est pas possible.



h=20 mm	h=40 mm	h=60 mm	Pot final
$(\lambda_L)_{max}$ =1,4	$(\lambda_L)_{max}$ =2.2	$(\lambda_L)_{max}$ =3.4	$(\lambda_L)_{max}$ =4.2

figure III-7 : Interrompus après poinçonnage obtenus pour différentes courses de poinçon et pot final obtenus par thermoformage assisté par poinçon feutre d'une feuille initialement à 133 °C.

Ce dispositif sans moule ne permet pas d'avoir accès à des interrompus en cours de soufflage, celui-ci étant trop rapide pour contrôler la trempe de la feuille à un état de gonflement donné. Quelques essais de soufflage « libre », c'est à dire sans moule, ont toutefois été réalisés dans l'objectif d'identifier le rôle du moule sur la formation du pot. La question se pose en effet de savoir si c'est uniquement le contact avec le moule froid qui, en figeant la feuille, contrôle sa

déformation ou si un certain durcissement structural aide à homogénéiser les épaisseurs, comme cela a pu être observé pour le bi-étirage soufflage de bouteille en PET [24].

Ces essais de thermoformage libre sont réalisés à très faible pression de soufflage (inférieure à 0,001 MPa) pour ralentir le processus. Un exemple de prise de vue est présentée Annexe III. On observe que la bulle se déforme sans limitation jusqu'à éclatement, la matière pouvant être étirée jusqu'à des épaisseurs extrêmement fines (une dizaine de microns). On se rend donc compte que si le durcissement structural intervient, il n'est pas suffisant pour la stabilisation des épaisseurs. Il semble donc que ce soit le figeage thermique de la matière au contact du moule froid qui autorise la formation du pot. Les cinématiques de déformation du soufflage sont de ce fait fortement conditionnées par le moule, qui « bloque » les déformations de la matière qui entre en contact avec lui.

Pour compléter ces observations, les cinématiques complètes de la mise en forme sont examinées à partir de thermoformages réalisés dans le moule transparent et filmés à l'aide d'une caméra rapide. Cela permet de suivre de manière complète les chemins de déformation d'un même élément de matière dans les conditions réelles de mise en forme. Par contre, seuls les flancs sont accessibles, les interrompus en cours du poinçonnage et le pot final (figure III-7) fournissant une idée de la déformation du fond du pot.

III.3.1. Cinématique de la déformation

La caractérisation de la cinématique de la déformation est réalisée à l'aide de feuilles marquées d'un quadrillage 5×5 mm². Les essais sont filmés à l'aide d'une caméra rapide numérique permettant l'enregistrement d'images de 512 par 512 pixels à une fréquence de 1000 images.s^{-1}.
Le module d'acquisition utilisé permet la synchronisation de deux signaux analogiques externes (i.e., force et déplacement) sur la base de temps de la caméra. Les acquisitions de force, de déplacement et de pression sont en outre regroupées par un second module d'acquisition sur ordinateur. Cette exploitation parallèle permet donc de regrouper l'ensemble des données et de reconstruire les cinématiques de déformation.

La figure III-8 regroupe les enregistrements des grandeurs mécaniques globales (force de poinçonnage, déplacement du poinçon et pression de soufflage) et les images représentatives des principales étapes de la mise en forme d'un pot.

Le déplacement du poinçon atteint une phase linéaire lors de sa course de lancement, d'environ 8 mm, avant d'entrer en contact avec la feuille (figure III-8). Même si la vitesse mesurée est légèrement inférieure à la consigne (0,458 m.s^{-1} pour 0,5 m.s^{-1}) l'étirage se fait bien à vitesse constante.

La phase de poinçonnage, d'une durée de 120 ms, correspond à un étirage pur de la feuille (figure III-8 (0) à (4)). Le niveau de force reste faible, malheureusement non décelable par notre capteur dans les premiers millimètres de poinçonnage, puis augmente rapidement à partir d'un déplacement de quelques millimètres pour lequel la déformation de la feuille est déjà bien avancée (figure III-8 (1)). La pente de l'évolution de la force de poinçonnage s'adoucit à partir de 50 ms (figure III-8 (2)) pour atteindre un maximal global à la fin de l'étape de poinçonnage (120 N), coïncidant avec le début du soufflage (figure III-8 (4)).

L'application de la pression dans la cloche induit immédiatement le gonflage de la membrane. Elle se traduit tout d'abord par une inversion de la courbure de la feuille au niveau des flancs, qui est convexe pendant le poinçonnage et devient concave après 10 ms de soufflage (figure III-8 (5)).

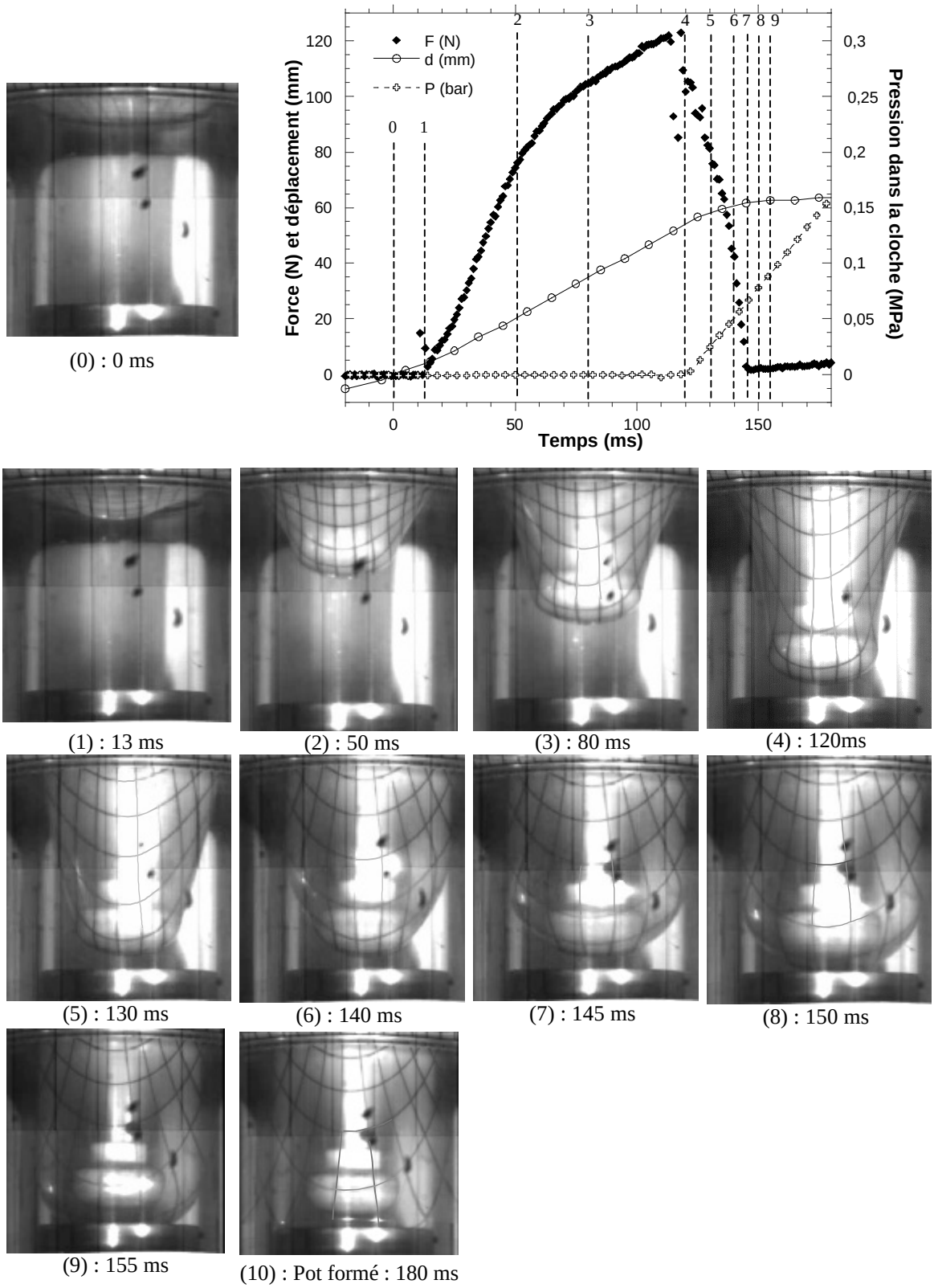


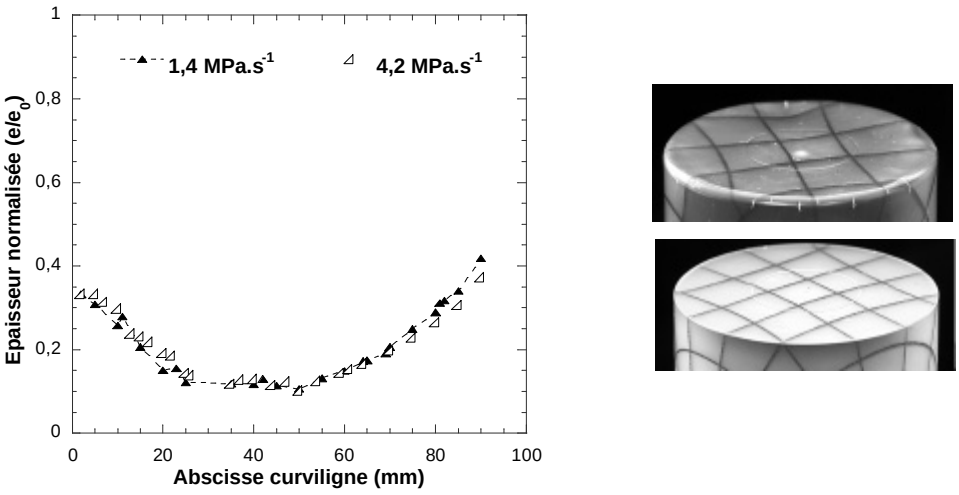
figure III-8 : Evolution du déplacement du poinçon, de la force de poinçonnage et de la pression de soufflage et cinématique de déformation pour le thermoformage assisté par poinçon feutre dans les conditions « standard » d'une feuille initialement à 133 °C.

Les zones supérieures du flanc, proches du moule, sont rapidement plaquées contre celui-ci et figées, ce qui a pour effet de déplacer l'expansion de la bulle vers la partie basse du pot (figure III-8 (6)). Son gonflement plaque le milieu du pot contre le moule, et conduit au décollement de la feuille du poinçon (figure III-8 (7)).

Le niveau de force chute progressivement dès le début du soufflage, et s'annule à la perte de contact avec le poinçon (figure III-8 (7)). S'ensuit la formation du fond du pot, qui débute par le contact de la zone centrale décollée du poinçon avec le fond du moule (figure III-8 (8)), puis se termine avec la formation des coins. Le pot formé est finalement présenté figure III-8 (10).

Le soufflage est donc réalisé pendant la rampe de pression estimée à 2,7 MPa.s^{-1} pour des niveaux de pressions faibles, compris entre 0,003 et 0,15 MPa. La vitesse de mise en pression ne semble pas influencer de manière significative les répartitions d'épaisseur du moins lorsque cette dernière est suffisante pour former le pot (figure III-9 (a)). Nous avons en effet observé des coins mal formés (figure III-9 (b)) pour une pression de consigne de 0,35 MPa alors que ce type de défaut n'est pas relevé à 0,5 MPa.

Nous conservons donc un débit maximal pour une pression de consigne de 0,5 MPa qui autorise un bon formage (le temps de maintient de la pression dans la cloche est fixé à 3 s).



(a) (b)

figure III-9 : Influence du débit d'air de soufflage (rampe de mise en pression en MPa.s^{-1}) dans le cas du thermoformage « standard » d'une feuille de température initiale de 145 °C avec un poinçon feutre (répartitions d'épaisseurs définies figure III-10) (a) et illustration du défaut de coins mal formés obtenu pour des pressions de consigne insuffisantes (b).

On peut donc conclure que les consignes de vitesse, de déplacement et de « top air » sont raisonnablement suivies par le dispositif. Par contre, la consigne en pression n'est pas celle vue par le matériau. Ceci n'a rien de surprenant puisque la seule consigne technologique possible est en fait un flux d'air et que le volume de la membrane évolue. Retenons ici que, dans un contexte de modélisation, ce n'est pas la consigne en pression qui doit être prise en compte.

III.3.2. Mesures des élongations et des vitesses d'élongation locales

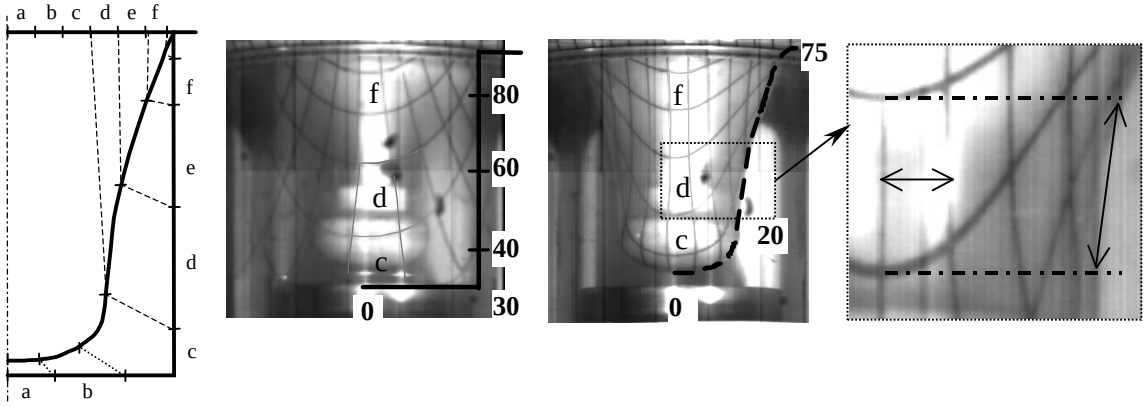
La caractérisation de la déformation de la feuille est réalisée à partir de la déformation du marquage sérigraphié (carreaux de taille initiale 5×5 mm^2). Compte-tenu de l'axisymétrie de la

géométrie, l'établissement du chemin de déformation en un point est représentatif de tous les éléments situés à la même altitude. De même l'analyse des épaisseurs des pots interrompus après poinçonnage et des pots finaux sera réalisée selon une abscisse curviligne débutant sur l'axe de symétrie (figure III-10 (b)).

Les mesures de déformation sont réalisées sur le flanc du pot uniquement, le fond n'étant pas visible sur nos prises de vues. Afin de permettre une comparaison des chemins de déformations identifiés pour différentes conditions de mise en forme, nous choisissons de suivre trois zones, situées à des abscisses curvilignes identiques sur le pot final :

- le bas du flanc, correspondant au carreau contenant l'abscisse curviligne 40 mm,
- le milieu du flanc, correspondant au carreau contenant l'abscisse curviligne 60 mm,
- le haut du flanc, correspondant au carreau contenant l'abscisse curviligne 80 mm.

Le rayon du disque d'encastrement correspond à 6 carreaux, référencés de a à f du centre vers l'extérieur (figure III-10 (a)). Compte tenu de la taille initiale du marquage et des déformations mises en jeu, trois à quatre de ces carreaux restent visibles sur le flanc selon les cas. Les carreaux correspondant aux trois zones précédemment définies du pot final sont donc identifiés pour un suivi de leur déformation (figure III-10 (b)). Leur position sur la feuille initiale sera systématiquement précisée lors de la présentation des cinématiques par le rappel de la référence du carreau (a à f).



(a) (b) (c)

figure III-10 : Cinématiques de déformation : Représentation schématique de la position du marquage sur la feuille initiale, à la fin du poinçonnage et sur le pot complet (a) ; Position des carreaux étudiés pour le suivi des cinématiques sur le pot final et l'interrompu dans le cas d'un thermoformage « standard » d'une feuille de température initiale 133 °C avec un poinçon feutre et définition des abscisse curvilignes (b) ; Procédure de mesure des élongations du marquage (c).

La déformation d'un élément de la grille permet de suivre l'évolution des taux d'étirage locaux longitudinal, l_L, et transverse, l_T, qui sont des mesures moyennes à l'échelle d'un carreau. L'élongation transverse est mesurée en suivant les variations de largeur du carreau situé au niveau de l'axe de symétrie pour minimiser les erreurs dues à la courbure de l'échantillon (figure III-10 (c)). Ces effets de courbures sont par contre pris en compte pour la mesure des élongations longitudinales. La longueur du carreau suivi est donc rapportée sur le contour de l'échantillon et estimée par un segment de droite (figure III-10-(c)). Il a été vérifié, par une mesure plus précise tenant compte de la courbure, que cette dernière hypothèse n'induisait pas d'erreur significative en regard des autres incertitudes de mesure (largueur du trait, modification de l'angle d'observation). Nous estimons connaître les élongations locales à 10 % près.

Les chemins de déformation établis pour les trois éléments précédemment définis (bas, haut et milieu du flanc) sont présentés figure III-11 en terme d'élongation.

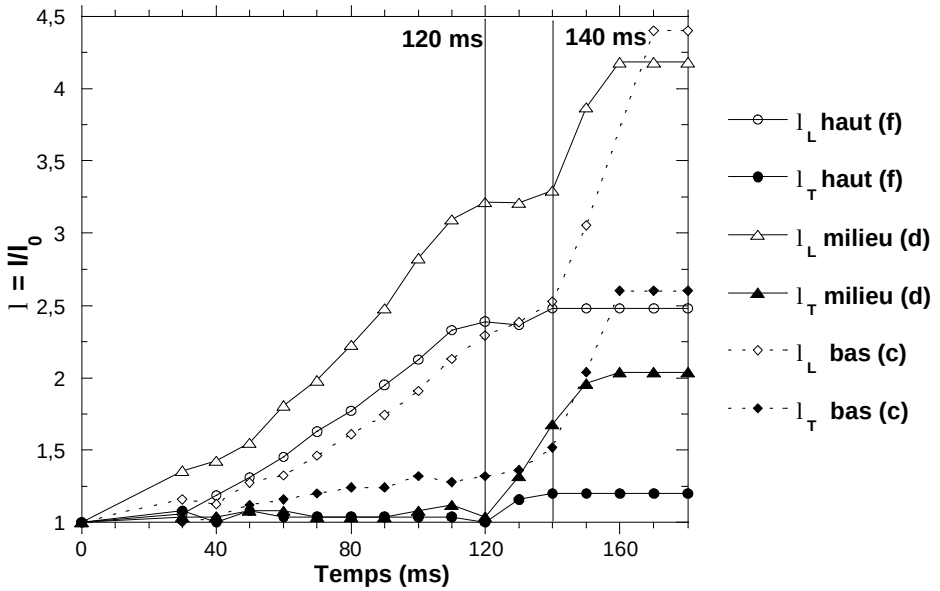


figure III-11 : Taux d'élongation longitudinaux et transverses le long du flanc aux abscisses curvilignes de 40 (bas), 60 (milieu) et 80 (haut) mm du pot final pour le thermoformage assisté par poinçon feutre « standard » d'une feuille de température initiale 133 °C.

Les élongations en fin de poinçonnage et en fin de soufflage (pot fini) sont relevées pour chaque zone et présentées figure III-12, ainsi que leur rapport l_L / l_T permettant de donner une idée de la bi-axialité de la déformation dans chaque zone (taux de bi-axialité). Pour compléter notre analyse, nous relevons sur le pot final et sur le pot interrompu après poinçonnage les taux d'élongation correspondant au fond du pot (0 mm) et au milieu du « fond » du pot (15 mm), non visibles à l'image.

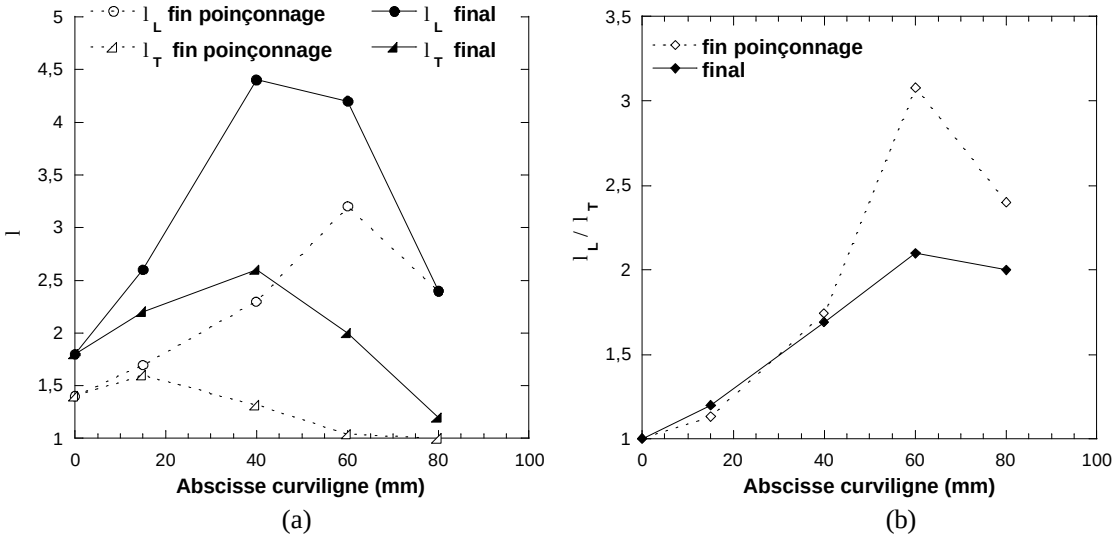


figure III-12 : Caractérisation des taux d'élongation longitudinaux et transverses des différentes zones du pot final (a) et du taux de biaxialité l_L / l_T (b) pour le thermoformage assisté par poinçon feutre « standard » d'une feuille de température initiale 133 °C.

Les vitesses d'élongation locales, caractéristiques des différentes étapes de la mise en forme, sont calculées dans chaque zone par dérivation numérique des taux d'étirage locaux en fonction du temps. Une comparaison des évolutions des vitesses longitudinales et transverses pour les trois éléments de matière considérés est présentée figure III-13. La déformation longitudinale étant souvent quasi-linéaire en fonction du temps durant le poinçonnage, cette étape n'est caractérisée que par une unique vitesse d'élongation. Concernant le soufflage, nous présentons les vitesses maximales sur la figure III-13, le détail de la cinématique avant et après le décollement du poinçon étant précisée pour chaque zone dans la suite (tableaux récapitulatifs).

Pour la partie haute du flanc (80 mm), le poinçonnage (0 à 120 ms) correspond à une phase d'étirage longitudinal (tableau III-1), la matière étant fortement étirée dans cette direction (taux de bi-axialité, l_L / l_T, de 2,4).

L'application de la pression se traduit par une dilatation de la membrane et donc l'apparition d'une déformation transverse. Au début du soufflage la feuille est contrainte au niveau du poinçon, ce qui peut expliquer la stagnation de la déformation longitudinale observée (sollicitation purement orthoradiale). Une certaine relaxation des déformations longitudinales pourrait même intervenir pendant cette phase. Au moment du décollement de la feuille du poinçon (à 145 ms), la partie haute du flanc a pratiquement atteint le moule et ne se déforme plus de manière significative malgré une légère augmentation de l_L.

La déformation de cet élément du marquage apparaît donc séquencée : elle est principalement longitudinale pendant le poinçonnage, et transverse pendant le soufflage. Le soufflage permet donc de corriger en partie la forte orientation induite lors du poinçonnage (l_L / l_T passe de 2,4 à 2,08 pour cet élément de matière). La vitesse d'élongation est comprise entre 10 et 16 s^{-1} et est maximale pendant le poinçonnage, le soufflage déformant peu cette zone du pot (figure III-13).

Haut du pot 80 mm (f)	Poinçonnage (0 à 120 ms)	Soufflage avant propagation de la bulle (120 à 140 ms)	Soufflage : propagation de la bulle (140 à 180 ms)
Type	Longitudinal pur	Orthoradial « pur »	Longitudinal pur
$(\lambda_L)_{fin}$ $(\lambda_T)_{fin}$	2,4 1	2,4 1,2	2,5 1,2
$d(\lambda_L)/dt$ (s^{-1}) $d(\lambda_T)/dt$ (s^{-1})	16 0	0 10	- 0

tableau III-1 : Types de déformation, taux d'élongation finaux et vitesses d'élongation caractéristiques d'une zone située en haut du pot final (abscisse curviligne de 80 mm) au cours du thermoformage assisté par poinçon feutre « standard » d'une feuille de température initiale 133 °C.

Le milieu du flanc (60 mm, tableau III-2) est la zone la plus étirée durant le poinçonnage, qui correspond aussi à un étirage majoritairement longitudinal ($l_L / l_T = 3{,}08$). Comme pour la partie haute du flanc, la déformation devient purement orthoradiale au début du soufflage, le contact avec le poinçon contraignant la déformation longitudinale.

La propagation de la bulle, à partir de 140 ms, puis le décollement du poinçon (145 ms) fait que la pression peut s'appliquer sur le fond alors que cette zone médiane n'est pas figée par le contact avec le moule. Elle provoque une élongation significative de la membrane tout en alimentant l'élongation transverse. La déformation devient bi-axiale non équilibrée, la vitesse longitudinale étant presque le double de la vitesse transverse (tableau III-2).

Cette zone du pot reste, à l'issu du soufflage, la zone la plus étirée dans le sens longitudinal. Une déformation transverse importante est générée pendant le soufflage et contribue à diminuer l'anisotropie de cette zone, qui reste toutefois importante, le rapport l_L / l_T passant de 3,08 à 2,1. La vitesse de déformation, de l'ordre de 20 s^{-1} durant le poinçonnage, est plus importante durant le soufflage (entre 28 et 58 s^{-1}).

Milieu du pot 60 mm (d)	Poinçonnage (0 à 120 ms)	Soufflage avant propagation de la bulle (120 à 140 ms)	Soufflage après propagation de la bulle (140 à 180 ms)
Type	Longitudinal pur	Orthoradial « pur »	Bi-axial
$(\lambda_L)_{fin}$ $(\lambda_T)_{fin}$	3,2 1,04	3,3 1,7	4,2 2,0
$d(\lambda_L)/dt$ (s^{-1}) $d(\lambda_T)/dt$ (s^{-1})	24 0	0 32	58 28

tableau III-2 : Type de déformation, taux d'élongation finaux et vitesses d'élongation caractéristiques d'une zone située au milieu du pot final (abscisse curviligne de 60 mm) au cours du thermoformage assisté par poinçon feutre « standard » d'une feuille de température initiale 133 °C.

Le bas du flanc (40 mm) est partiellement en contact avec le poinçon pendant le poinçonnage (figure III-10). De ce fait, cette zone se déforme transversalement pour épouser la forme du poinçon, contrairement aux autres points suivis (tableau III-3) : elle est donc plus bi-axiale que les précédentes dès le poinçonnage ($l_L / l_T = 1{,}74$). Cette observation indique que la feuille doit relativement bien glisser sur l'outil, ce qui est cohérent avec la diminution notable de l'épaisseur relevée dans la zone située sous le poinçon (figure III-14).

Bas du pot 40 mm (c)	Poinçonnage (0 à 120 ms)	Soufflage avant propagation de la bulle (120 à 140 ms)	Soufflage : propagation de la bulle (140 à 180 ms)
Type	Bi-axial	Bi-axial	Bi-axial
$(\lambda_L)_{fin}$ $(\lambda_T)_{fin}$	2,3 1,32	2,5 1,52	4,4 2,6
$d(\lambda_L)/dt$ (s^{-1}) $d(\lambda_T)/dt$ (s^{-1})	15 3,3	12 10	63 54

tableau III-3 : Type de déformation, taux d'élongation finaux et vitesses d'élongation caractéristiques d'une zone située en bas du pot final (abscisse curviligne de 40 mm) au cours du thermoformage assisté par poinçon feutre « standard » d'une feuille de température initiale 133 °C.

La déformation du bas du flanc est également bi-axiale pendant tout le soufflage. Elle augmente de manière sensible à partir du décollement du poinçon qui autorise la formation du « fond du pot » à partir de la zone située sous le poinçon et en bas du flanc à l'issue du poinçonnage. C'est dans cette zone du pot que la déformation transverse est la plus élevée. Le rapport l_L / l_T reste du même ordre de grandeur pendant toute l'opération, de l'ordre de 1,7.

Concernant le fond du pot, non visible sur les images, la cinématique complète de la déformation ne nous est pas accessible. Nous disposons par contre de deux mesures de taux d'élongation, relevées sur l'interrompu après poinçonnage et sur le pot final. La déformation y est bi-axiale (figure III-12).

En conclusion, la déformation du polymère n'est pas homogène le long du pot. Elle est fortement contrainte par le poinçon dans la phase de poinçonnage et par le moule dans la phase de soufflage.

La déformation est majoritairement longitudinale sur les flancs et bi-axiale en fond de pot. Elle est bi-axiale équilibrée sur l'axe de symétrie, la part de la composante longitudinale étant croissante lorsqu'on s'en éloigne. Le flanc est plus marqué par l'étirage longitudinal.

La bi-axialité du bas du pot est amorcée dès l'étirage. Il convient de noter que ce fait résulte de la forme du poinçon. Dans ces zones, le soufflage provoque des déformations additionnelles biaxiales et semble correspondre à une simple « dilatation » équilibrée des déformations induites par le poinçonnage, le taux de biaxialité l_L / l_T restant identique. On peut intuitivement penser à ce niveau que la forme du poinçon et la nature du contact doivent fortement influencer la déformation du bas du pot ainsi que la proportion de flanc uni-axial.

Les vitesses d'élongation (figure III-13) durant le poinçonnage sont de l'ordre de 20 s^{-1} pour la direction longitudinale, la vitesse de déformation transverse, lorsqu'elle existe (au bas du flanc), étant bien inférieure (< 5 s^{-1}). Les vitesses d'élongation sont bien plus importantes durant le soufflage. Elles varient de 10 à 63 s^{-1} en fonction de la zone considérée. La déformation devient bi-axiale partout, la vitesse de déformation restant globalement supérieure dans le sens longitudinal sauf si le moule arrête la déformation précocement.

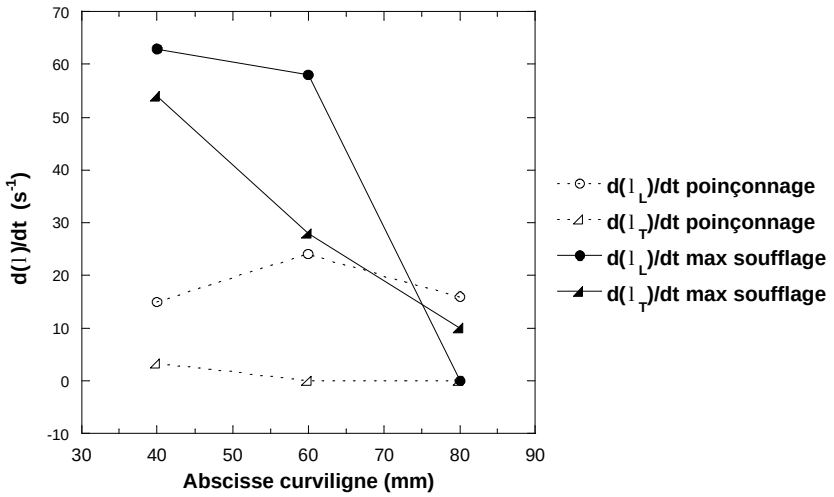


figure III-13 : Vitesses d'élongation locales maximales mises en jeu au cours des deux étapes de la mise en forme par thermoformage assisté par poinçon « standard » d'une feuille de température initiale 133 °C.

III.3.3. Mesures d'épaisseurs, élongation dans l'épaisseur

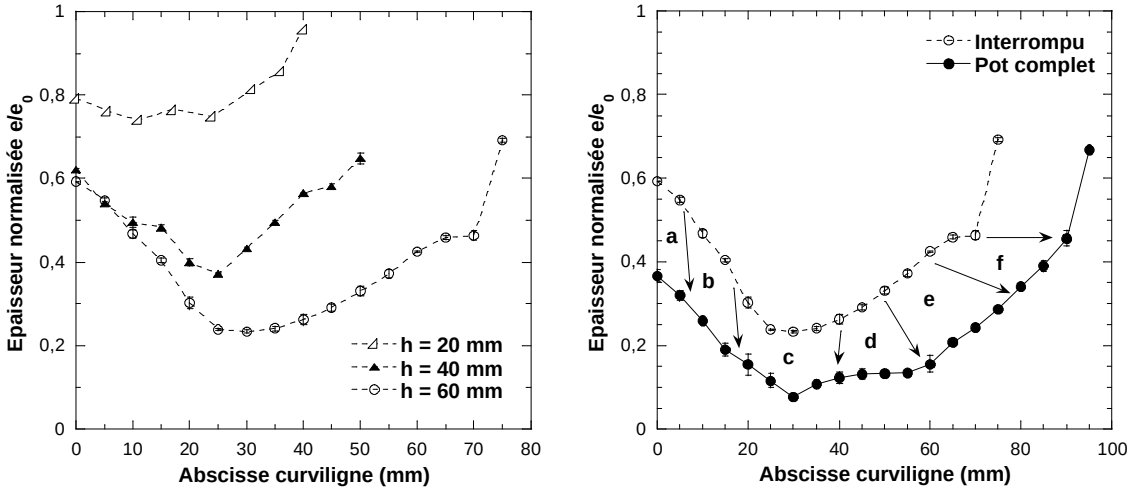
Les répartitions des épaisseurs des pots interrompus et pots finaux, présentées ici normalisées par rapport à l'épaisseur initiale de la feuille, sont mesurées à l'aide d'un palmer d'une précision du dixième de micron. Le pot final est celui pour lequel nous avons suivi les cinématiques de déformation, les interrompus ayant été formés dans des conditions identiques pour trois courses du poinçon (20, 40 et 60 mm soit respectivement 31, 62 et 92 % de la hauteur du moule).

Les épaisseurs sont mesurées selon les abscisses curvilignes définies ci-dessus (figure III-10). L'axisymétrie des pots est systématiquement vérifiée par une mesure selon trois génératrices du pot. Elle est bonne, comme illustré figure III-14 où les barres d'erreurs représentant la dispersion sur ces trois mesures sont à peine visibles. La reproductibilité des essais, testée sur au moins deux pots par condition, est satisfaisante.

Les répartitions finales d'épaisseur du pot résultent des déformations complexes et plus ou moins bi-axiales de la feuille présentées précédemment.

On constate figure III-14 (a) que la déformation durant le poinçonnage concerne toute la feuille, y compris la zone sous le poinçon. Toutefois, la déformation de cette zone se produit principalement au début du poinçonnage et n'évolue plus pour la fin de la course (entre 40 et 60 mm). La déformation se reporte alors sur les flancs, et est maximale juste au-dessus du poinçon conformément à l'observation des cinématiques (épaisseurs minimales aux abscisses curvilignes de 25-30 mm des interrompus).

L'étape de poinçonnage est fondamentale pour la répartition finale d'épaisseur qui apparaît comme une simple projection des épaisseurs obtenues en fin de poinçonnage (figure III-14 (b)). Nous observons ainsi que le point de plus faible épaisseur du pot final (correspondant au coin du pot, d'abscisse curviligne 30 mm), était déjà le point « faible » en fin de poinçonnage (carreau c, voir figure III-14 (b)).



(a) (b)

figure III-14 : Répartitions d'épaisseurs normalisées (e/e_0) à la fin du poinçonnage (a) et à la fin du soufflage (pot complet, b) par thermoformage assisté par poinçon feutre « standard » d'une feuille de température initiale 133 °C

Pour être complets, signalons que quelques essais sont réalisés sur des feuilles sérigraphiées sur leurs deux faces. L'observation de la déformation des deux marquages en fin de formage ne laisse apparaître aucune différence de déformation entre les faces internes et externes. La déformation serait donc proche d'une traction bi-axiale sans cisaillement de l'épaisseur.

III.3.4. Incompressibilité et réversibilité de la déformation

Connaissant les 3 composantes de l'élongation, l_L, l_T et $l_e = e/e_0$, nous pouvons estimer la variation de volume relative associée à la déformation, $\Delta V / V_0$ (équation III.1) :

$$\frac{\Delta V}{V_0} = \frac{1}{l_T \times l_L \times l_e} \qquad \text{(III.1)}$$

Nos mesures montrent que l'écart à l'incompressibilité est de 7 % en fin de poinçonnage et de 14 % en fin de soufflage. Compte tenu de la précision de nos mesures (moyenne sur un carreau de côté initial 5 mm), la déformation peut donc être raisonnablement supposée incompressible. Nous montrerons au Chapitre IV par des mesures plus précises que cette hypothèse est raisonnable pour le PS dans la gamme de mise en forme du thermoformage.

Des mesures de retraits nous permettent, de plus, de juger du caractère réversible des déformations au passage de la transition α. Les mesures sont réalisées sur des éprouvettes circulaires de diamètre initial 10 mm prélevées le long du pot. Quatre éprouvettes, respectivement centrées sur les abscisses 15, 40, 60 et 80 mm du pot final, sont prélevées. Leur variation dimensionnelle est mesurée après un séjour en étuve de 40 minutes à 140 °C sur lit de kaolin pour faciliter les retraits. Les taux d'élongation locaux sont mesurés dans les directions longitudinales et transversales par le rapport des dimensions finales et initiales de l'échantillon. Elles sont confrontées aux taux d'élongation après mise en forme (mesures sur pot final). L'incertitude de mesure est, compte-tenu du fort rétrécissement des échantillons, de l'ordre de 10 %.

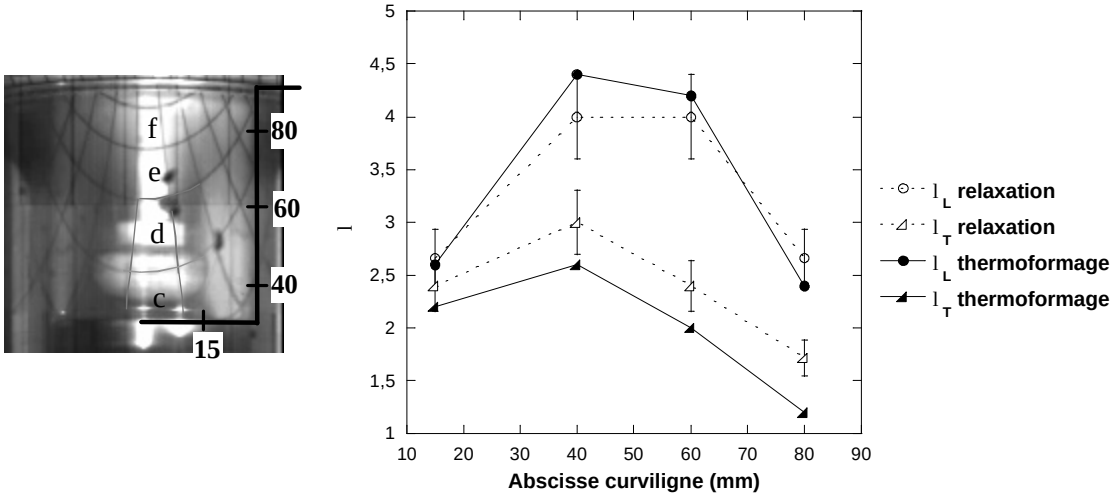


figure III-15 : Comparaison des taux d'élongation locaux obtenus en fin de thermoformage assisté par poinçon feutre « standard » d'une feuille de température initiale 133 °C et des retraits après relaxation en étuve pour les quatre points matériels du pot.

La déformation induite par la mise en forme est donc majoritairement relaxée après passage en étuve au dessus de T_α. Si le pot entier est chauffé, on retrouve d'ailleurs la galette non déformée de la feuille initiale. Ces observations indiquent que les déformations mises en jeu sont dans notre cas fortement réversibles, ce qui est classique pour le polystyrène qui est mis en forme à l'état caoutchoutique [par exemple 25].

Nous retrouvons ce résultat pour l'ensemble des conditions de mise en œuvre testées, aussi les mesures de relaxations ne seront pas explicitées par la suite.

III.3.5. Evolution de la température au cours de la déformation

Bien que les déformations en thermoformage soient majoritairement réversibles, une certaine dissipation visqueuse est susceptible de se produire au cours de la mise en forme. En effet, le comportement du polystyrène n'est pas purement caoutchoutique dans la plage de mise en œuvre comme le montre les analyses D.M.T.A. (Chapitre II), une composante visqueuse se superposant à la composante élastique de la déformation. Compte-tenu des fortes vitesses mises en jeu (de l'ordre de 20 s^{-1} lors du poinçonnage et jusqu'à près de 100 s^{-1} lors du soufflage), et de la faible conductivité thermique du polystyrène, cela peut se traduire par des auto-échauffements importants de la feuille. A titre d'exemple, citons le cas du bi-étirage soufflage de bouteilles en PET pour lequel ce phénomène existe : des élévations de températures de surface significatives, de l'ordre de 15 °C, ont été relevées lors de la mise en forme [24].

Compte tenu du caractère fortement évolutif du comportement du polystyrène au voisinage de sa transition α, il est important de juger de l'existence de ce phénomène d'auto-échauffement et d'en donner un ordre de grandeur. Pour cela, des mesures de température en ligne sont nécessaires. Nous optons pour la thermographie infra-rouge, en collaboration avec le Laboratoire de ThermoPhysique (LTP) de la Faculté des Sciences de Reims [26] (le principe de la thermographie infra-rouge est rappelé brièvement dans l'Annexe I).

Une caméra à haute fréquence d'acquisition (300 images.s^{-1}) est utilisée afin de pouvoir suivre les phénomènes rapides considérés. Le traitement des mesures est réalisé à l'aide du module d'exploitation développé par le Laboratoire de ThermoPhysique, CAMIRLEO. Nos mesures sont précédées d'une étude de laboratoire des propriétés radiatives, décrite dans l'Annexe I, destinée à rendre nos essais les plus précis possibles.

Notons ici que nous avons choisi une caméra ondes longues (CEDIP JADE IRC 320-4 LW), dont la gamme spectrale (7,7 à 9,5 µm) permet de considérer la feuille de polystyrène comme un corps opaque et gris (c'est à dire que son émissivité ne dépend pas de la longueur d'onde), du moins sous son épaisseur initiale. Son émissivité mesurée est de 0,96. Elle n'est pas perturbée par la température de la feuille. De même, nous pouvons vérifier que notre mesure reste insensible à l'angle d'incidence dans la gamme des angles rencontrés dans notre cas compte-tenu de la géométrie non planaire du pot.

Un exemple complet de prise de vue est présentée en Annexe III, dans le cas d'un thermoformage « standard » d'une feuille de température initiale 116 °C à l'aide d'un poinçon feutre, le soufflage étant libre puisque sans moule.

Plusieurs phénomènes peuvent perturber la bonne conversion de ces données en températures et doivent être pris en compte :

- La feuille étudiée n'est pas parfaitement opaque et sa transparence augmente de manière significative avec la diminution d'épaisseur. Cela se traduit par une diminution de l'émissivité apparente comme le montre l'étude des propriétés radiatives du polystyrène sous plusieurs épaisseurs (Annexe I).
- La semi-transparence de la feuille déformée induit également la détection d'un signal supplémentaire provenant de l'intérieur du pot. La prise en compte de cette part de signal dans la transcription en température n'est pas aisée et nous négligerons cet effet.
- La matière se déplace, et il est donc nécessaire de se créer des points de repères pour suivre le même élément de matière au cours du temps.

Une solution courante en thermographie est de revêtir l'objet semi-transparent que l'on souhaite observer par un revêtement opaque d'émissivité connue [27, 28]. Cette procédure n'est pas

applicable pour nos mesures « en ligne » puisqu'un tel revêtement risque de modifier le chauffage de la feuille. Il est, en outre, difficile de trouver un revêtement qui allierait émissivité connue et résistance aux grandes déformations imposées à la feuille. Nous prenons donc le parti de corriger les émissivités de l'élément de matière suivi à partir d'une estimation de l'épaisseur locale de la feuille.

Cette procédure n'est plus applicable lorsque les épaisseurs deviennent trop faibles (trop imprécise) pendant le soufflage. Rappelons, en outre, que les cinématiques de soufflage « libre » ne sont pas représentatives de ce qui passe en présence d'un moule et que le moule utilisé n'est pas transparent aux rayonnements infra-rouge. C'est pourquoi nous nous sommes limités à l'étude des évolutions de température pendant la phase de poinçonnage

Nous détaillons ici le cas d'un poinçonnage « standard » d'une feuille de température initiale 130 °C avec un poinçon aluminium (non thermostaté ni lubrifié). Dans ce cas, les déformations du flanc sont très importantes car, comme nous le verrons, ce poinçon « bloque » la matière en contact avec lui par une combinaison d'effets thermiques et de frottement. Nous devrions donc maximiser le phénomène dissipatif sur les flancs dans ces conditions.

Nous repérons la position de plusieurs éléments de matière au cours du temps en ajoutant un marquage sur nos feuilles quadrillées à l'aide d'une peinture argentée. La peinture est finement déposée sur les « nœuds » du quadrillage sérigraphié (qui n'est pas visible sur les images thermiques) pour affecter le moins possible le chauffage de la feuille. Trois points matériels du flanc, schématisés par des étoiles figure III-16, sont accessibles. Les points (i) et (ii) correspondent à des zones de la feuille situées à proximité du poinçon. Le point (iii), correspondant au « haut » du flanc, n'est pas visible au début du poinçonnage.

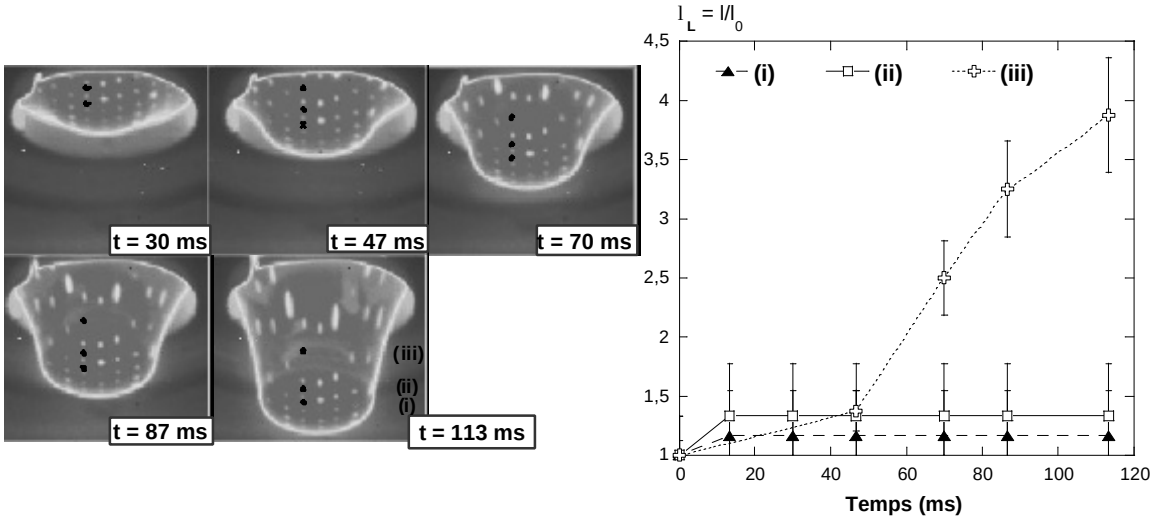


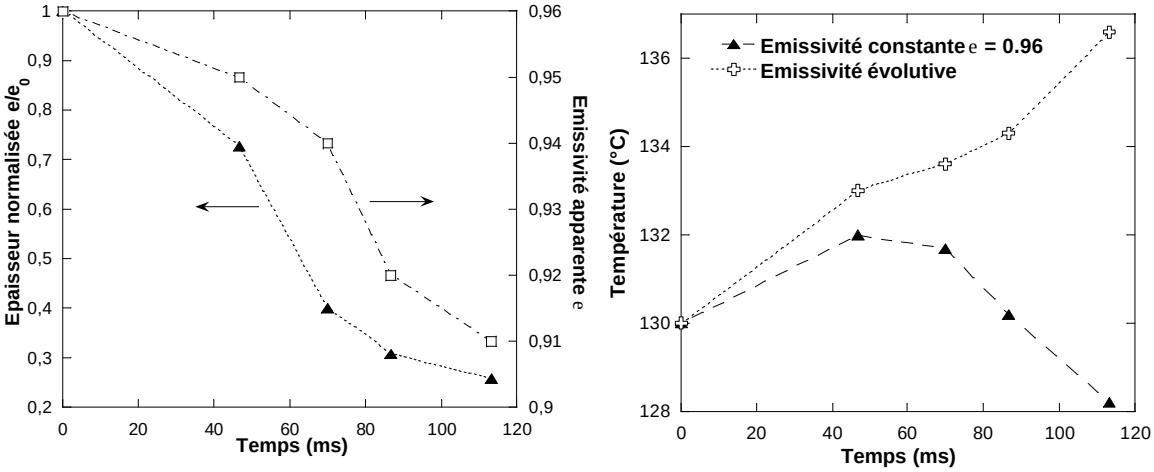
figure III-16 : Evolution des taux d'élongation locaux de points matériels à partir des images thermiques dans le cas du poinçonnage « standard » d'une feuille de température initiale de 130 °C à l'aide d'un poinçon aluminium non thermostaté et non lubrifié.

Ce marquage permet de mesurer les taux d'élongation locaux des éléments de matière situés au centre des différents carreaux (figure III-16). Seuls les taux d'élongation longitudinaux sont présentés, la déformation transverse étant négligeable (cf. plus haut). L'estimation de l'évolution d'épaisseur locale de ces trois points est déduite des taux de déformation locaux sous hypothèse d'incompressibilité (vérifiée plus haut). Nous déduisons alors à chaque instant l'émissivité correcte pour la transcription en température (Annexe I, figure III-17 (a)). Dans l'exemple présenté ici, il s'est avéré que pour les deux points inférieurs, l'épaisseur de la feuille

reste suffisante pour que l'on puisse conserver une valeur constante d'émissivité, de 0,96. Par contre, la correction apparaît indispensable pour la zone du flanc (iii) qui s'amincit de manière considérable.

En effet, lorsqu'on impose une émissivité constante (0,96), on aboutit à une chute apparente de température dans cette zone (figure III-17 (b)). On pourrait croire ce résultat significatif, un refroidissement pouvant se produire pendant le procédé. Toutefois, il est contradictoire avec ce que l'on peut mesurer au haut du flanc en suivant les évolutions thermiques de petites zones fixes de l'image (figure III-18). Dans ces zones, les variations d'épaisseur et donc d'émissivité sont négligeables en début de poinçonnage. Or on y constate une augmentation rapide de la température, de 3 ou 4 °C, au début du poinçonnage. Comme la température initiale de la feuille est homogène, cette augmentation de la température est la trace d'effets dissipatifs même si nous ne suivons pas un même élément de matière au cours du temps.

Si, par contre, l'évolution d'émissivité due à l'amincissement de la feuille est prise en compte pour le point (iii) de la figure III-16, une croissance de température du même ordre de grandeur est observée (figure III-17 (b)).



(a) (b)

figure III-17: Suivi d'un élément de matière du flanc (point matériel (iii) de la figure III-16) : (a) Evolution de l'épaisseur et de l'émissivité au cours du temps ; (b) Evolutions de température obtenues par traduction des données thermiques en posant une émissivité constante à 0,96, et en considérant les évolutions d'émissivité décrite au (a).

Malgré l'incertitude de la valeur de l'émissivité et de sa méthode de détermination, cet exemple démontre que les mesures par thermographie infra-rouge nécessitent d'être conduites et interprétées avec soin. Une étude préalable des propriétés radiatives du matériau qui s'amincit apparaît donc indispensable.

L'évolution de température des trois points matériels définis figure III-16 au cours du poinçonnage est finalement présentée figure III-19 (a). On constate l'existence d'un auto-échauffement de l'ordre de 4 °C pour le fond du pot, et jusqu'à 7 °C sur le flanc.

Les évolutions de température apparaissent toutefois proches pour ces trois zones bien qu'elles soient étirées de manière très différentes. Cette différence est mise en évidence sur la figure III-19 (b) qui représente les évolutions de température mesurée pour chaque zone en fonction du taux d'élongation.

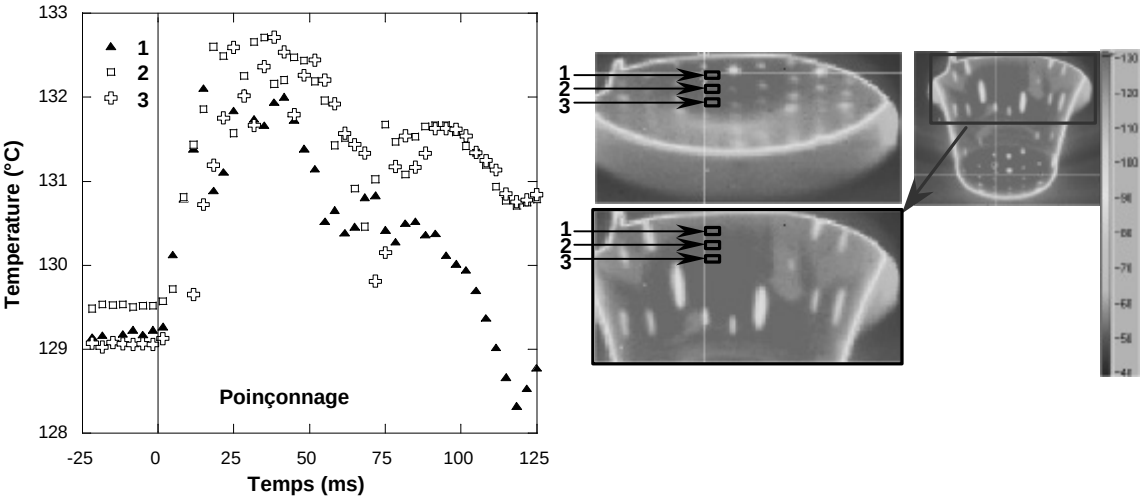
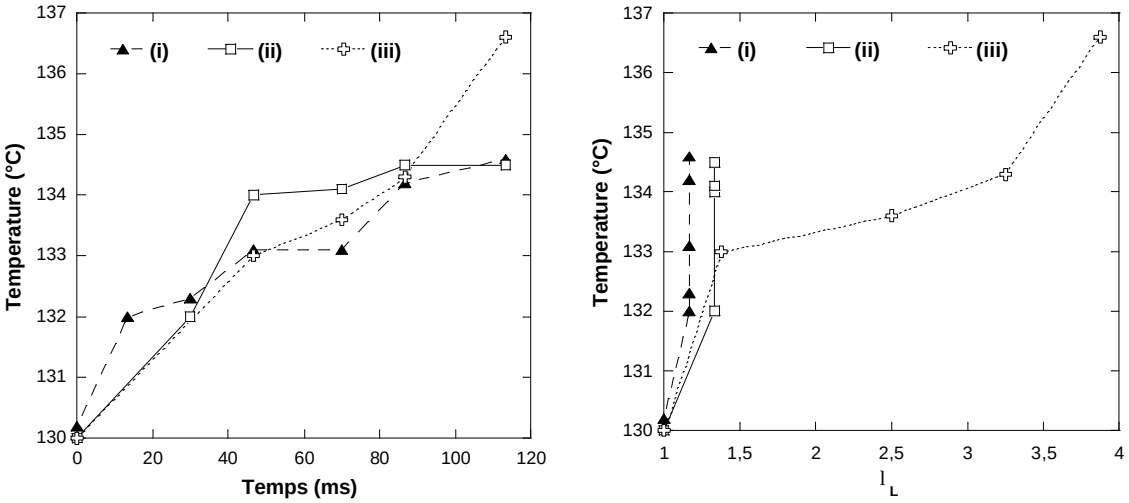


figure III-18 : Suivi de température au cours du temps de zones fixes de l'image dans le cas du poinçonnage « standard » d'une feuille de température initiale de 130 °C à l'aide d'un poinçon aluminium non thermostaté et non lubrifié ; Localisation des zones suivies sur les images (thermogrammes présentés avec une émissivité constante de 0,96) correspondant au début (0 ms) et à la fin du poinçonnage (120 ms) .



(a) (b)

figure III-19 : Effets thermiques lors du thermoformage : Evolution de température des points matériels définis figure III-16 au cours du temps (a) et en fonction de leur taux d'élongation longitudinal (b).

Pour les points (i) et (ii), proches du poinçon, la déformation longitudinale augmente rapidement (figure III-16) puis s'arrête, probablement du fait des conditions de contact imposées. L'augmentation de température est également rapide dans cette zone puis se stabilise (figure III-19). Il peut donc être supposé que la dissipation mécanique observée se produit au tout début du poinçonnage, ce qui est cohérent avec l'élévation rapide de température mesurée par suivi de zones fixes de l'image (figure III-18). La feuille étant épaisse et mauvaise conductrice, les calories générées ne sont pas évacuées et la température se stabilise. En toute rigueur, on peut également imaginer que le poinçon peut refroidir le polymère à son contact et contre-balance la dissipation.

Pour le point (iii), on peut imaginer que le scénario est le même que pour les points (i) et (ii) aux temps courts (< 50 ms), le taux d'élongation et l'élévation de température étant effectivement du même ordre (figure III-19). Aux temps longs, la déformation se localise sur les flancs qui se déforment de manière importante, les déformations des points (i) et (ii) étant « bloquées ». La température augmente parallèlement mais de manière beaucoup moins rapide qu'au début du poinçonnage. Cela peut s'interpréter en considérant que la feuille est alors beaucoup plus fine, et que les échanges avec l'air ambiant sont plus efficaces. Finalement, l'auto-échauffement du flanc apparaît plus important mais du même ordre de grandeur que sous le poinçon.

De telles mesures de température ont été conduites pour d'autres conditions de mise en œuvre, soit pour des températures de feuille entre 116 et 170 °C pour les deux poinçons étudiés (feutre et aluminium). Si la cinématique de la déformation apparaît fortement conditionnée par les conditions de mise en forme, comme nous le verrons par la suite, l'élévation globale de température n'évolue pas de façon aussi significative.

Il peut donc être conclu qu'un échauffement de 4 à 7 °C est probable au cours de la déformation du matériau. Cet ordre de grandeur d'échauffement peut paraître faible mais rappelons que la rhéologie du polystyrène peut être très évolutive aux alentours de T_α.

La mesure de la dissipation durant le soufflage n'est pas accessible avec précision. Les vitesses de sollicitations sont plus importantes qu'au cours du poinçonnage mais le processus est très rapide et concerne un matériau de faible épaisseur, qui est donc susceptible de se refroidir plus rapidement par échange avec le milieu extérieur. Nous pouvons donc supposer que son échauffement reste limité.

III.3.6. Conclusions

Cette analyse du procédé de thermoformage assisté par poinçon, pour une condition de mise en œuvre « standard » souligne la complexité de la mise en forme. La feuille est sollicitée de manière complexe et inhomogène, avec des taux d'élongation et des vitesse d'élongation variant sur sa surface. Les chemins de déformation varient selon l'élément de matière considéré.

La déformation du fond du pot est bi-axiale équilibrée, sans doute simultanée au centre. Elle est plus ou moins équilibrée sur les bords et sur la partie basse du flanc (part croissante de la composante longitudinale). Elle est aussi moins simultanée, l'étirage et le soufflage n'intervenant pas simultanément. Notons ici que la forme du poinçon doit jouer un rôle important à ce niveau.

Les déformations du flanc apparaissent quant à elles majoritairement longitudinales, conditionnées principalement par l'étape de poinçonnage. L'observation des cinématiques de déformation du flanc permet de définir la chronologie précise de la déformation qui se regroupe selon les étapes clés suivantes :

- étirage uni-axial planaire durant le poinçonnage,
- étirage uni-axial orthoradial au début du soufflage,
- bi-étirage lors de la propagation de la bulle.

La déformation semble isochore et majoritairement réversible à la température de mise en œuvre. Pourtant, les effets de dissipation existent, bien qu'une quantification précise du phénomène reste délicate. Nos mesures fournissent un ordre de grandeur de 4 à 7 °C. Ces effets peuvent être importants compte tenu de la rhéologie fortement évolutive du polystyrène au voisinage de la transition α. Mais n'oublions pas la non homogénéité probable des champs de température au sein de la feuille. Les surfaces externes sont a priori portées à plus haute

température lors du chauffage et un refroidissement par contact avec les outils (et en particulier avec le poinçon) et par convection doit avoir lieu. Ces évolutions de température additionnelles dans l'épaisseur pourraient être d'un ordre de grandeur bien supérieur au phénomène dissipatif.

Nous nous proposons dans la suite d'étudier dans quelle mesure les cinématiques de déformation, et donc les épaisseurs finales du pot, dépendent des conditions de mise en œuvre.
Nous avons exploré dans chaque cas les différents points présentés de manière complète dans ce paragraphe (observation des cinématiques de déformation locales, mesure des épaisseurs). Nous n'expliciterons pas l'ensemble des résultats obtenus mais mettrons l'accent sur les différences qui ressortent en fonction des conditions de mise en œuvre.

III.4. Influence du contact poinçon : frottement et thermique

Le contact avec le poinçon conditionne pour une grande part la déformation en thermoformage assisté par poinçon. La nature du poinçon, toute chose étant égale par ailleurs, modifie de manière importante les répartitions finales d'épaisseurs [29, 30]. Nous illustrons ce point figure III-20 en comparant les épaisseurs obtenues pour des poinçons feutre et aluminium non thermostatés, pour deux températures de feuille (146 et 175 °C), dans les conditions « standards ».

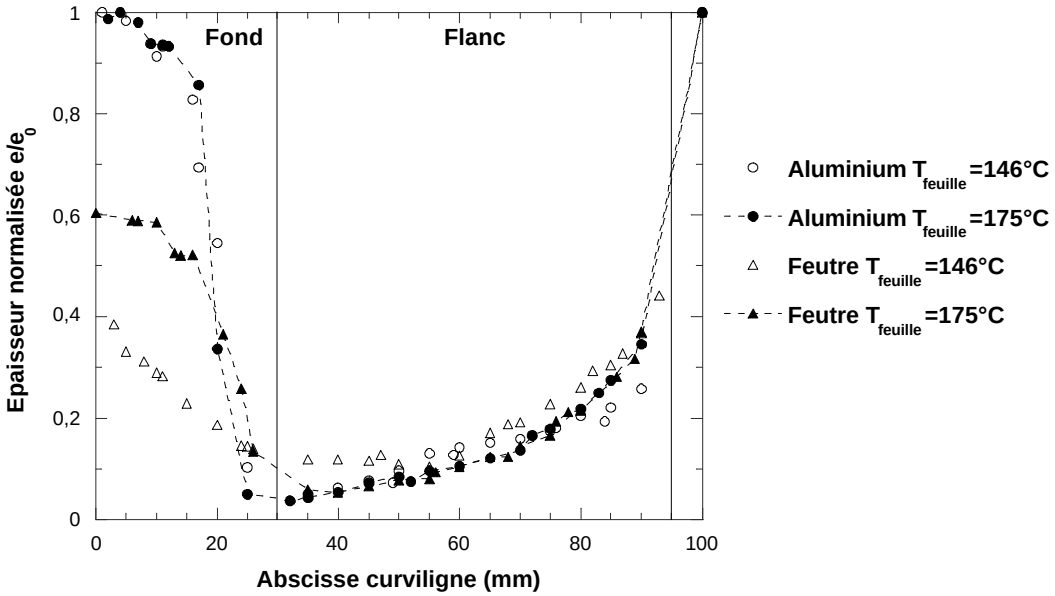


figure III-20 : Effet du poinçon : Comparaison de pots thermoformés avec des poinçons feutre et aluminium non thermostatés pour deux températures de feuille.

La feuille en contact avec le poinçon aluminium ne se déforme pratiquement pas ce qui conduit à des sous-épaisseurs au niveau du coin du pot (abscisse 30 mm). Une modification de la température de la feuille modifie peu les épaisseurs (figure III-20). Du fait de la grande effusivité thermique de l'aluminium comparée à celle du PS (notée b, Annexe II), c'est en effet la température du poinçon qui règle l'importance du « figeage » thermique de la feuille au niveau du contact, comme l'indique un calcul sous hypothèse de contact thermique parfait entre corps semi-infinis (équation III.2, avec T_1^0 et T_2^0 les températures initiales des corps) : la

température d'interface calculée, θ_i, correspond à 1 ou 2 °C à la température du poinçon. La validité de cette hypothèse de contact thermique parfait sera examinée au Chapitre V.

$$q_i = \frac{b_1 \times T_1^{\,0} + b_2 \times T_2^{\,0}}{b_1 + b_2} \qquad \text{(III.2)}$$

Nous pouvons d'ores et déjà indiquer que dans le cas de l'aluminium les effets de température de feuille sont probablement du second ordre lorsque la température du poinçon est inférieure à celle de la feuille, ce qui rejoint les résultats de la littérature [5, 7].

La déformation en fond de pot est plus importante dans le cas du poinçon feutre. Ses propriétés thermiques ont été mesurées et sont présentées dans l'Annexe II. Son effusivité thermique est du même ordre de grandeur que celle du PS. Ce poinçon doit donc moins refroidir la feuille qu'un poinçon aluminium et ainsi autoriser la déformation du polymère qui est à son contact. Les répartitions d'épaisseurs sont alors modifiées de manière importante par la température de la feuille (figure III-20). On assiste assez paradoxalement à une augmentation de l'épaisseur en fond de pot lorsque la feuille est plus chaude. Ce phénomène a été mentionné récemment dans la littérature dans le cas d'un PP contre un poinçon en mouse polymère [7]. Si seuls des effets thermiques étaient impliqués, l'évolution des épaisseurs avec la température de la feuille serait sans doute inverse. Ce phénomène pourrait donc correspondre à des effets de frottement.

A ce stade, on peut d'ores et déjà relever l'importance de la nature du poinçon qui impose en partie les conditions du contact. Des effets de thermique et de frottement coexistent et contribuent à entraîner la matière avec le poinçon. Nous nous attachons tout d'abord à l'étude du poinçon aluminium pour lequel les conditions du contact et l'importance relative du frottement et de la thermique peuvent être modifiées. Nous étudierons ensuite le cas du poinçon feutre pour différentes températures de feuille. Nous tâcherons dans tous les cas de dégager les effets respectifs du poinçonnage et du soufflage grâce aux essais interrompus après poinçonnage et aux cinématiques.

III.4.1. Poinçon aluminium

a) Répartitions d'épaisseurs en fonction de la température du poinçon et effet d'une lubrification.

Les répartitions d'épaisseurs du pot sont fortement conditionnées par la température du poinçon aluminium (figure III-21 (b) et (c)). Il est intéressant d'interpréter ces répartitions d'épaisseurs finales à la lumière des épaisseurs obtenues en fin de poinçonnage (figure III-21 (a)). Cela permet de juger de la part respective du poinçonnage et du soufflage sur la déformation de la matière dans chaque cas.

Les effets sont particulièrement sensibles en fond de pot qui est plus ou moins déformé selon la température du poinçon (photos du quart du fond du pot figure III-21). Cela se traduit logiquement par une modification des épaisseurs du flanc. On note l'existence d'un point « pivot » au milieu du flanc (60 mm) pour lequel l'épaisseur finale est peu sensible aux conditions opératoires.
Des différences notables apparaissent par contre au niveau du coin (abscisse 30 mm) et en haut du flanc. Ces effets sont plus visibles sur la figure III-22 (a) qui relève les évolutions de quatre points caractéristiques du pot final en fonction de la température du poinçon. Les effets importants relevés en fond de pot apparaissent définis en fin de poinçonnage comme illustré figure III-22 (b).

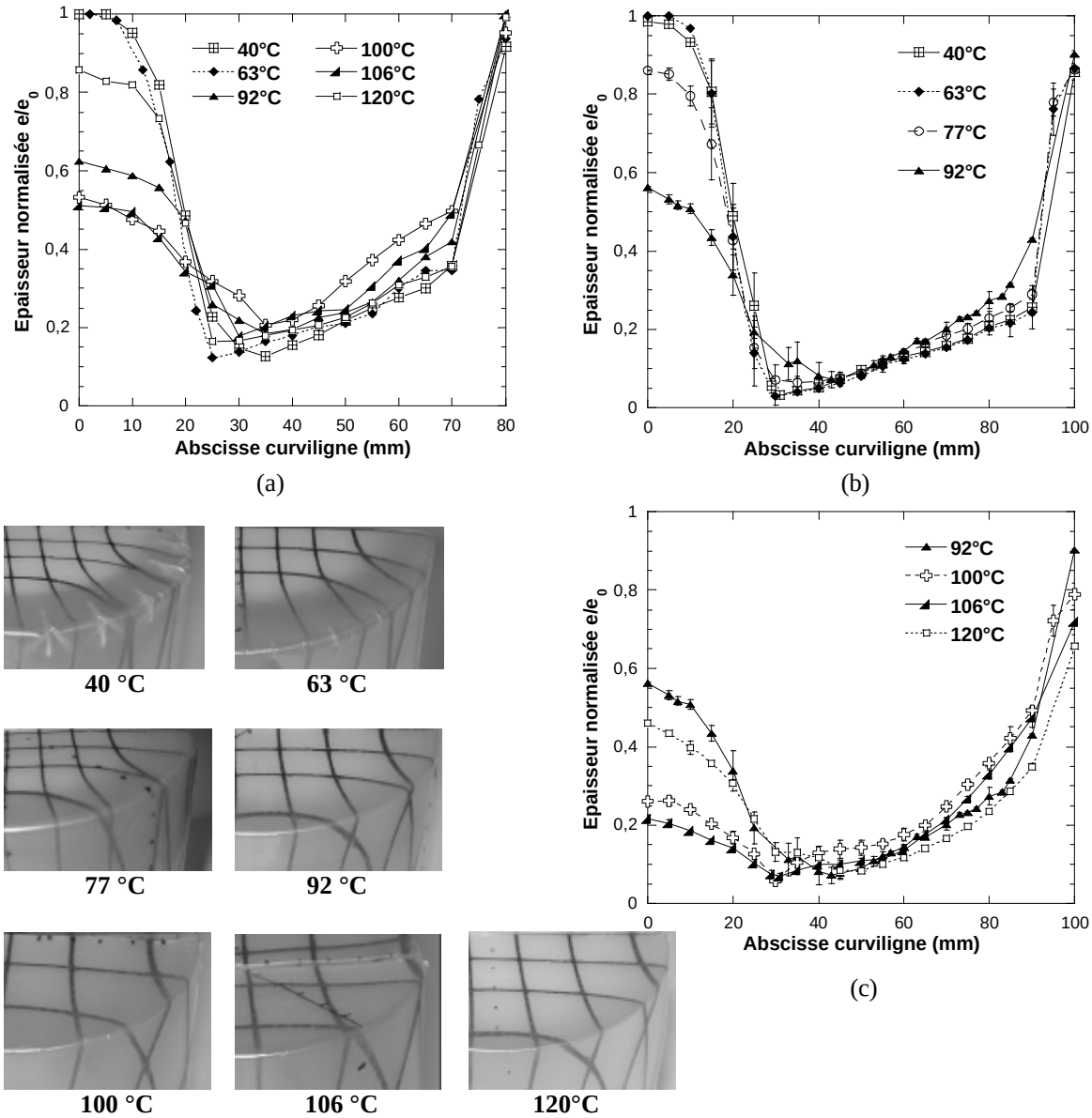


figure III-21 : Répartitions d'épaisseur (normalisée) des pots interrompus après poinçonnage formés dans des conditions « standard » avec un poinçon aluminium thermostaté (entre 40 et 120 °C) pour une température initiale de feuille de 145 °C (a) ; Répartitions finales d'épaisseur (normalisées) des pots ((b) et (c)) et photos des fonds de pot obtenus pour différentes températures de poinçon.

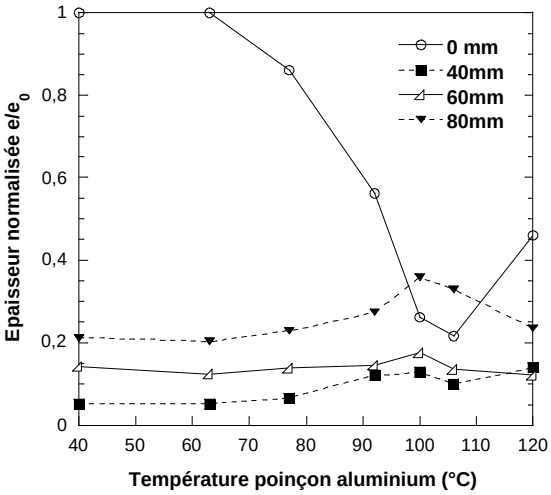
Pour des températures d'outil entre la température ambiante et 63 °C, on observe que la feuille ne se déforme pas sous le poinçon pendant le poinçonnage. Dans ce cas, le figeage thermique imposé à la feuille au cours de cette première étape est si sévère qu'elle ne peut pas non plus se déformer au cours du soufflage et venir nourrir les coins du pot. On aboutit à une galette non déformée en fond de pot et à des coins de très faible épaisseur qui peuvent présenter des zones de replis (figure III-21).

Au-delà de 63 °C, la déformation sous le poinçon durant le poinçonnage est croissante avec sa température jusqu'à 106 °C (figure III-21). La zone de déformation maximale est toujours située en bas de flanc mais la matière se répartit de manière plus homogène lorsque la température du poinçon augmente. La feuille, moins refroidie au contact d'un poinçon chaud, reste alors

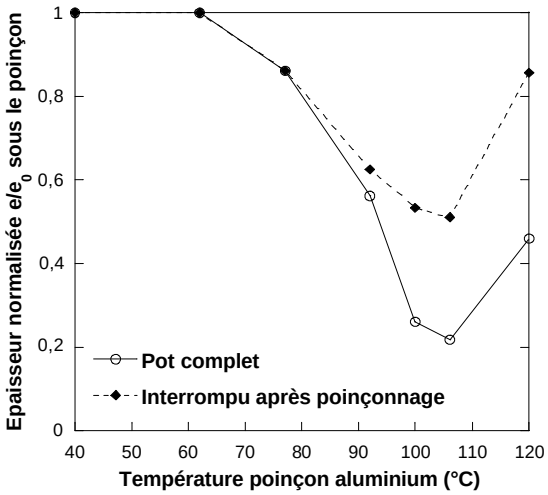
suffisamment chaude pour pouvoir se déformer encore pendant le soufflage (à partir de 80 °C, figure III-22 (b)). Cela se traduit par une homogénéisation des épaisseurs du pot final. La galette du fond disparaît dès 77 °C et les sous-épaisseurs en bas de flanc et dans le coin s'atténuent (figures III–21 et III–22). On observe également une augmentation de l'épaisseur dans la zone haute du pot.

Une stabilisation des épaisseurs intervient entre 100 et 106 °C (en fin de poinçonnage et sur le pot final). On observe un effet de « cintrage » de la feuille (composante transverse de la déformation) autour du poinçon à ces températures, pour en épouser la forme (figure III-22 (c)). Cet effet, qui n'était pas présent à basse température de poinçon, est le signe d'une possibilité de glissement de la feuille sur l'outil.

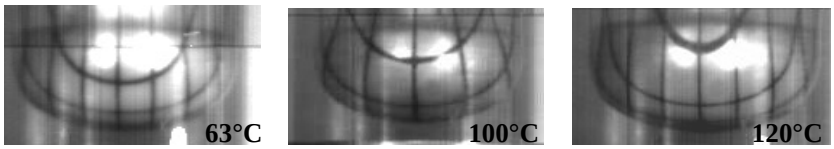
Par contre, lorsque le poinçon est régulé à 120 °C, ce cintrage disparaît à nouveau et la déformation sous le poinçon est plus faible d'où une sur-épaisseur importante en fin de poinçonnage (figures III–21 (a) et III–22). Cela se traduit également par une augmentation de l'épaisseur en fond de pot après soufflage (figures III–21 (c) et III–22 (b)). La température d'outil pour laquelle l'épaisseur est minimale sous le poinçon est peut-être à relier à la température de transition vitreuse de notre matériau.



(a)



(b)



(c)

figure III-22 : Evolution des épaisseurs normalisées en fond du pot (0 mm), en bas (40 mm), au milieu (60 mm) et en haut (80 mm) du flanc avec la température du poinçon aluminium pour une température initiale de feuille de 145 °C (a) ; Evolution des épaisseurs normalisées sous le poinçon en fin de poinçonnage et sur le pot formé (b) avec la température du poinçon aluminium et illustration du « cintrage » observé au niveau du poinçon aux alentours de 100 °C (c).

Une telle évolution non monotone d'épaisseur avec la température du poinçon a déjà été relevée par Aroujalian et collaborateurs dans le cas de la mise en forme d'une barquette en PS choc par un poinçon aluminium [5]. Nos résultats indiquent, en outre, que cet effet est déjà présent en fin de poinçonnage (figure III-22 (b)).

Les évolutions non monotones des épaisseurs du pot final relèvent donc du contact avec le poinçon et doivent correspondre à des effets couplés de transfert thermique et de frottement dont l'importance relative semble varier avec la température d'interface (imposée par le poinçon aluminium).

- A basse température, les effets thermiques semblent prédominants, même si un certain glissement peut être présent.
- Lorsque l'écart de température feuille/poinçon diminue, l'importance relative du frottement augmente sans doute pour devenir dominante à haute température de poinçon.

La disparition du cintrage au niveau du poinçon à 120 °C (déformation transverse) et les sur-épaisseurs observées sous l'outil pourraient alors correspondre à une augmentation du coefficient de frottement. Des mesures de frottement du couple aluminium/PS indiquent en effet une augmentation du frottement apparent avec la température d'interface au-delà de 100 °C [7].

Pour vérifier ce point, nous avons réalisé des thermoformages avec un poinçon aluminium lubrifié pour différentes températures de poinçon. La lubrification est réalisée par dépôt d'une fine couche de graisse silicone sur la zone de la feuille qui sera déformée, avant son chauffage. Les répartitions finales d'épaisseur obtenues avec et sans lubrification sont présentées figure III-23, pour quatre températures de poinçon.

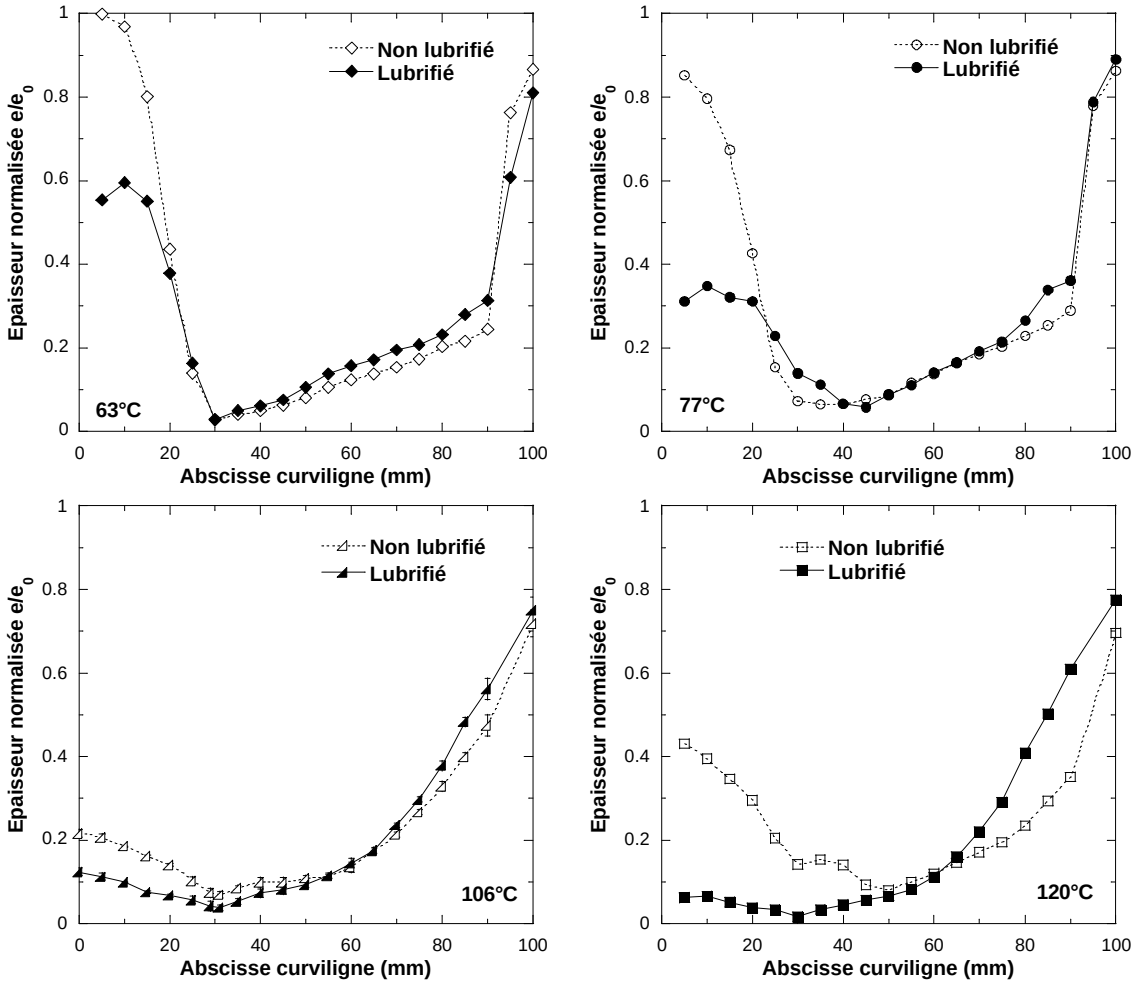
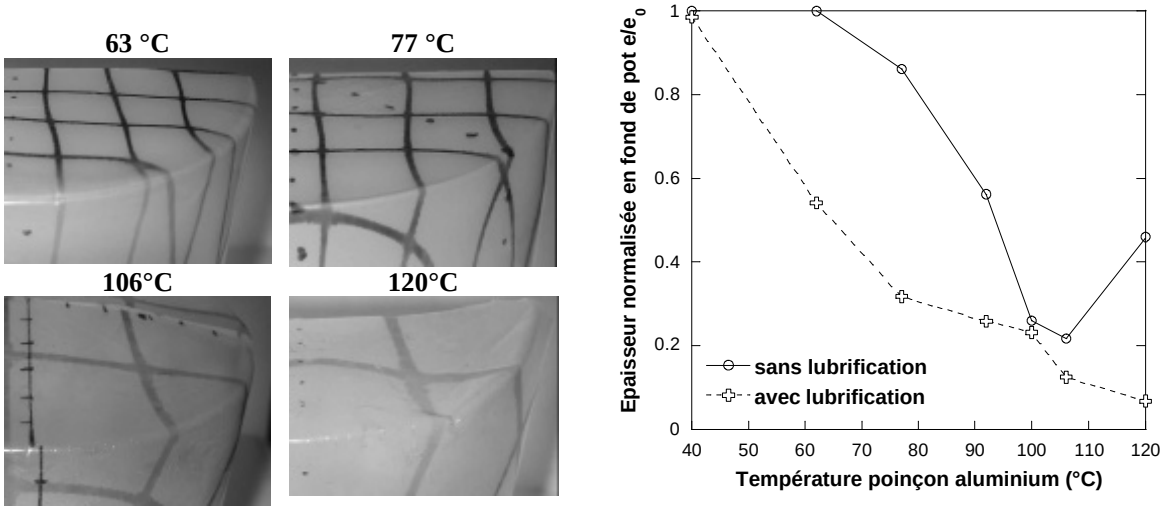


figure III-23 : Comparaison des répartitions finales d'épaisseur (normalisée) de pots formés dans des conditions « standard » avec un poinçon aluminium lubrifié (graisse silicone) pour quatre températures de poinçon (63, 77, 106 et 120 °C) pour une température initiale de feuille de 145 °C.

Les évolutions des épaisseurs en fond de pot en fonction de la température du poinçon avec et sans lubrification sont présentées figure III-24 (b). Sont également présentées les photos des fonds de pot des essais lubrifiés (figure III-24 (a)), à comparer avec les photos de la figure III-21.



(a) (b)

figure III-24 : Photos des fonds de pot obtenus avec lubrification de la feuille (a) et évolution des épaisseurs normalisées sous le poinçon (0 mm) du pot formé avec la température du poinçon aluminium avec et sans lubrification (b).

Les effets d'une lubrification sont particulièrement sensibles sous le poinçon, et se traduisent par un fond de pot globalement plus déformé. Ils sont importants pour des températures de poinçon inférieures à 90 °C et supérieures à 120 °C, alors qu'ils sont assez modérés aux alentours de 100 °C.

Il est difficile de conclure quant aux effets d'une lubrification pour les basses températures de poinçon car nous n'avons probablement pas réellement découplé thermique et frottement dans ce cas. En effet, notre procédure de lubrification modifie le contact en introduisant une couche supplémentaire entre la feuille et le poinçon. Ce troisième corps, s'il annule le frottement, peut aussi modifier la thermique du contact et limiter le refroidissement de la feuille, d'autant plus que la graisse silicone a également été chauffée. Cette explication est d'autant plus probable que les mesures de frottement PS/aluminium de la littérature indiquent un coefficient de frottement modéré à basse température (de l'ordre de 0,3 jusqu'à 100 °C) [7].

Par contre, cet effet thermique parasite s'atténue lorsque la température du poinçon se rapproche de la température de la feuille. La comparaison des pots obtenus à 120 °C reflètent donc bien les effets du frottement, qui contribuent de manière importante à l'apport de matière en fond de pot. Un poinçon chaud et lubrifié n'est donc plus efficace pour entraîner la matière et la déformation de la feuille est trop importante en fond de pot.

b) Cinématiques de déformation

Nous décrivons les cinématiques de déformation pour trois températures de poinçon pour lesquelles les phénomènes gouvernant le contact sont différents : à froid (63 °C), proche de la température de transition α (92 °C) et à haute température (120 °C).

- ***Aluminium à 63 °C***

Les répartitions d'épaisseurs obtenues en fin de poinçonnage et sur le pot final sont présentées figure III-25, ainsi que les zones du pot dont nous suivons les cinématiques (figure III-26). Les nomenclatures sont bien sûr celles qui ont été définies au paragraphe III.3.2. La zone haute du flanc (80 mm) correspond au carreau noté f et le milieu et bas du flanc sont représentés par l'élement e du marquage initial qui est très étiré. Nous avons suivi un carreau supplémentaire, d, correspondant au fond du pot final.

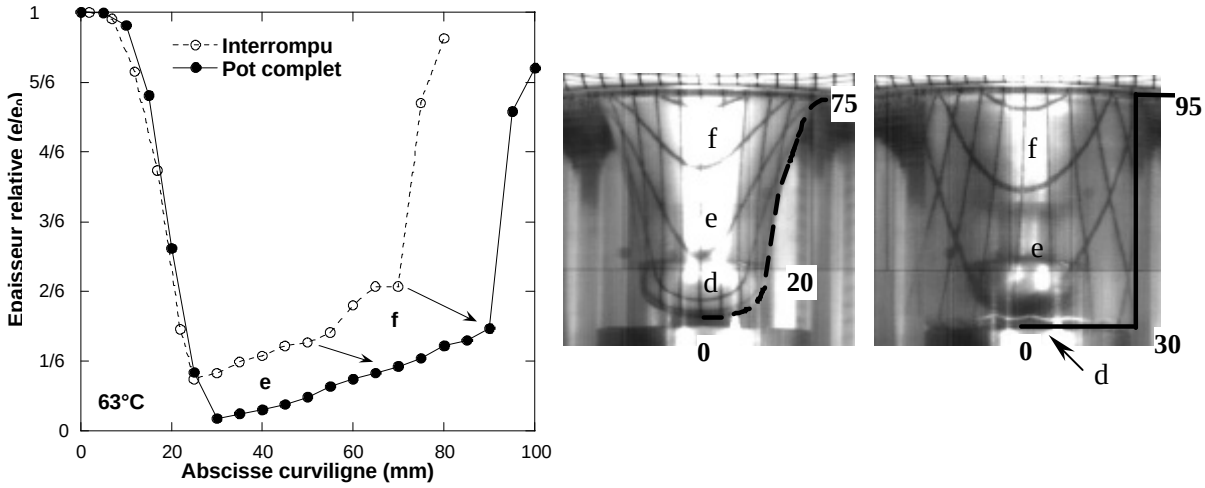


figure III-25 : Répartitions d'épaisseur normalisée (e/e_0) à la fin du poinçonnage (interrompu) et à la fin du soufflage (pot complet) obtenues pour le thermoformage « standard » d'une feuille de température initiale de 145 °C avec un poinçon aluminium thermostaté à 63 °C.

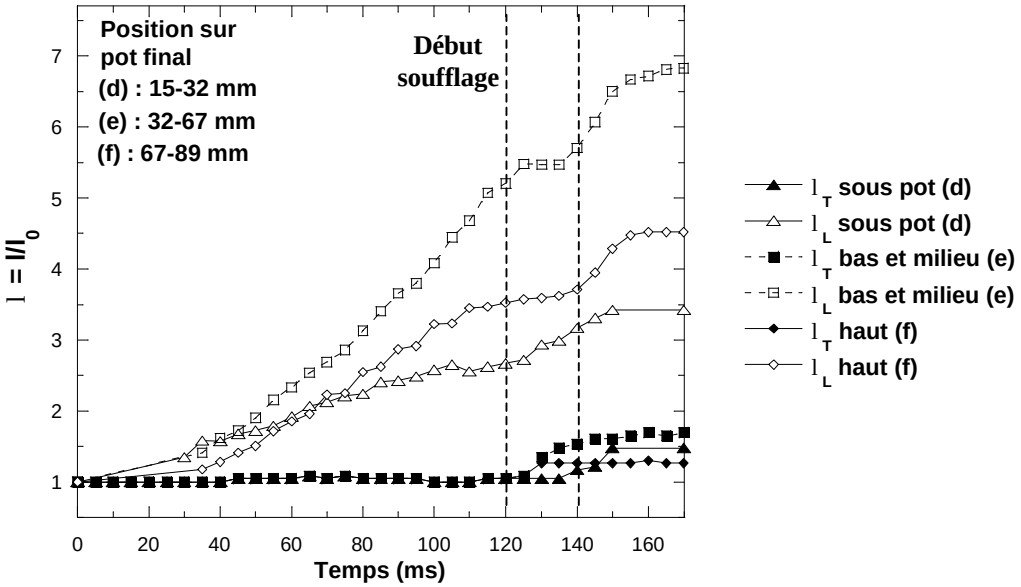


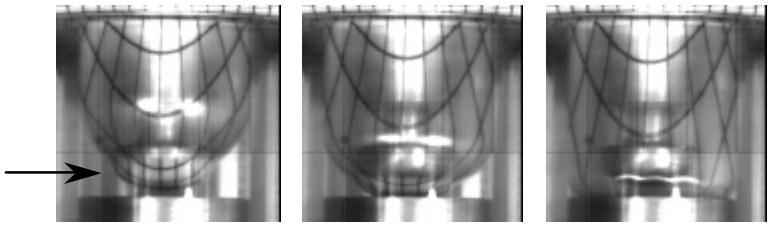
figure III-26 : Taux d'étirage longitudinaux et transverses du fond du pot (d), du bas et milieu (e) et haut (f) du flanc pour le thermoformage « standard » d'une feuille de température initiale de 145 °C avec un poinçon aluminium thermostaté à 63 °C.

On retrouve un scénario de déformation en trois temps identique à celui mis en évidence au paragraphe III.3.2 : déformation uni-axiale longitudinale planaire lors du poinçonnage,

déformation uni-axiale transverse dans la première phase du soufflage, puis déformation bi-axiale lorsque le contact avec le moule force la bulle à se propager.

Les déformations des flancs au cours du poinçonnage sont beaucoup plus importantes puisque la matière située sous le poinçon ne contribue pas à la déformation. La déformation longitudinale maximale est toujours localisée au milieu du flanc mais elle est ici de 5 contre 3.2 dans le cas d'un poinçon feutre avec une feuille à 145 °C.

La matière en contact avec le poinçon a été tellement refroidie (en dessous de sa température de transition vitreuse, au moins au niveau du contact), qu'elle ne peut plus se déformer pendant le soufflage (figure III-27). Les zones les plus étirées au cours du poinçonnage (f et e) sont encore sollicitées lors du soufflage pour aider à nourrir les coins du pot (d). Le soufflage a donc pour effet d'accentuer les hétérogénéités d'épaisseurs induites par le poinçonnage. Le taux d'étirage longitudinal atteint 7 en milieu et bas de flanc. L'épaisseur du coin correspond à 2,5 % de l'épaisseur initiale pour une épaisseur moyenne du flanc de 12 %.



Temps = 136 ms 146 ms 160ms

figure III-27 : Déformation du fond du pot lors du soufflage d'une feuille de température initiale de 145 °C thermoformée dans des conditions « standard » avec un poinçon aluminium à 63 °C.

Les vitesses d'élongation sont comprises entre 15 et 45 s^{-1} lors du poinçonnage, et entre 7 et 64 s^{-1} lors du soufflage (7 et 25 s^{-1} dans le sens transverse et 24 et 64 s^{-1} dans le sens longitudinal).

On peut remarquer que la zone haute du pot (f) continue à se déformer après décollement du poinçon alors qu'elle est déjà en contact avec le moule. Ce résultat indique qu'un certain glissement pourrait être possible au niveau du moule en polycarbonate et aiderait à la déformation de la feuille dans ce cas très sévère. Ce résultat peut difficilement être extrapolé au cas d'un moule industriel métallique pour lequel thermique et tribologie du contact sont différentes. Cette déformation reste malgré tout négligeable dans notre cas.

- ***Aluminium à 92 °C***

La déformation sous un poinçon à 92 °C est plus importante à l'issue du poinçonnage (figure III-28). Cela contribue à équilibrer la déformation qui est moins sévère et mieux répartie sur les flancs (figure III-29).

La matière ayant été en contact avec le poinçon peut se déformer pendant le soufflage, ce qui contribue à homogénéiser les épaisseurs finales du pot. La déformation sous le poinçon reste toutefois modérée, probablement du fait du refroidissement de la matière dans cette zone ou de la faible distance à parcourir jusqu'au moule. La zone située juste au dessus du poinçon en fin de poinçonnage (d) est la plus déformée durant le soufflage et nourrit la zone de coin et le bas du flanc. Les vitesses d'élongation sont comprises entre 23 et 33 s^{-1} durant le poinçonnage, et entre 8 et 120 s^{-1} durant le soufflage (8 et 20 s^{-1} dans le sens transverse et 22 et 120 s^{-1} dans le sens longitudinal).On peut remarquer que le minimum d'épaisseur du pot final n'est plus situé dans le coin (30 mm) mais est reportée en bas du flanc (40 mm).

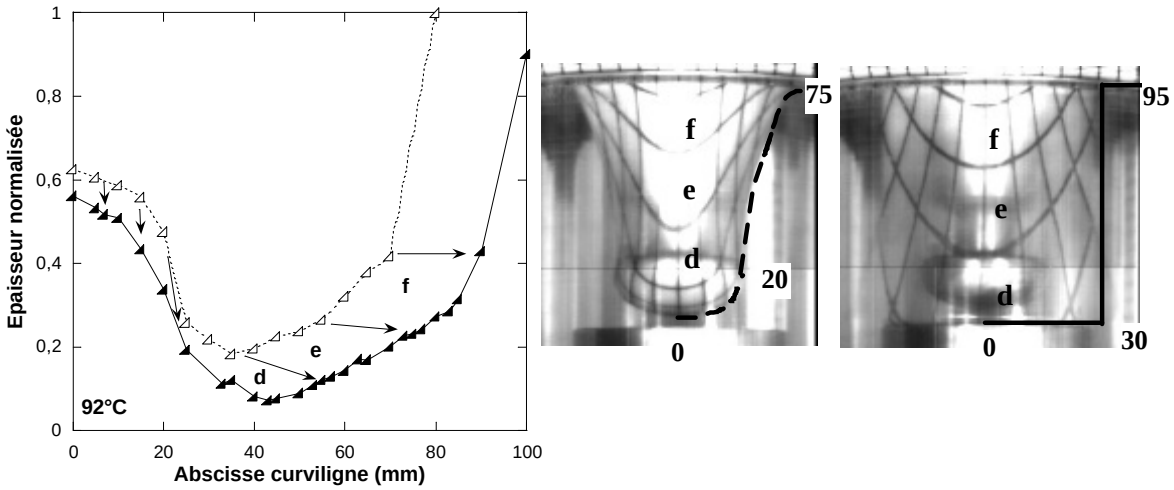


figure III-28 : Répartitions d'épaisseur normalisées (e/e_0) à la fin du poinçonnage (interrompu) et à la fin du soufflage (pot complet) obtenues pour le thermoformage « standard » d'une feuille de température initiale de 145 °C avec un poinçon aluminium thermostaté à 92 °C.

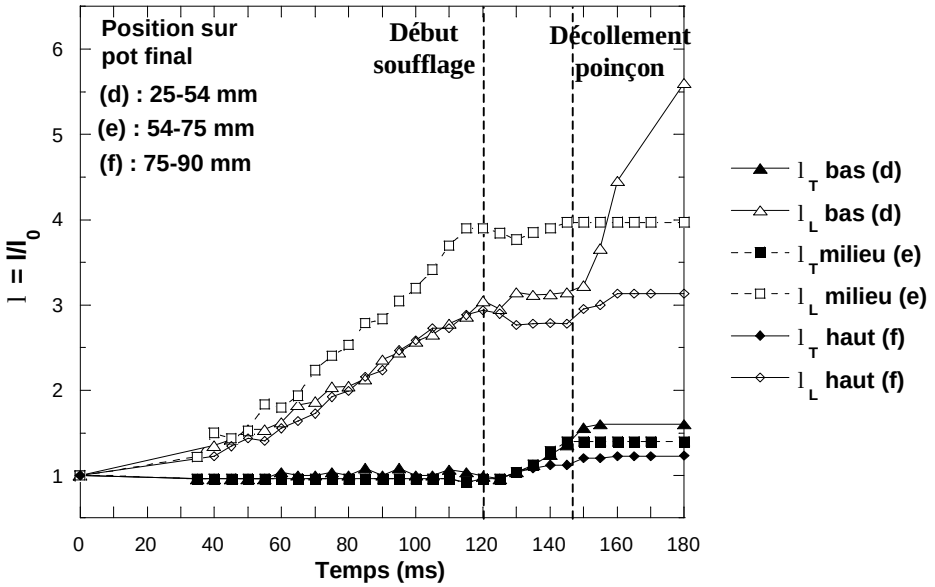


figure III-29 : Taux d'étirage longitudinaux et transverses du bas (d), du milieu (e) et haut (f) du flanc (pour le thermoformage « standard » d'une feuille de température initiale de 145 °C avec un poinçon aluminium thermostaté à 92 °C.

- ***Aluminium 120 °C***

A haute température de poinçon, on observe des sur-épaisseurs importantes sous l'outil en fin de poinçonnage attribuées à un frottement apparent important (figure III-30). La déformation se trouve ainsi reportée sur les flancs (figure III-31), les éléments de matière les plus sollicités étant ceux qui formeront le haut et le milieu du flanc du pot (f et e).

Le soufflage concerne principalement le fond du pot et le bas du flanc (d). La matière en contact avec le poinçon est restée suffisamment chaude pour se déformer de manière importante lors du soufflage et compenser en partie les fortes hétérogénéités induites par le poinçonnage. On observe une certaine relaxation de la déformation longitudinale en haut de flanc (f) pendant le soufflage.

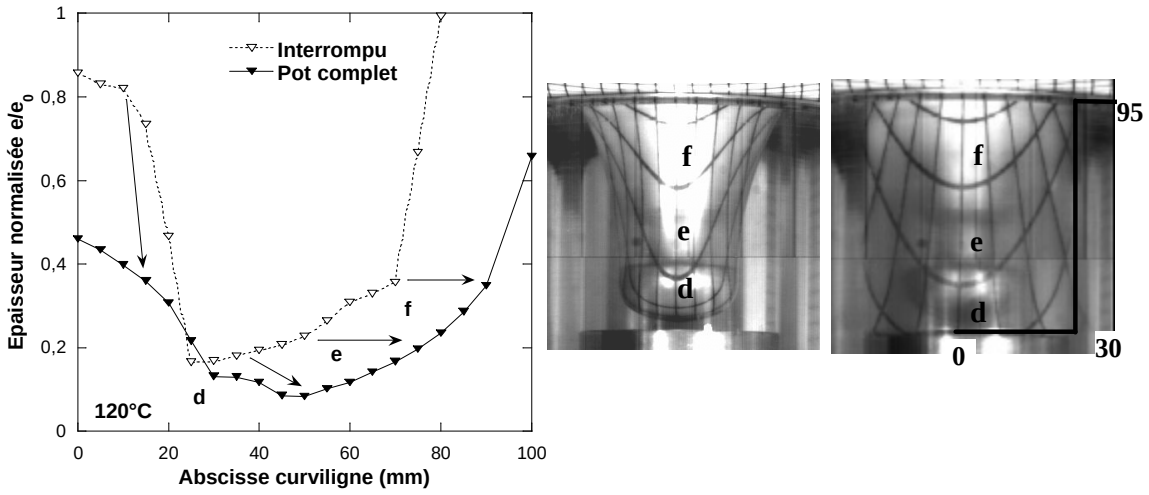


figure III-30 : Répartitions d'épaisseur normalisée (e/e_0) à la fin du poinçonnage (interrompu) et à la fin du soufflage (pot complet) obtenues pour le thermoformage « standard » d'une feuille de température initiale de 145 °C avec un poinçon aluminium thermostaté à 120 °C.

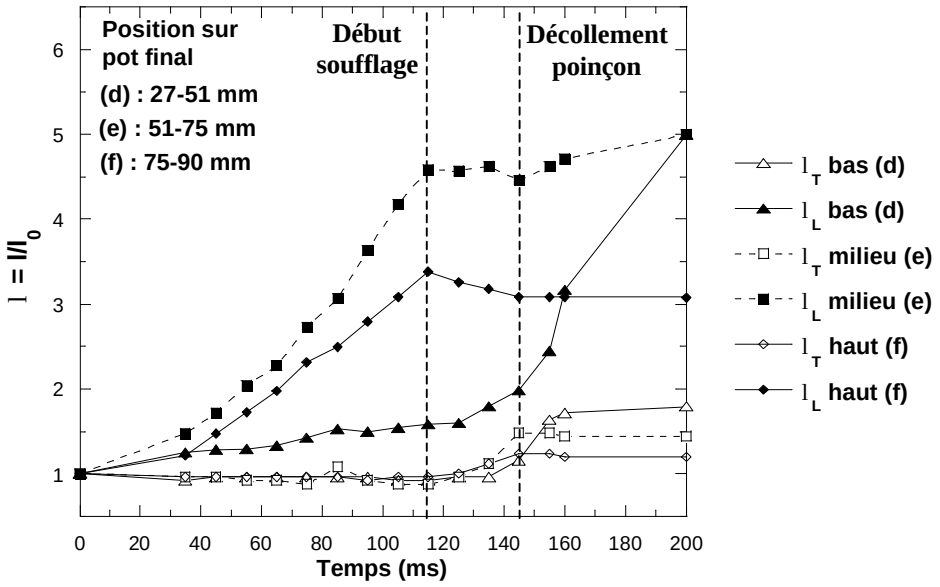


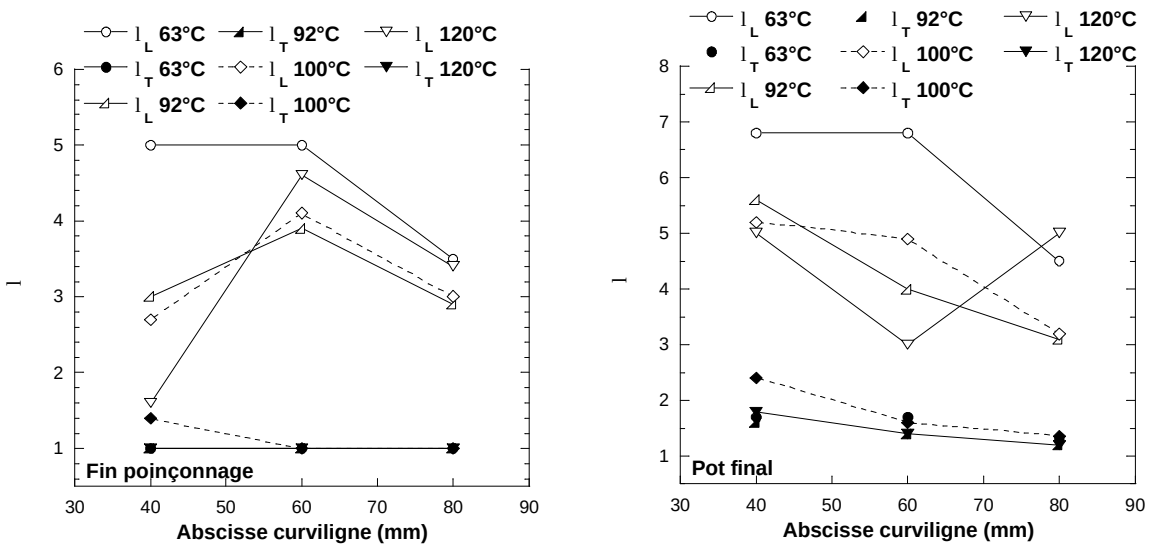
figure III-31 : Taux d'étirage longitudinaux et transverses du bas (d), du milieu (e) et haut (f) du flanc (pour le thermoformage « standard » d'une feuille de température initiale de 145 °C avec un poinçon aluminium thermostaté à 120 °C.

Une comparaison des taux d'étirages obtenus pour ces trois zones (bas, haut et milieu du flanc) pour différentes températures de poinçon en fin de poinçonnage et en fin de soufflage permet de résumer nos observations précédentes (figure III-32).

On retrouve les tendances fournies par l'observation des répartitions d'épaisseur de ces zones :

- La déformation des flancs est uni-axiale durant le poinçonnage, et est maximale au milieu du flanc.
- Elle diminue d'abord lorsque la température du poinçon augmente, se stabilise aux alentours de 100 °C pour augmenter à nouveau à 120 °C.

- Une certaine déformation transverse existe au niveau du poinçon aux alentours de 100 °C, signe d'un certain glissement de la feuille sur le poinçon. Cet effet a déjà été décrit pour le pot choisi comme référence au paragraphe III.3 (poinçon feutre et feuille à 133 °C).
- Le soufflage concerne majoritairement le fond du pot. Il aggrave les hétérogénéités induites par le poinçonnage à basse température de poinçon alors qu'il les homogénéise pour des températures d'outils proches ou supérieures à la température de transition α.



(a) (b)

figure III-32 : Taux d'étirages longitudinaux et transverses obtenus en fin de poinçonnage (a) et en fin de soufflage (b) pour les éléments de matières correspondant au bas (40 mm) , milieu (60 mm) et haut (80 mm) du flanc selon la température du poinçon aluminium (feuille à 145 °C).

c) Conclusions

Il apparaît donc que l'importance relative du frottement et des transferts thermiques dépend de la température de l'interface poinçon/polymère. Dans le cas d'un poinçon aluminium, cette température d'interface semble fortement pilotée par la température du poinçon :

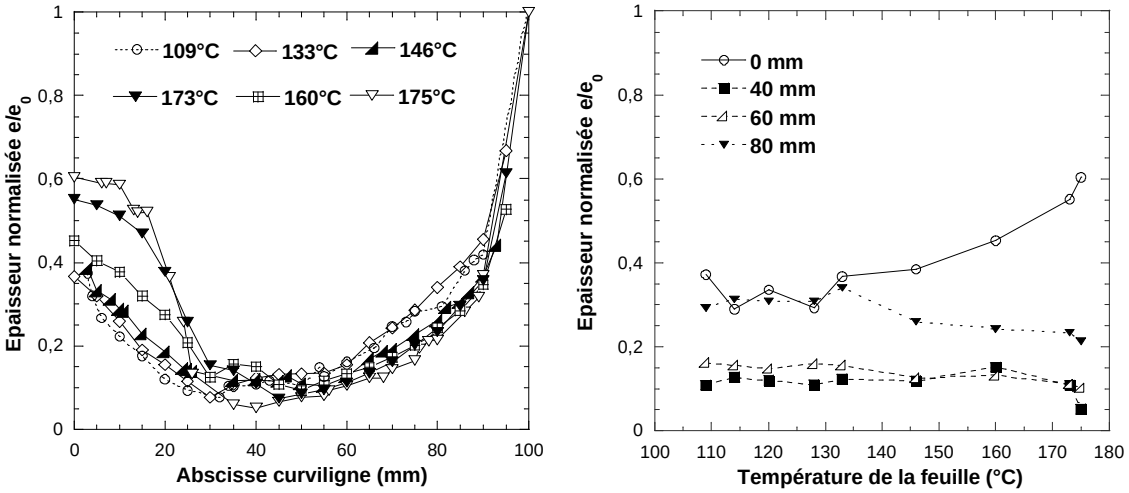
- A basse température d'interface ($T < T_\alpha$), le polymère est figé thermiquement sous le poinçon et ne peut se déformer ni durant le poinçonnage ni durant le soufflage. Si des effets de frottement existent, ils sont alors du second ordre. La déformation est très hétérogène et le pot présente des zones de sous-épaisseurs importantes, d'où la nécessité de thermostater les poinçons métalliques.
- Pour des températures de poinçons avoisinant la température de transition α du PS, le figeage thermique de la matière est moins important ce qui permet à la feuille de se déformer durant le poinçonnage mais aussi durant le soufflage. La déformation sous le poinçon à ces températures résulte d'une combinaison d'effets thermiques et de frottement (la feuille glisse partiellement sur l'outil ce qui est mis en évidence par un cintrage de la feuille qui épouse la forme du poinçon).
- A haute température de poinçon, les effets thermiques sont minimums et c'est le frottement qui domine la déformation de la feuille. Il apparaît que le frottement apparent feuille/poinçon doit augmenter avec la température d'interface au delà de T_α. La feuille, chaude et malléable au niveau du contact, glisse alors difficilement sur l'outil et la déformation est préférentiellement reportée sur le flanc. Par contre, une homogénéisation

importante des épaisseurs intervient durant le soufflage par la déformation des zones situées sous le poinçon.

Partant de cette analyse du procédé avec le poinçon d'étude, nous allons à présent nous focaliser sur l'étude du poinçon industriel en feutre. Ses propriétés thermiques étant très différentes, l'importance relative du frottement et de thermique sur les déformations sera sans doute différente.

III.4.2. Poinçon feutre : influence de la température de la feuille

Les répartitions d'épaisseur finales du pot apparaissent peu sensibles à la température de la feuille entre 109 et 133 °C. A partir de 133 °C la dépendance est accentuée, la déformation au fond du pot étant décroissante avec la température (figure III-33). Cela se traduit parallèlement par un amincissement du haut du flanc (80 mm) comme on a pu l'observer dans le cas d'un poinçon aluminium thermostaté au-delà de 100 °C (figure III-22). Au-delà de 170 °C, un amincissement supplémentaire, pouvant constituer un point faible pour le pot, est observé en bas du flanc (40 mm).

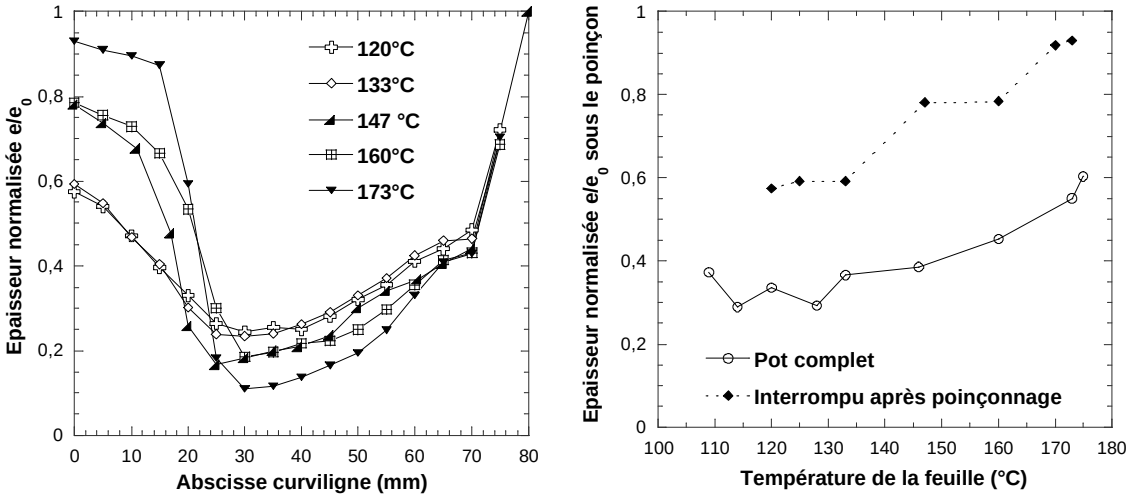


(a) (b)

figure III-33 : Répartitions d'épaisseurs (normalisées) des pots complets formés dans des conditions « standard » avec un poinçon feutre non thermostaté pour différentes températures initiale de feuille (a) ; Evolution des épaisseurs normalisées du pot complet avec la température de la feuille en fond de pot (0 mm), en bas (40 mm), au milieu (60 mm) et en haut (80 mm) du flanc (b).

Cette évolution est observée dès l'étape de poinçonnage, la matière située sous le poinçon se déformant moins lorsque la température de la feuille augmente (figure III-34 (a)). Des sur-épaisseurs très importantes sont ainsi observées aux plus hautes températures de feuille. Cela provient probablement du frottement, le refroidissement de la feuille sous l'outil en feutre étant modéré compte-tenu des propriétés thermiques de celui-ci (Annexe II). Cependant, la feuille ayant été en contact avec l'outil restant suffisamment chaude à l'issue du poinçonnage, une homogénéisation importante des épaisseurs intervient lors du soufflage (figure III-34 (b)).

Le frottement semble donc dépendre de la température d'interface, partiellement contrôlée par la température de la feuille. Nous reviendrons sur ce point au Chapitre V. Notons d'ores et déjà que la température de feuille à partir de laquelle le frottement pourrait augmenter est comprise entre 133 et 147 °C, ce qui correspond à des températures d'interface de l'ordre de 80-87 °C sous hypothèse de contact parfait avec un poinçon feutre à l'ambiante (équation III.1).



(a) (b)

figure III-34 : Répartitions d'épaisseurs (normalisées) des pots interrompus après poinçonnage formés dans des conditions « standard » avec un poinçon feutre non thermostaté pour différentes températures initiale de feuille (a) ; Evolution des épaisseurs normalisées sous le poinçon avec la température de la feuille de l'interrompu après poinçonnage et du pot complet (b).

Les chemins de déformation de la matière sont fortement influencés par la température de la feuille. Nous comparons les cinématiques de déformation obtenues pour des températures de feuille de 160 °C (figures III–35 et III–36) et de 133 °C (figure III-11).

Durant le poinçonnage et pour une température de 160 °C, la déformation sous le poinçon est faible et est reportée sur les flancs. La déformation transverse est nulle sur tout le flanc, y compris au niveau du poinçon, ce qui confirme que le glissement de la feuille contre l'outil doit être faible (figure III-36).

Une homogénéisation importante intervient lors du soufflage qui concerne majoritairement le fond du pot et le bas du flanc (figure III-36). Une relaxation de la déformation longitudinale est observée au milieu du flanc (zone la plus étirée durant le poinçonnage) pendant la première étape du soufflage (avant le décollement du fond du pot du poinçon). La déformation du pot final est bi-axiale en fond du pot (figure III-36 (b)) et le rapport λ_L/λ_T est compris entre 2,2 et 2,6 sur les flancs.

On note, à l'issue du soufflage, l'existence d'une sur-épaisseur non seulement sous le poinçon mais aussi juste au-dessus du coin du pot (entre 35 et 45 mm, figure III-35). Ce type de répartition est fréquemment rencontré dans le cas de feuilles en PP et est quelquefois appelé "plug mark" [7].

Elle correspond à une zone qui, amincie dans les premières phases du poinçonnage, a été amenée en contact avec le poinçon durant le poinçonnage (carreau d) alors qu'elle était déjà mince. Elle a donc été refroidie efficacement par rapport au reste du flanc et se déforme moins lors du soufflage. Il en résulte une délocalisation du point "faible" du pot final (du coin du pot – 30 mm – vers le bas du flanc, entre 45 et 50 mm), également observée pour des températures de feuilles supérieures à 160 °C.

Si on compare les cinématiques obtenues à 133 et 160 °C (figure III-37), on met clairement en évidence l'effet du frottement durant le poinçonnage qui « bloque » la déformation de la feuille sous le poinçon et reporte celle-ci sur les flancs. Le soufflage homogénéise de manière efficace la déformation longitudinale qui est finalement du même ordre de grandeur sur le pot final pour

les deux températures. Par contre, la déformation transverse reste inférieure sur les flancs à 160 °C, le pot final étant moins bi-axial.

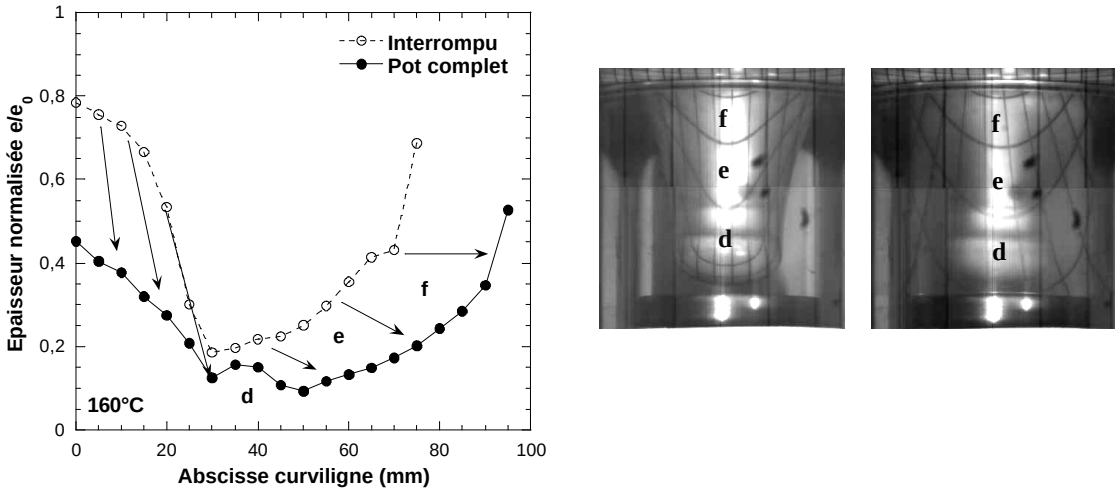
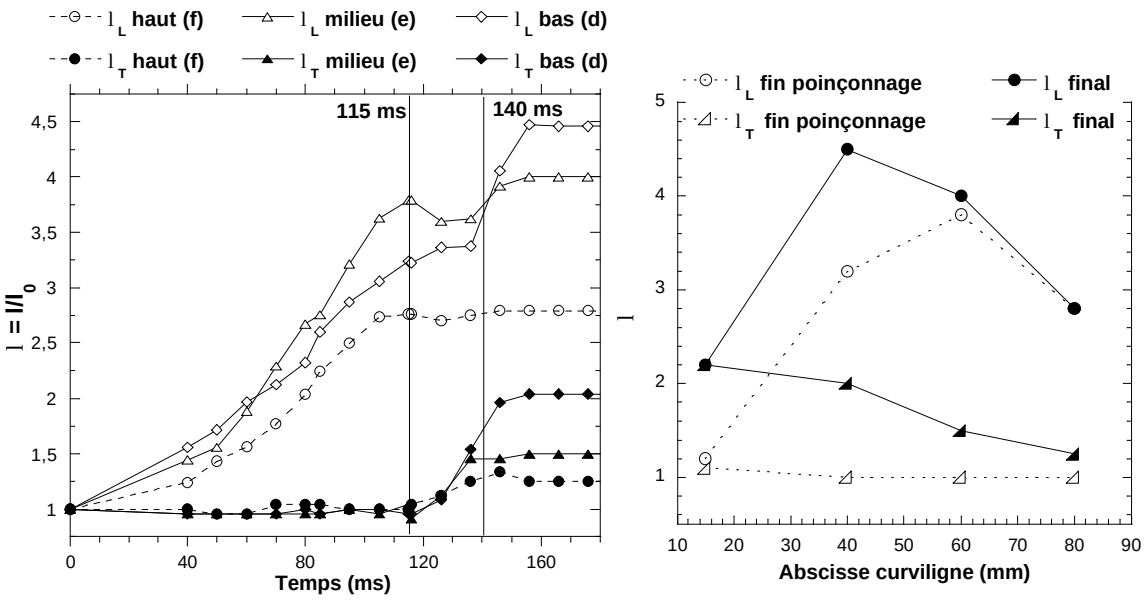


figure III-35 : Répartitions d'épaisseurs normalisées (e/e_0) à la fin du poinçonnage (interrompu) et à la fin du soufflage (pot complet) obtenues pour le thermoformage « standard » d'une feuille de température initiale de 160 °C avec un poinçon feutre.

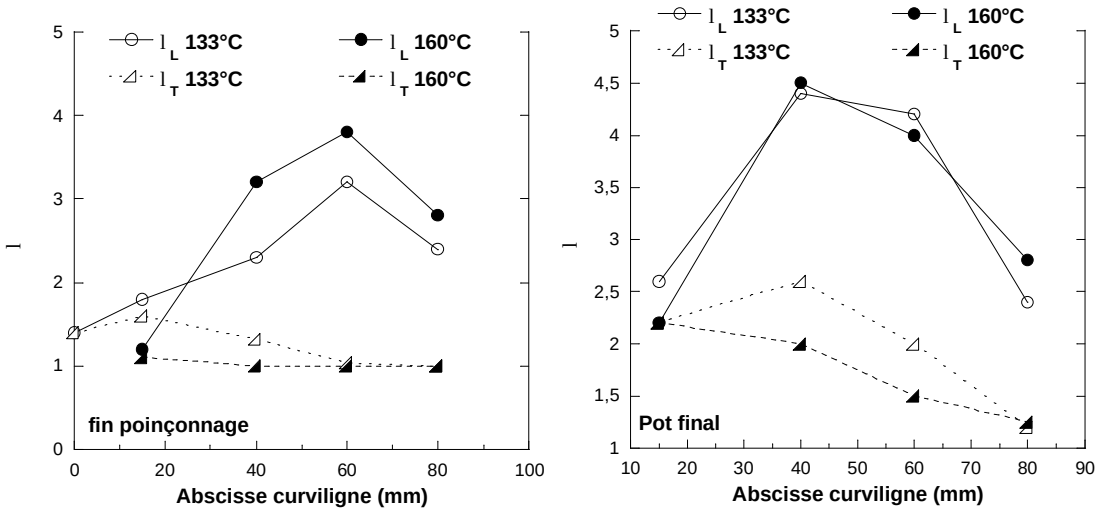


(a) (b)

figure III-36 : Taux d'étirage longitudinaux et transverses du fond du pot (d), du bas et milieu (e) et haut (f) du flanc pour le thermoformage « standard » d'une feuille de température initiale de 160 °C avec un poinçon feutre non thermostaté.

Il apparaît donc que, dans le cas d'un poinçon à faible effusivité thermique comme le feutre, les effets thermiques sont du second ordre devant les effets du frottement qui gouvernent la déformation de la feuille durant le poinçonnage. Celui-ci semble être de plus dépendant de la température d'interface, principalement gouvernée par la température de la feuille.

Une homogénéisation importante intervient toujours lors du soufflage, la feuille ayant été en contact avec le poinçon restant assez chaude pour se déformer si son épaisseur est suffisante (plug mark). Pourtant, le soufflage ne permet pas de lisser complètement les forts effets imposés lors du poinçonnage pour les plus hautes températures de feuille.



(a) (b)

figure III-37 : Comparaison des cinématiques de déformation – taux d'étirage longitudinaux et transverses en fin de poinçonnage (a) et sur le pot final (b) – pour deux températures de feuille, 133 et 160 °C, dans le cas du poinçon feutre (conditions « standards »).

III.5. Influence des paramètres cinématiques (poinçon feutre)

Nous testons l'influence des paramètres cinématiques du poinçon (vitesse et course) sur la mise en forme dans le cas du poinçon industriel.

III.5.1. Vitesse de descente du poinçon

Nous avons fait varier la vitesse de descente du poinçon sur toute la gamme accessible sur prototype, entre v_{min} = 0,2 m.s^{-1} et v_{max} = 0,5 m.s^{-1}. L'effet de la vitesse sur la répartition d'épaisseur finale et en fin de poinçonnage est présenté figure III-38 pour une température de feuille de 133 °C.

L'épaisseur sous le poinçon diminue lorsque la vitesse du poinçon augmente, et cet effet est toujours sensible en fin de soufflage. Cette différence d'épaisseur au fond du pot est bien entendu compensée sur les flancs. Cet effet apparaît modéré à 133 °C mais il est important de le souligner car le gain de matière observé peut être significatif en contexte industriel. Ceci est d'autant plus vrai que l'effet de la vitesse est sensible dans les zones de sous-épaisseurs du pot final (abscisses curvilignes entre 30 et 50 mm).

L'effet de la vitesse du poinçon est relevé à d'autres températures de feuille, et il pourrait être plus sensible lorsque la température de la feuille augmente. A 173 °C par exemple (figure III-39), l'effet de la vitesse du poinçon sur la déformation en fond de pot apparaît important, la matière étant plus déformée dans cette zone à haute vitesse de poinçon (a).

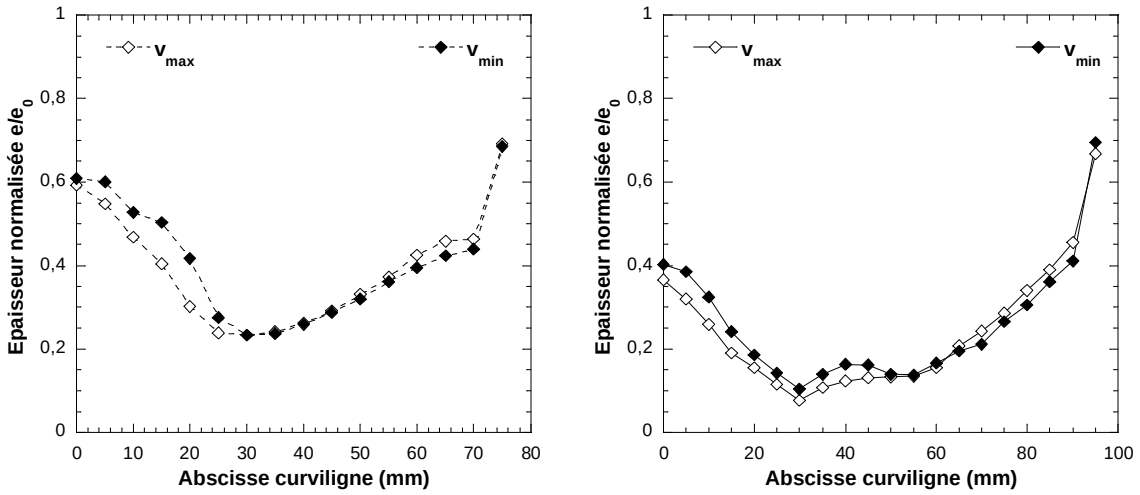
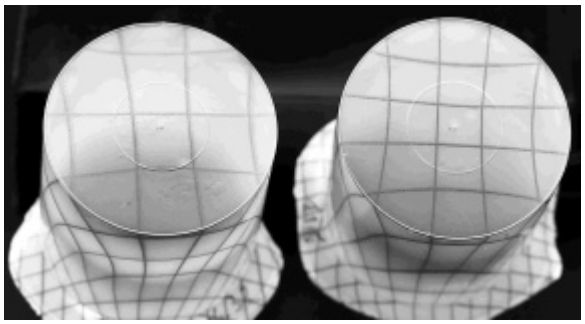


figure III-38 : Effet de la vitesse de poinçonnage sur les répartitions d'épaisseurs en fin de poinçonnage (a) et sur le pot final (b) pour une température de feuille de 133 °C (poinçon feutre, avec une course de 60 mm) : v_{min}=0,2 m/s et v_{max} = 0,5 m/s.



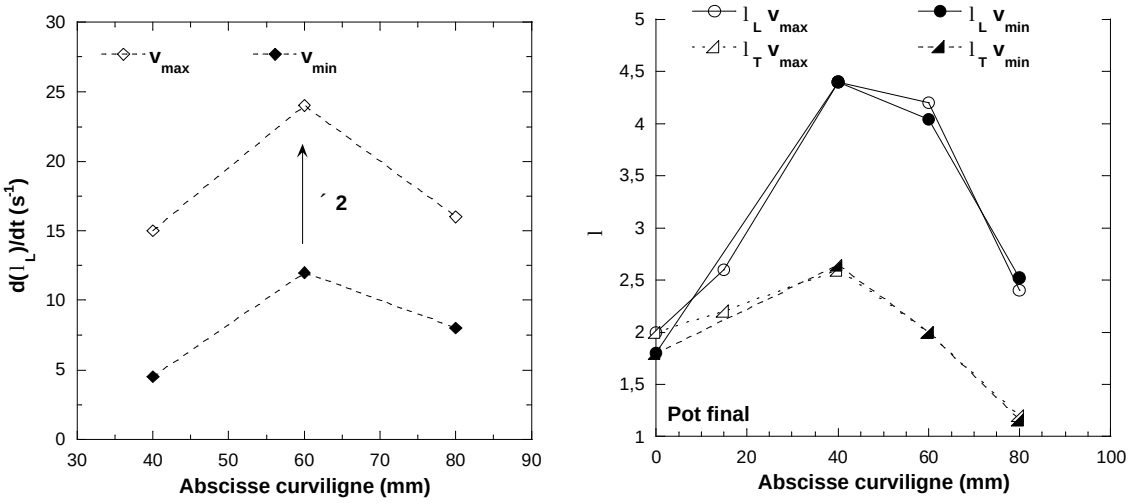
(a) (b)

figure III-39 : Influence de la vitesse de poinçonnage sur la déformation en fond de pot – (a) : v_{max}, (b) : v_{min} – pour une température de feuille de 173 °C (poinçon feutre, avec une course de 40 mm).

La vitesse de poinçonnage peut modifier plusieurs paramètres locaux du contact :
- la vitesse d'élongation durant le poinçonnage,
- la vitesse de glissement sous le poinçon, partiellement imposée par la vitesse de l'outil, et donc le frottement,
- le refroidissement de la feuille à l'interface via la durée du contact.

Nous n'avons pas accès aux vitesses d'élongation des zones en contact avec le poinçon car le fond du pot n'a pas été filmé. Par contre, l'exploitation des cinématiques donne accès aux vitesses d'élongation des flancs qui évoluent proportionnellement à la vitesse du poinçon. Les vitesses d'élongation sont ainsi de l'ordre de 20 s^{-1} pour 0,5 $m.s^{-1}$ contre 10 s^{-1} pour 0,2 $m.s^{-1}$ (figure III-40 (a)).

Les chemins de déformation de la matière sont par contre peu différents, et les taux d'étirages finaux du pot sont proches (figure III-40 (b)). La déformation en fond de pot est légèrement supérieure à haute vitesse, conformément aux épaisseurs mesurées.



(a) (b)

figure III-40 : Influence de la vitesse de poinçonnage (v_{min} = 0,2 m/s et v_{max} = 0,5 m/s) sur les vitesses de déformation du flanc pendant le poinçonnage (a) et sur les taux d'étirages finaux du pot (b) pour une température de feuille de 133 °C (poinçon feutre, avec une course de 60 mm).

On pourrait s'attendre à ce qu'il y ait plus de déformation sous le poinçon à basse vitesse. Un effet inverse est observé dont l'origine doit plutôt être recherchée au niveau des conditions de contact poinçon et en particulier aux effets de frottement.

Le frottement pourrait être modifié par le refroidissement plus important imposé à la feuille au niveau de l'interface à basse vitesse de poinçon (temps de contact augmenté). D'après nos observations précédentes, une diminution de la température d'interface pourrait avoir pour effet une augmentation de la déformation sous le poinçon durant le poinçonnage car le frottement devrait diminuer (figure III-34). Or nous observons l'effet inverse.

Il pourrait donc être relié à l'influence de la vitesse de glissement entre le poinçon et la feuille. L'influence de ce paramètre n'a pas été abordée en détail dans les travaux précédents s'intéressant à la caractérisation expérimentale du frottement en thermoformage. Ils semblent toutefois importants à caractériser, en parallèle avec les effets de la température, pour pouvoir analyser plus précisément l'influence de la vitesse du poinçon. Nous aborderons ce point au Chapitre V.

III.5.2. Hauteur de descente du poinçon

Nous avons fait varier la course du poinçon entre 0 mm (soufflage libre) et la hauteur nominale (60 mm) par palier de 20 mm (soit respectivement 0, 31, 62 et 92 % de la hauteur du moule).

La mesure des répartitions d'épaisseur de pots interrompus après poinçonnage pour différentes courses de poinçon est présentée figure III-41. La déformation sous le poinçon apparaît du même ordre de grandeur que sur les flancs au début du poinçonnage (du moins jusqu'à une course de 20 mm). Cela est sans doute à corréler avec l'évolution de la surface de contact, qui est croissante au cours du poinçonnage. Lorsque celle-ci devient importante (gainage du poinçon), la déformation reste possible sous le poinçon mais se localise préférentiellement sur les flancs. Elle est en particulier maximale juste au-dessus du poinçon.

La course du poinçon contrôle l'importance relative du poinçonnage et du soufflage sur la déformation finale de la feuille. Ceci s'explique en considérant la distance parcourue par la

matière sous le poinçon. En augmentant la distance poinçon-moule, on augmente la déformation de cette zone liée au soufflage (figure III-41).

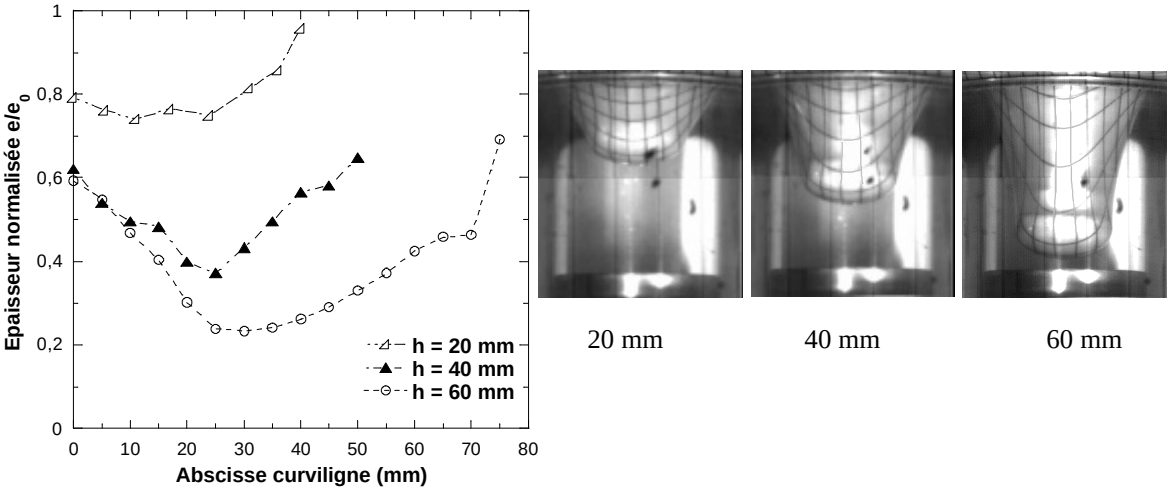
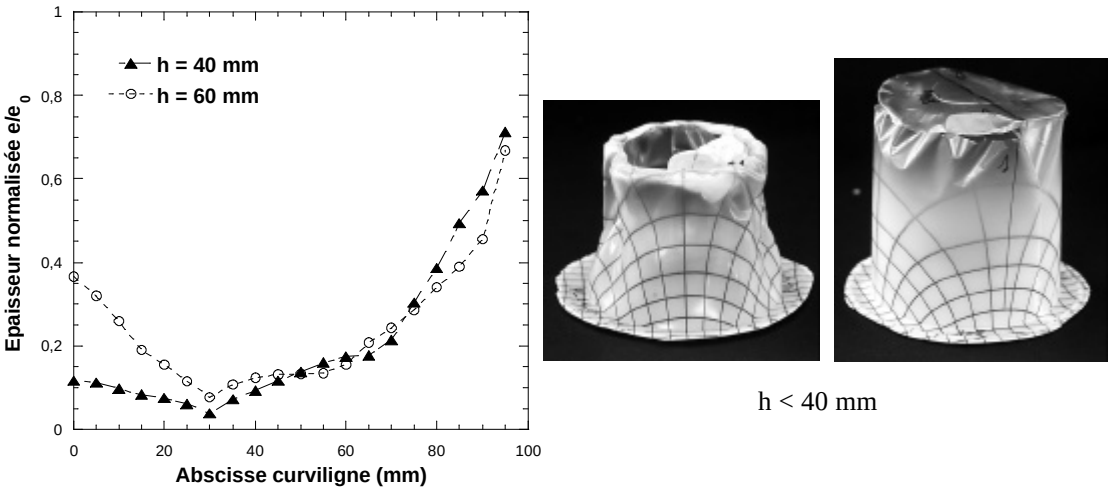


figure III-41 : Influence de la hauteur de poinçonnage sur les répartitions d'épaisseur (relatives) des pots interrompus après poinçonnage pour une température de feuille de 133 °C (poinçon feutre à vitesse maximale).

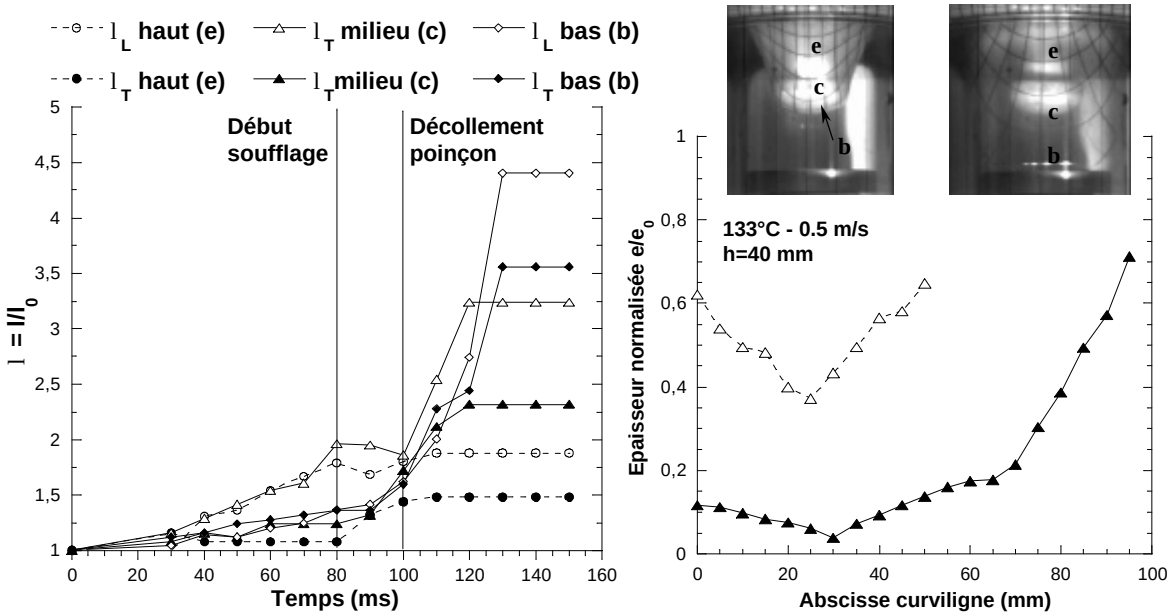
Celui-ci contribue à « gommer » en partie l'effet du poinçonnage, en déformant les zones épaisses entraînées par le poinçon (restées suffisamment chaudes pour se déformer dans le cas d'un poinçon en feutre) pour former le fond du pot. L'impact du poinçon est donc directement lié à sa course. Pour des poinçonnages moins profonds, le fond du pot est beaucoup plus déformé et l'apport de matière au fond du pot est donc diminué (figure III-42 (a)).
Une course minimale de 40 mm (62 % de la hauteur du moule) apparaît nécessaire pour former un pot avec suffisamment de matière au fond. En deçà, les pots éclatent en fin de soufflage ou sont extrêmement fins en fond de pot (figure III-42 (b)).



(a) (b)

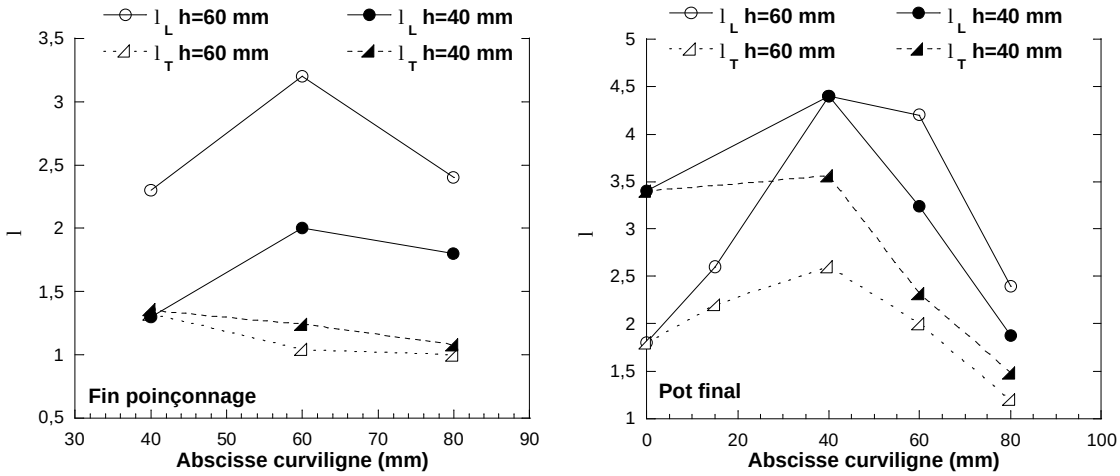
figure III-42 : Influence de la hauteur de poinçonnage sur les répartitions finales d'épaisseur (épaisseurs relatives) des pots formés pour une température de feuille de 133 °C (poinçon feutre à vitesse maximale) (a) ; Photos de pots obtenus pour des courses inférieures à 40 mm (b).

La déformation du fond du pot est d'autant plus bi-axiale que la part du soufflage est importante, comme le montre l'analyse des cinématiques (figure III-43, dans le cas d'une course de 40 mm). La comparaison des taux d'étirages longitudinaux et transverses relevés en fin de poinçonnage et sur le pot final, pour des courses de 40 et 60 mm, est présentée figure III-44.



(a) (b)

figure III-43 : Taux d'étirage longitudinaux et transverses du bas (b), du milieu (c) et haut (e) du flanc d'une feuille de température initiale 133 °C pour une course de 40 mm du poinçon feutre à vitesse maximale (a) et répartitions d'épaisseurs en fin de poinçonnage et en fin de soufflage (b).



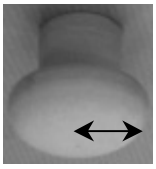
(a) (b)

figure III-44 : Influence de la course de poinçonnage sur les taux d'étirages en fin de poinçonnage (a) et sur le pot final (b) pour une température de feuille de 133 °C (poinçon feutre à 0,5 m/s).

Les temps caractéristiques de fin de poinçonnage et de décollement du poinçon sont logiquement réduits mais on retrouve un même scénario des modes de sollicitation de la matière en haut et milieu de flanc (figure III-43 (a)). Par contre, la matière qui va former le bas du flanc (b) n'est que peu déformée durant le poinçonnage (zone en contact avec le poinçon) mais se

déforme énormément durant le soufflage. Cette déformation est bi-axiale (λ_L/λ_T ~1.2) et cette zone est finalement la plus déformée du pot.

On retrouve que la déformation des flancs à l'issue du poinçonnage dépend fortement de la course du poinçon (figure III-43 (b)) comme l'a montrée l'analyse des répartitions d'épaisseurs. Le pot final est plus bi-axial pour des courses de poinçon plus faibles, en particulier sur les flancs : λ_L/λ_T varie entre 1.2 et 1.4 pour une course de 40 mm et entre 1.7 et 2.1 pour une course de 60 mm. La déformation de la feuille sous le poinçon dépend de la course de ce dernier dans ce cas (température de feuille de 133 °C) mais ceci n'est plus vrai pour les hautes températures de feuille pour lesquelles un frottement important est probable (par exemple 173 °C, figure III-45).



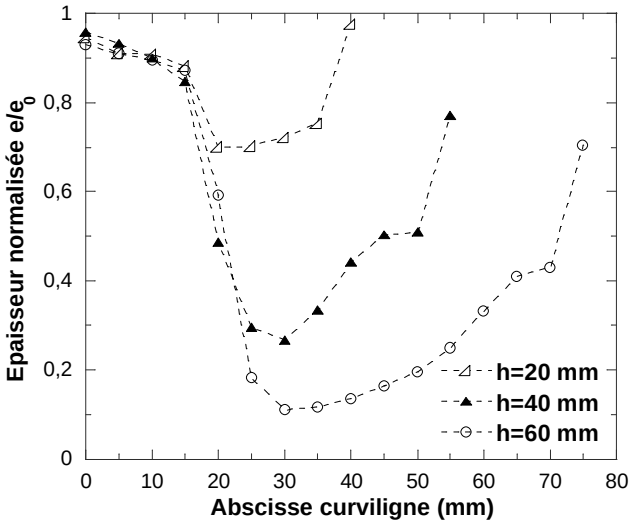
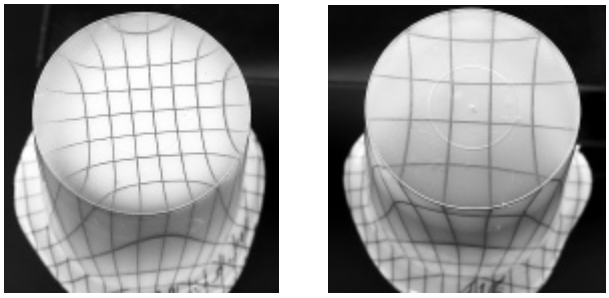


figure III-45 : Influence de la hauteur de poinçonnage sur les répartitions d'épaisseur (relatives) des pots interrompus après poinçonnage pour une température de feuille de 173 °C (poinçon feutre à vitesse maximale).

Il apparaît en effet que l'épaisseur sous le poinçon devient alors indépendante de sa course et donc du temps de contact feuille/poinçon en une certaine mesure (entre 50 et 140 ms). On peut remarquer que la largeur de galette non déformée correspond au rayon du poinçon, ce qui souligne l'importance du frottement d'une part mais aussi de la géométrie de l'outil d'autre part (via la surface de contact). Dans ces conditions où un fort frottement existe à l'interface poinçon/matière, une course de poinçon plus faible peut être avantageuse pour homogénéiser les épaisseurs finales du pot (figure III-46).



(a) (b)

figure III-46 : Influence de la hauteur de poinçonnage (60 mm (a) et 40 mm (b)) sur la déformation du fond du pot pour une température de feuille de 173°C (poinçon feutre à vitesse maximale).

III.6. Conclusions

Il apparaît que, dans le cas du poinçonnage assisté par poinçon, l'étape de poinçonnage est cruciale sur les répartitions finales d'épaisseurs puisqu'elle règle l'apport de matière en fond de pot. La course du poinçon doit être suffisante ($h \geq 62\%$ dans notre cas) pour qu'il soit efficace.

Cet apport est la manifestation de deux paramètres couplés qui sont les échanges thermiques avec l'outil, qui modifient localement la rhéologie de la feuille, et le frottement.
L'importance relative de ces deux phénomènes est réglée par la température d'interface (θ_i) qui est le paramètre clef du contact poinçon/feuille puisqu'il conditionne à la fois la rhéologie locale et le frottement qui semble être thermodépendant.

La température d'interface peut être calculée simplement sous hypothèse de contact parfait (équation III.2), hypothèse dont la validité sera discutée au Chapitre V. Quoi qu'il en soit, elle dépend des températures de la feuille et de l'outil mais aussi des propriétés thermiques de celui-ci. En effet, un poinçon à forte effusivité thermique (comparé au PS) comme l'aluminium impose sa température à l'interface. Par contre, un poinçon à faible effusivité thermique comme le feutre refroidit la feuille de manière beaucoup moins sévère et la température d'interface dépend à la fois de la température de la feuille et de celle du poinçon.

- Pour $\theta_i < T_\alpha$ (cas d'un poinçon aluminium froid), l'apport de matière sous le poinçon est contrôlé par la thermique du contact, le frottement poinçon/matière ou son effet étant modéré (de l'ordre de 0,2-0,3 d'après [7]). Les hétérogénéités d'épaisseurs induites au cours du poinçonnage sont accrues lors du soufflage si le refroidissement de la feuille en contact avec le poinçon est trop sévère pendant le poinçonnage.
- Pour $\theta_i > T_\alpha$ (cas du feutre et d'un poinçon aluminium chaud), les effets du frottement prédominent et sont croissants avec la température d'interface. Ils sont également sensibles, en moindre mesure, à la vitesse du poinçon. Une homogénéisation des épaisseurs est toujours possible lors du soufflage, la feuille ayant été en contact avec le poinçon restant suffisamment chaude pour se déformer.

Dans le cas d'un poinçon feutre, la course du poinçon peut être ajustée pour régler la déformation du fond du pot lors du soufflage. Des sur-épaisseurs importantes sous le poinçon durant le poinçonnage peuvent ainsi être homogénéisées en augmentant la part du soufflage (course plus faible).

L'observation des cinématiques de déformation indique que la déformation de la feuille est complexe et inhomogène, avec des taux et vitesses d'élongation variant sur sa surface. Les chemins de déformation varient selon l'élément de matière considéré, ainsi que les modes de sollicitations.
Un scénario global peut toutefois être proposé :
- Lors du poinçonnage, la déformation est **bi-axiale** sous le poinçon. Son amplitude varie selon les conditions de contact. La déformation des flancs, conditionnée par cette contrainte, est **uni-axiale planaire**.
- Le soufflage se décompose en deux phases, séparées par le décollement de la feuille du poinçon : la déformation débute par un étirage **uni-axial orthoradial** des flancs, la matière située sous le poinçon n'étant pas déformée. La mise en contact rapide du haut du flanc avec le moule conduit à une propagation de la bulle et au décollement de la feuille. La déformation devient alors **bi-axiale** et concerne principalement le fond du pot et le bas du flanc.

Ces observations nous permettent de définir les gammes de déformation, de vitesse et de mode de sollicitation du procédé. L'analyse rhéologique du comportement du polymère qui va suivre (Chapitre IV) devra être conduite en respectant au mieux ces gammes, pour pouvoir être extrapolée au procédé de thermoformage assisté par poinçon.

Ces observations laissent aussi entrevoir l'importance de paramètres non envisagés ici tels la forme du poinçon et du moule.

Références bibliographiques du chapitre III

[1] HARRON, G. W., HARKIN-JONES, E.M.A. and MARTIN, P.J., *An experimental investigation of the plug assist thermoforming proccess*, In : SPE, ANTEC'2001 Conf. Proc., Dallas, USA (2001), p. 825-829.

[2] WANG, C.H. and NIED H. F., Temperature optimization for improved thickness control in thermoforming, *J. Mater. Proc & Man. Sci*., 1999, 8, p. 113-126.

[3] MARCHAL, T. M., CLEMEUR, N. P. and AGARWAL, A. K., *Optimization of the thermoforming process : a few industrial examples*, In : SPE, ANTEC'98 Conf. Proc., Atlanta, USA (1998), p. 701-705.

[4] WANG, C.H. and NIED H. F., *Solution of inverse thermoforming problems using finite element simulation*, In : SPE, ANTEC'2000 Conf. Proc., Orlando, USA (2000), p. 768-772.

[5] AROUJALIAN, A., NGADI, M. O. and EDMOND J.P., *Wall thickness distribution in plug-assist vacuum formed strawberry containers*, Pol. Eng. Sci., 1997, 37(1), p. 178-182.

[6] COLLINS, P., LAPPIN, J. F., HARKIN-JONES, E.M.A. and MARTIN, P.J., *Effects of material properties and contact conditions in modelling of plug assisted thermoforming*, Plastics, Rubber and Composites, 2000, 29(7), p. 349-359.

[7] COLLINS, P., HARKIN-JONES E M. A.and MARTIN,P.J., *The role of tool/sheet contact in plug-assisted thermoforming*, Int. Pol. Proc. XVII , 2002, p. 361-369.

[8] NOVOTNY, P., SAHA, P. and KOUBA, K. A., *Optimization of thermoforming*, In : SPE, ANTEC'99 Conf. Proc., New York, USA (1999), p. 841-843.

[9] NAM G. J., RHEE H. W. and LEE J.W., *Finite element analysis of the effect of processing conditions on thermoforming*, In : SPE, ANTEC'98 Conf. Proc., Atlanta, USA (1998), p. 690-694.

[10] LAROCHE, D., COLLINS P. and MARTIN P., *Modelling of the effect of slip in plug-assisted thermoforming*, In : SPE, ANTEC'2001 Conf. Proc., Dallas, USA (2001), p. 810-814.

[11] MONTMITONNET, P., *Lois de frottement et mesure du frottement*, cours DEA « Science et génie des matériaux » de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2001.

[12] BILLON, N, *Inverse analysis of dart test, a tool for more efficient modelling of thermoforming.* In: PPS'17 Conf. Proc., Montréal, Canada (2001).

[13] BILLON, N., *Comportement des polymères à grande vitesse - Application au choc*. In : La mise en forme des matériaux, 20 ans de recherche au CEMEF, p.89-98.

[14] HEGEMANN, B. and EYERER P., *Various plug assist materials and their effects on the thermoforming characteristics of polymeric sheet*, In : SPE, ANTEC'2002 Conf. Proc., San Francisco, USA (2002).

[15] HEGEMANN, B., KEUERLEBER, M. and EYERER P., *Uni and bi-axial deformation behaviour of HD-PE dependent on temperature and strain rate at thermoforming conditions*, In: PPS'19 Conf. Proc., Melbourne, Australie (2003).

[16] MAURER G., VON BERNSTORFF, B., RICHTER R. and BREUER, H., *Charakterisieren von polymerwerkstoffen im instrumentierten durchstobversuch*, Kunststoffe, 1989, 79,(12), p.1317-1322

[17] BELLET, M., VANTAL, M.H. and MONASSE, B., *Thermal effects in the numerical simulation of the thermoforming of multilayered polymer sheets*, Int. Polym. Proc. XIII, 1998, 3, p. 299-308.

[18] LAPPIN, J. F., *Modelling of the plug assisted pressure thermoforming process*, Ph.D Thesis, Belfast, School of Mechanical and Process Engineering, Queen's University, 1998.

[19] LAPPIN, J. F, HARKIN-JONES, E.M.A. and MARTIN, P.J., *Finite modelling of the plug-assisted thermoforming process*, In : SPE, ANTEC'99 Conf. Proc., New York, USA (1999), p. 826-830.

[20] COLLINS, P., MARTIN,P.J., HARKIN-JONES E M. A and LAROCHE D., *Experimental investigation of slip in plug-assisted thermoforming*, In : SPE, ANTEC'2001 Conf. Proc., Dallas, USA (2001), p. 810-814.

[21] HEGEMANN, B., EYERER, P., TESSIER, N., KOUBA K. and BUSH T., *Polymer-polymeric friction at temperatures and rates simulating the thermoforming process*, In : SPE, ANTEC'2003 Conf. Proc., Nashville, USA (2003), p. 791-795.

[22] ANDRO, R., *Thermoformage des polymères : approches numérique et expérimentale*, Mastère Matériaux et Mise en Forme, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1991.

[23] HARZOUNE, H., *Etude expérimentale de la cinématique de thermoformage assisté par un poinçon feutre*, Rapport de stage DESS Ingénierie des Matériaux, Université de Poitiers, 2004.

[24] GORLIER, E., *Caractérisation rhéologique et structurale d'un PET – Application au procédé de bi – étirage soufflage de bouteilles.* Thèse Doct. Sciences et Génie des Matériaux, Sophia – Antipolis : Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2001.

[25] SAINT-MARTIN, T., *Comportement élongationnel de polymères à l'état caoutchoutique. Etude réalisée en vue de la simulation numérique du procédé de thermoformage*. Thèse Doct., Strasbourg, Sciences Physiques, Université Louis Pasteur, 1995.

[26] ERNER A., HENRY J.F. and BILLON N., *Mechanical dissipation during plug assisted thermoforming of polystyrene as mesured by infrared thermography* In: ESAFORM'2004 Conf. Proc., Trondheim, Norway (2004).

[27] MALDAGUE X., *Infrared methodology and technology,* Gordon and Breach Science Publishers, Amsterdam (1994).X. Maldague, *Infrared and thermal testing,* Nondestructive testing handbook 3th ed., ASNDT (2001).

[28] MALDAGUE X., *Infrared and thermal testing,* Nondestructive testing handbook 3th ed., ASNDT (2001).

[29] ERNER A. and BILLON N., *Thermal and friction effects during plug assisted thermoforming, Experimental approach,* In: ESAFORM'2004 Conf. Proc., Trondheim, Norway (2004).

[30] ERNER A. and BILLON N., Thermal and friction effects during plug assisted thermoforming, Experimental approach, *Int. J. Forming. Processes,* 2005, (à paraître).

CHAPITRE IV : Comportement mécanique du polystyrène dans la gamme de thermoformage

Chapitre IV

Comportement mécanique du polystyrène dans la gamme de thermoformage

Ce chapitre est dédié à l'étude du comportement mécanique du polystyrène en grandes déformations. Notre étude expérimentale est conduite au plus près des températures et vitesses observées dans le procédé lors de l'étude sur prototype instrumenté (Chapitre III). Elle s'appuie sur deux types d'essais mécaniques permettant de représenter tout ou partie des modes de déformation rencontrés au cours de la mise en forme d'un pot :

- la traction uni-axiale permet, par la simplicité du mode de chargement et les possibilités ouvertes par les techniques de mesure de champs de déformation, de fournir une large description expérimentale du comportement intrinsèque. Ces données, représentatives de la phase d'étirage des flancs, seront la base de notre discussion sur une loi de comportement.
- les essais de poinçonnement hautes vitesses sont plus représentatifs des sollicitations complexes, hétérogènes et rapides rencontrées sous et autour du poinçon et pendant la phase de soufflage. Ils sont par contre plus difficiles d'exploitation en l'absence de lois pertinentes et de codes d'analyse inverse adaptés. Ils permettent toutefois une optimisation de la rhéologie identifiée en traction (Chapitre VI) et une validation qualitative de nos conclusions.

Nos essais soulignent les fortes évolutions de comportement du matériau aux alentours de sa transition α. Indépendamment du mode de sollicitation, trois types de comportement peuvent être adoptés par le polystyrène en fonction du couple (température, vitesse de déformation) : « vitreux » à haute vitesse et/ou basse température, « caoutchoutique » pour des températures et des vitesses intermédiaires et « fluide » à basse vitesse et/ou haute température.

Température et vitesse apparaissent fortement couplées. Leurs effets peuvent être regroupés en un terme unique par extrapolation du principe d'équivalence temps-température, mis en évidence à basses déformations, vers les grandes déformations. Nous montrons qu'une corrélation (quantitative en traction, qualitative en impact) existe entre le type de comportement observé et l'écart à la transition α, recalculé en fonction de la vitesse de sollicitation de l'essai. De même, le facteur de décalage a_{T/T_0}, identifié à basse déformation sous sollicitation oscillatoire, peut être utilisé pour caractériser le comportement en traction et à haute déformation avec un paramètre unique, $a_{T/T_0} \times \dot{e}$ où $\dot{e}$ est la vitesse de déformation instantanée du matériau.

Le comportement du polymère dans sa gamme de formage est clairement majoritairement réversible et relèverait donc plutôt d'une modélisation hyperélastique. Les approches existantes devraient malgré tout être revues pour tenir compte de la dépendance en vitesse et/ou température.

Dans le cadre de ce travail, nous nous restreignons à une modélisation phénoménologique basée sur un formalisme viscoplastique introduisant une équivalence temps/température. Bien que non satisfaisante du point de physique et encore insuffisante pour reproduire totalement le comportement, cette approche sera implémentée dans un code de calcul au Chapitre VI. Les

tests numériques démontreront que la prise en compte de la double dépendance en vitesse et température améliore nettement les résultats de calcul. Cette approche représente donc une solution industrielle à court terme directement utilisable dans les codes de calcul.

Sommaire

IV.1. Caractérisation expérimentale 98
IV.1.1. Traction uni-axiale 98
a) Protocole expérimental 98
b) Moyens d'essais et techniques d'analyse 102
c) Résultats 106
IV.1.2. Poinçonnement à hautes vitesses 114
a) Protocole expérimental 114
b) Résultats 115
IV.1.3. Conclusions 117

IV.2. Discussion : interprétation en terme d'écart à la transition a **..... 118**

IV.3. Modélisation du comportement dans la gamme du thermoformage 123
IV.3.1. Approches existantes ; bibliographie 123
a) Modèles hyper-élastiques 123
b) Modèles viscoélastiques. 125
c) Modèles viscoplastiques 126
d) Conclusions 128
IV.3.2. Approche phénoménologique viscoplastique proposée 128
a) Loi de G'Sell-Jonas 129
b) Application du principe d'équivalence temps-température 131
IV.3.3. Conclusions 135

IV.1. Caractérisation expérimentale

Nous nous plaçons dans des conditions de sollicitation a priori moins complexes que celles rencontrées dans le procédé mais restant le plus représentatives possible en particulier en ce qui concerne les températures, déformations et vitesses de sollicitation.

Le polymère est initialement porté à une température qui le place au dessus de sa température de transition vitreuse mais, compte tenu des refroidissements observés sur le prototype, notre étude est aussi menée en deçà de la transition vitreuse.
L'étude des propriétés viscoélastiques conduite au Chapitre II indique que le matériau est sensible aux effets de vitesse. Nous explorons donc une large gamme de vitesse de déformation. De fait, notre étude est destinée à encadrer la transition α.

L'étude sur prototype menée au Chapitre III souligne la complexité des chemins de déformation suivis par la matière. Deux principaux modes de sollicitation ont été identifiés, que nous avons cherché à représenter dans nos essais rhéologiques :
- des déformations uni-axiales, qui prennent place au cours de l'étape de poinçonnage (étirage longitudinal) ainsi que durant la première phase du soufflage (étirage orthoradial), reproduites par des essais de traction sur éprouvettes sablier plat,
- des déformations bi-axiales sous le poinçon et dans l'étape de soufflage, reproduites par des essais de poinçonnement à hautes vitesses.

Nous utiliserons donc deux techniques expérimentales :
- Des essais de traction uni-axiale équipés de techniques de mesures de champs de déformation qui permettent l'analyse sans ambiguïté des évolutions du comportement intrinsèque du matériau. Un effort particulier est fait pour valider toutes les hypothèses de dépouillement de façon à pouvoir proposer une base expérimentale la plus propre possible pour le développement de modèles rhéologiques.
- Des essais de poinçonnement à haute vitesse (ou impact multi-axial), plus représentatifs des sollicitations complexes observées dans le procédé mais qui ne fournissent directement que des courbes force-déplacement. Une modélisation est alors nécessaire pour aller au-delà d'une description purement qualitative de ces essais.

IV.1.1. Traction uni-axiale

a) Protocole expérimental

La définition du protocole de mesure est guidée par trois soucis majeurs :
- limiter le nombre d'hypothèses de dépouillement en enrichissant les mesures,
- éliminer les artefacts de mesure,
- caractériser le matériau au plus près des sollicitations en thermoformage.

▪ ***Gamme expérimentale***

Les essais « à froid » (i.e., en dessous de la transition vitreuse) ne représentent pas de difficultés particulières. Concernant ces essais, nous bornerons notre gamme aux conditions pour lesquelles le polystyrène commence à présenter un comportement fragile qui est clairement inexistant dans les conditions normales de thermoformage. Nos essais seront donc réalisés à partir de 90 °C.

Les essais de traction à haute température sont plus délicats, notamment en raison du fluage des éprouvettes au cours de la phase de préchauffage. Nous ne disposons en effet que d'un système de chauffage par convection et les temps de mise en température sont donc assez longs. Nous nous limitons donc à une température maximale de 130 °C.

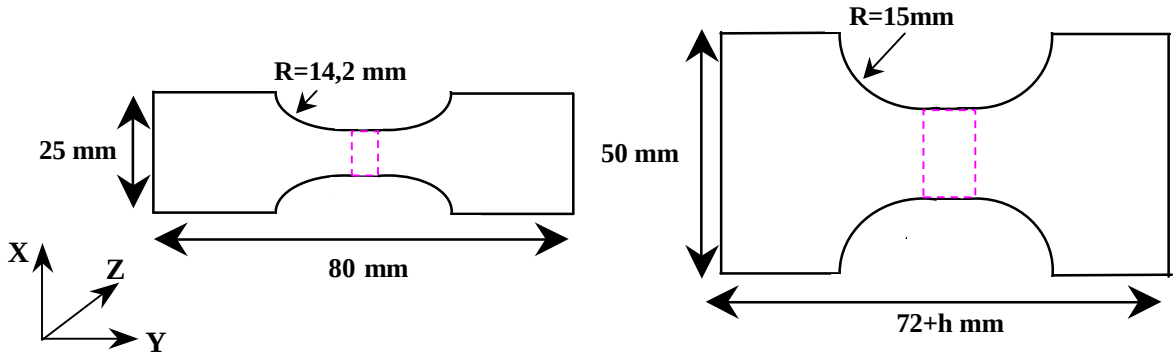
Trois dispositifs expérimentaux sont utilisés pour couvrir la gamme de vitesse. Ils seront présentés successivement :

- à basse vitesse (de 5 10^{-4} à 10^{-2} s^{-1}) les essais sont réalisés à vitesse de déformation constante grâce au système Vidéotraction®,
- à moyenne vitesse (de 7 10^{-2} à 2 s^{-1}), les essais sont effectués à vitesse de traverse constante (entre 5 et 150 $mm.s^{-1}$),
- à haute vitesse (de 7 à 30 s^{-1}), les essais sont effectués à vitesse de traverse constante à l'aide d'un vérin grande vitesse (entre 200 et 1000 mm. s^{-1}).

Dans tous les cas, les déformations de l'éprouvette sont suivies par des moyens vidéo.

- ***Géométrie des éprouvettes***

Les éprouvettes sont de type sablier plat (figure IV-1). Leurs dimensions sont adaptées à la sensibilité des capteurs de force utilisés. Deux types sont ainsi définis (figure IV-1), les éprouvettes de type 2 étant utilisées au dessus de 115 °C et à basse vitesse.
Toutes les éprouvettes présentent une zone utile centrale rectiligne, guidant une éventuelle localisation des déformations tout en limitant les effets tri-axiaux initiaux. La hauteur de cette zone peut être ajustée pour modifier plus facilement les vitesses de déformation initiales.



(Type 1) : Zone utile : $5 \times 10 \times e_0$ mm^3

(Type 2 -a) : Zone utile : $2 \times 30 \times e_0$ mm^3
(Type 2 -b) : Zone utile : $14 \times 30 \times e_0$ mm^3
(Type 2 -c) : Zone utile : $30 \times 30 \times e_0$ mm^3

figure IV-1 : Géométrie des éprouvettes sabliers plats utilisées en traction uni-axiale : dimension de la zone utile : hauteur (h) ´ largeur ´ épaisseur et définition des axes.

Les éprouvettes sont usinées dans les plaques initiales, de manière à ce que l'axe de sollicitation Y (défini figure IV-1) soit perpendiculaire au sens d'extrusion (sens ⊥). Quelques éprouvettes ont également été réalisées de manière à solliciter la feuille parallèlement au sens d'extrusion (sens //) afin de juger de l'effet de son orientation sur le comportement intrinsèque.

- ***Chauffage***

Un bon contrôle des températures est indispensable compte-tenu de la forte thermodépendance du comportement du polystyrène observée en D.M.T.A. au voisinage de sa transition α. La

bonne régulation en température de l'étuve a été contrôlée par une mesure systématique de la température de l'air à proximité de l'éprouvette par un thermocouple de type T (gamme -270 à 400 °C) qui est comparée à la mesure du régulateur. Cela a permis de vérifier que le gradient thermique dans l'étuve est inférieur à 1 °C.

Notre protocole de chauffage des éprouvettes a été mis en place et validé par des mesures de température de surface de l'éprouvette. En effet, l'implantation d'un thermocouple est impossible à cause de la faible épaisseur des plaques. L'utilisation d'un assemblage de plaques aurait, quant à lui, introduit des incertitudes. La figure IV-2 présente donc l'évolution de la température de surface d'une éprouvette en fonction du temps pour une température de consigne de 100 °C (la mesure débute hors de l'enceinte thermostatée, juste avant le positionnement de l'éprouvette). La surface de l'éprouvette voit donc sa température se stabiliser en 5 min.

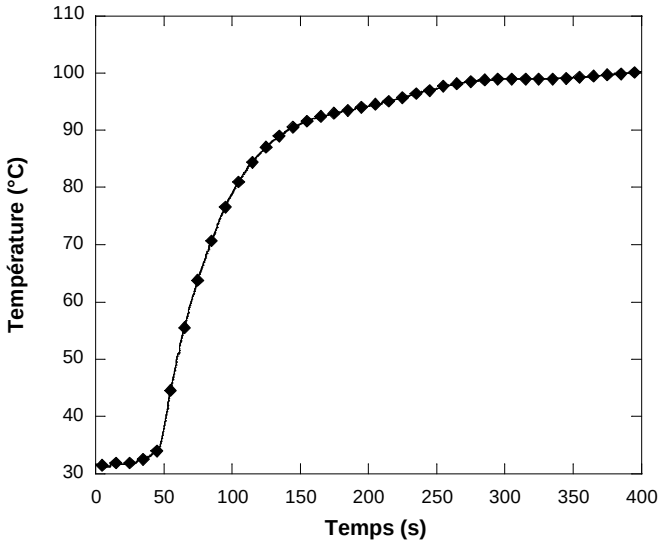


figure IV-2 : Evolution de la température de surface de l'éprouvette (mesurée par une sonde platine) lors du chauffage pour une étuve régulée à 100 °C.

Pour juger de la température de cœur, un calcul de profondeur de pénétration peut être fait. En considérant le cas idéal d'un massif semi-infini dont la surface est brusquement portée à une température donnée, on montre que le temps pour lequel l'essentiel de la variation de température est ressenti à la profondeur y, est donné par l'équation IV.1 :

$$t = \frac{y^2}{a} = y^2 \times \frac{r \times C}{k} \qquad \text{(IV.1)}$$

avec a, la diffusivité du matériau ($m^2.s^{-1}$), k sa conductivité ($W.K^{-1}.m^{-1}$), r sa masse volumique ($kg.m^{-3}$) et C sa capacité calorifique ($J.K^{-1}.kg^{-1}$).

Dans le cas du polystyrène (voir données thermiques regroupées dans l'Annexe II) il suffirait d'environ 5 s pour que le cœur de la feuille soit en température, une fois le régime stationnaire atteint en surface.

Nous pouvons donc raisonnablement admettre que nos éprouvettes devraient avoir atteint la température de consigne en 5 min. Nous fixons arbitrairement un temps de chauffage plus long, de 15 minutes, pour autoriser les relaxations d'orientation induites par la mise en forme.

- ***Evolution dimensionnelle due à la température***

La prise en compte des variations dimensionnelles de l'éprouvette du fait du chauffage au-dessus de sa transition vitreuse (relaxation d'orientation liée à la mise en œuvre) est indispensable à un calcul précis de la contrainte même si l'étude des relaxations dimensionnelles présentée au Chapitre II indique qu'elles n'excèdent pas 10 %. En fait, elles concernent principalement la direction longitudinale (parallèle au sens d'extrusion) et l'épaisseur dans les mêmes proportions, les retraits transverses restent très faibles. Les temps de chauffage de 15 minutes permettent la relaxation de la majorité des orientations. La section initiale effective de notre éprouvette en fonction de la section à 20 °C, S_0, peut donc être calculée (équation IV.2).

$$\begin{aligned} S_{\text{sens}\perp} &= L_{//} \times e = S_0 \\ S_{\text{sens}//} &= L_{\perp} \times e > S_0 \end{aligned} \qquad \text{(IV.2)}$$

Une telle correction n'est pas totalement anecdotique dans le cas d'une éprouvette usinée parallèlement (sens //) au sens d'extrusion (figure IV-3).

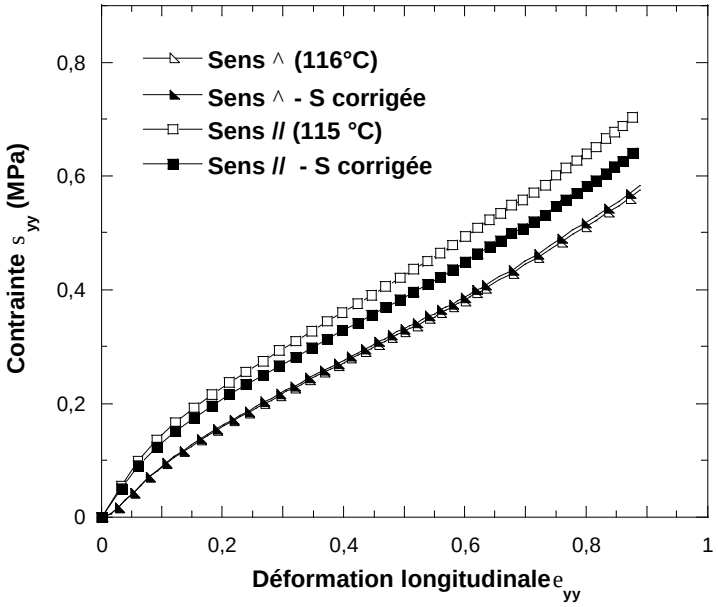


figure IV-3 : Courbes intrinsèques obtenues à 115 °C pour une vitesse de traverse de 5 mm.s^{-1} (éprouvette de type 2–c) : Prise en compte des variations dimensionnelles de l'éprouvette lors de son chauffage pour le calcul de la contrainte dans le cas où la plaque est sollicitée perpendiculairement (^) ou parallèlement (//) au sens d'extrusion.

Par contre, les relaxations n'induisant d'évolution que pour deux des trois directions, la correction est inutile pour une éprouvette usinée perpendiculairement au sens d'extrusion (sens ⊥). Il apparaît donc plus judicieux de solliciter le matériau perpendiculairement au sens d'extrusion pour minimiser les erreurs intervenant dans le calcul de la contrainte. C'est pourquoi nous l'avons privilégié.

Quelques essais menés dans les deux sens de prélèvement montrent qu'au prix de cette correction pour les éprouvettes longitudinales le comportement du polystyrène, relaxé suivant notre protocole, est effectivement isotrope (à la précision de mesure près).

b) Moyens d'essais et techniques d'analyse

Différents modes de déformation peuvent se développer au sein d'un polymère sous sollicitation mécanique et la localisation de ces déformations (craquelures, bandes de cisaillement) se traduit éventuellement par une non-homogénéité macroscopique de la déformation. La recherche d'une loi de comportement intrinsèque caractérisant le comportement doit donc faire appel à une évaluation des champs de déformation locaux.

Concernant la traction uni-axiale, la photo-mécanique permet d'obtenir des mesures de déformations sans contact, souvent plus riches qu'un extensomètre classique. Ces techniques utilisent généralement un marquage de l'éprouvette, avec suivi de la déformation de ce marquage à partir des images obtenues par le système d'acquisition vidéo.

Selon le marquage utilisé, on a ainsi accès aux déformations longitudinales (marquage à 2 taches, équivalent à un extensomètre) mais aussi transverses (marquages à 4 ou 7 taches). On doit toutefois faire une hypothèse d'homogénéité de la déformation entre les taches, aussi le marquage est-il réalisé dans une zone dite utile très petite, censée concentrer la majorité des déformations de par la géométrie de l'éprouvette. La troisième composante de la déformation est alors déduite moyennant une hypothèse d'incompressibilité ou plus fréquemment d'isotropie transverse.

La corrélation d'images sur mouchetis aléatoire permet d'enrichir le dépouillement des essais de traction par une connaissance des champs de déformation. Nous utiliserons toujours la méthode d'analyse la plus riche accessible à nos trois dispositifs.

- ***Basses vitesses***

Ces essais sont conduits sur une machine hydraulique Instron modèle 1341 munie d'un capteur de 500 N et équipée du système Vidéotraction®. Nous utilisons sa configuration 4 taches (figure IV-4) et les éprouvettes de type 2-b (figure IV-1).

Les déformations longitudinale e_{YY} et transverse e_{XX} sont déduites du déplacement relatif des taches, respectivement verticales et horizontales, la déformation dans l'épaisseur étant déduite de l'hypothèse d'incompressibilité. La vitesse du vérin est ajustée, à chaque incrément de temps, de manière à assurer une vitesse de déformation longitudinale constante.

Le tableau IV-1 regroupe l'ensemble des conditions d'essais envisagées.

	90 °C	100 °C	115 °C	130 °C
10^{-2} s^{-1}		×	×	×
10^{-3} s^{-1}	×	×	×	×
5×10^{-4} s^{-1}	×	×	×	

tableau IV-1 : Essais de traction uni-axiale réalisés à basse vitesse de sollicitation.

Ces essais apparaissent bien instrumentés. Ils présentent effectivement l'avantage du contrôle de la vitesse de déformation et peuvent raisonnablement être supposés isothermes, ce qui ne serait plus forcément le cas au-delà de 10^{-2} s^{-1} [1, 2, 3]. Toutefois, la gamme de vitesse explorée n'est pas représentative du procédé. En outre, nous faisons ici l'hypothèse que la déformation reste homogène entre les taches durant tout l'essai et que le matériau est incompressible, hypothèses qu'il convient de valider.

C'est pourquoi nous utilisons deux autres dispositifs qui permettent une mesure de champs de déformation et des essais à plus grandes vitesses, au prix du pilotage en vitesse de déformation.

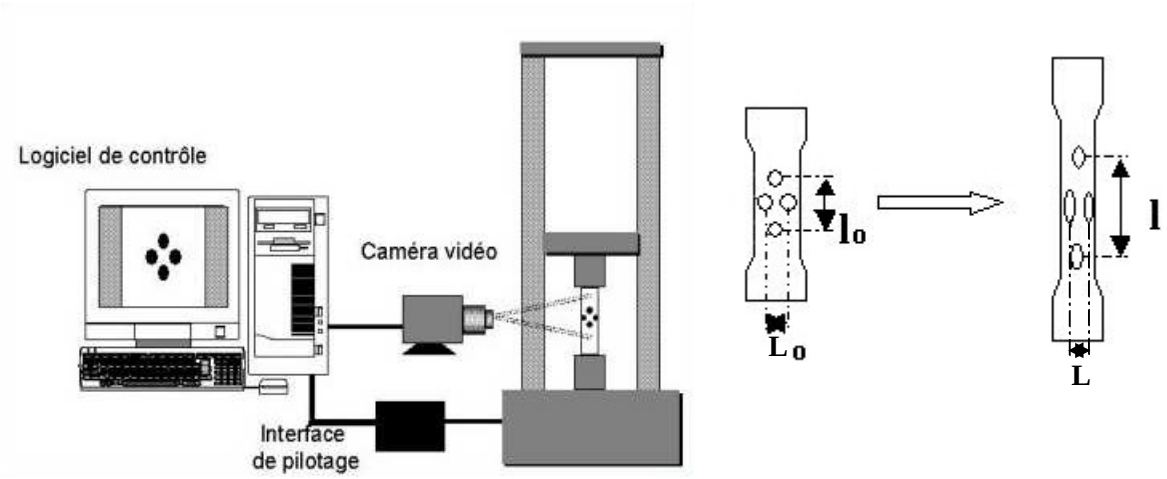


figure IV-4 : Dispositif de pilotage de traction à vitesse de déformation constante via le système VidéotractionÒ.

- ***Moyennes vitesses***

Ces essais, qui représentent la plus grande partie de notre base, sont réalisés sur la même machine hydraulique Instron que les essais précédents. Celle-ci est cette fois pilotée en vitesse de traverse constante, entre 5 et 150 mm.s^{-1}. Les éprouvettes utilisées sont de type 1 et 2 (figure IV-1), la hauteur de la zone utile étant choisie selon la gamme de vitesse de déformation visée.

Une méthodologie expérimentale basée sur des techniques de corrélation et d'analyse d'images est utilisée pour suivre simultanément les trois composantes de la déformation au cours de l'essai [4, 5].

La face avant des éprouvettes est marquée sur toute sa surface par un marquage aléatoire (figure IV-5), réalisé par apposition d'un mouchetis de peinture, choisie pour résister aux températures testées et aux grandes déformations. Ce mouchetis est suivi par une caméra rapide de fréquence d'échantillonnage réglable entre 125 et 1000 images (de 512 par 512 pixels) par seconde. Ceci autorise le suivi d'essais rapides. Sur certains essais, un prisme renvoi sur la même image l'ombre de l'épaisseur de l'éprouvette [5]. Le système d'acquisition utilisé permet la synchronisation de deux signaux analogiques externes. Nous pouvons donc regrouper sur une même base de temps les informations relatives à la force, au déplacement de la traverse et à la déformation (après traitement des images).

Les champs de déformation cumulée longitudinale $\bar{e}_{yy}$ et transverse $\bar{e}_{xx}$ sont déduits de l'évolution du mouchetis à l'aide d'un code de corrélation commercial (ARAMIS ®). Le principe est de suivre le déplacement relatif des différents éléments du mouchetis par rapport à l'image initiale, choisie comme référence, et d'en déduire la déformation locale du matériau. Le suivi de l'évolution de l'épaisseur de l'éprouvette donne quant à elle accès à une valeur moyenne de la déformation suivant la troisième direction $\bar{e}_{zz}$.

Cette technique de mesure permet donc de détecter une éventuelle localisation de la déformation et de valider ou lever les hypothèses d'incompressibilité et d'isotropie transverse. Une fois

l'homogénéité transverse vérifiée, les trois composantes de la déformation sont relevées sur une même section (i.e. la section de déformation maximale).

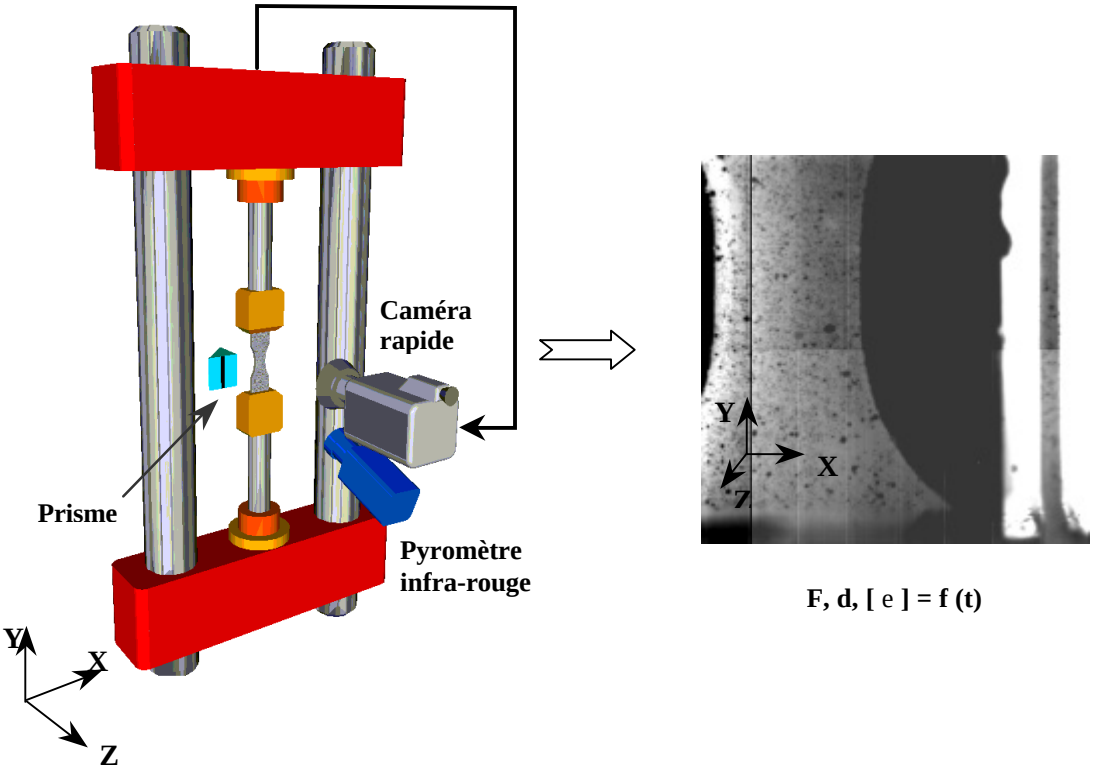


figure IV-5 : Dispositif expérimental d'extensométrie 3D associé à une mesure de température de l'éprouvette : mesure des déformations longitudinale et transverse par suivi de la déformation d'un marquage aléatoire de l'éprouvette (corrélation d'images) et mesure de la troisième composante de la déformation en utilisant un prisme renvoyant l'image de l'épaisseur.

Les vitesses de déformation instantanées sont déduites de l'évolution de la déformation longitudinale au cours du temps après lissage polynomial. Le degré du polynôme est ajusté pour représenter au mieux cette évolution. Les essais sont conduits pour des vitesses de déformations moyennes comprises entre 7 10^{-2} et 2 s^{-1}. Bien sûr, cette vitesse n'est pas constante dans le temps (figure IV-6).

Pour finir, un pyromètre infra-rouge Thermalert MI 100 à haute fréquence d'échantillonnage (200 mesures par seconde) permet de mesurer l'évolution de la température de la zone déformée au cours de l'essai. L'objectif est de quantifier le phénomène de dissipation mécanique, qui ne peut a priori être négligé à ces vitesses de sollicitation.

La fenêtre de notre étuve n'étant pas transparente aux infra-rouges, ces mesures ne sont que des estimations réalisées porte ouverte. Bien qu'imprécises, elles permettent de juger de l'importance des auto-échauffements qu'il apparaît important de chiffrer avant d'aller plus loin dans nos analyses. Pour limiter le refroidissement de l'éprouvette qui pourrait perturber les mesures, seules les plus grandes vitesse de traverse (100 et 150 $mm.s^{-1}$) sont analysées. Une mesure du refroidissement parasite provoqué par l'ouverture de la porte a par ailleurs été réalisée (en suivant l'évolution de température d'une éprouvette non sollicitée), ce qui a montré qu'il pouvait être négligé pour ces essais d'une durée inférieure à la seconde.

Notons pour finir qu'en nous limitant aux plus grandes vitesses, nous maximisons le phénomène que nous cherchons à observer, ce qui permettra d'en donner une borne supérieure. Pour être

complets, précisons qu'un étalonnage préalable du pyromètre a été réalisé sur des échantillons du mélange de polystyrène étudié à différentes températures.

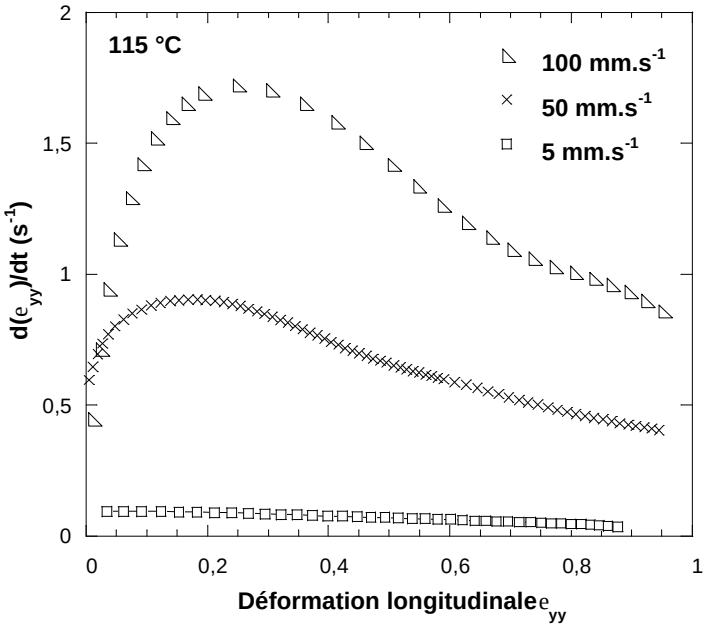


figure IV-6 : Evolution de la vitesse de déformation en fonction de la déformation longitudinale au cours d'essais de traction uni-axiale réalisés à 115 °C pour trois vitesses de traverse (éprouvettes de type 2–c).

- ***Hautes vitesses***

Pour caractériser les très hautes vitesses du procédé (20 s^{-1} durant le poinçonnage et jusqu'à 100 s^{-1} pendant le soufflage) un vérin hydraulique Zwick qui peut atteindre 20 $m.s^{-1}$ est utilisé (Zwick modèle REL 1843). Un montage spécifique utilisant un capteur de force adapté à notre gamme de mesure (500 N) a été réalisé pour ces essais. Les mors employés utilisent un système de serrage manuel de l'éprouvette (au lieu de mors pneumatiques pour tout ce qui précède), choisie avec une petite hauteur de zone utile pour promouvoir de grandes vitesses de déformation (type 2-a).

La mesure de champ est conservée (corrélation d'image sur mouchetis aléatoire). La déformation dans l'épaisseur est quant à elle déduite de l'hypothèse d'incompressibilité. La validité de cette dernière sera discutée sur la base des essais précédents.

Les essais sont réalisés à vitesse de traverse constante entre 300 et 1000 $mm.s^{-1}$, les vitesses de déformations étant quant à elles comprises entre 7 et 30 s^{-1}. Ils ont été réalisés pour deux températures, à savoir 115 et 130 °C.

- ***Base expérimentale complète***

La figure IV-7 regroupe la gamme expérimentale complète explorée en traction uni-axiale. La gamme de température s'étend de 90 à 130 °C pour une large gamme de vitesse de déformation, soit entre 5 10^{-4} et 30 s^{-1}. Les essais à vitesse de traverse constante (moyenne et haute vitesse) induisent une évolution de la vitesse de déformation au cours de l'essai ce qui est représenté par une barre d'incertitude horizontale sur la figure IV-7.

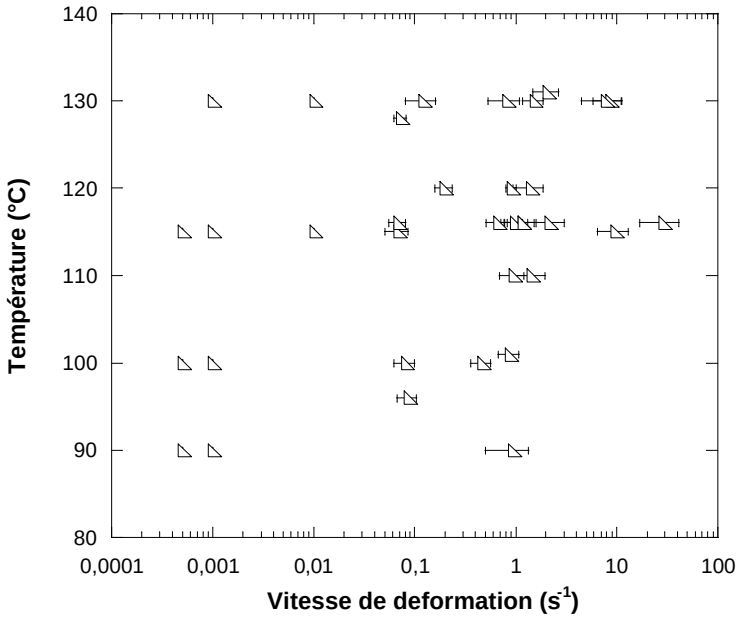


figure IV-7 : Gamme expérimentale complète en traction uni-axiale.

c) Résultats

De façon qualitative, notre matériau subit une forte transition de comportement dans notre gamme d'essai, à corréler avec le passage de sa transition α :

- A haute vitesse ou basse température le polymère présente un fort module initial, un seuil apparent d'écoulement et n'accepte pas de grandes déformations avant rupture (état vitreux). Ses déformations apparaissent d'ailleurs irréversibles à l'échelle de temps de l'expérience et le matériau est, dans cette gamme, le siège d'un blanchiment important.
- A basse vitesse ou haute température son module initial décroît fortement, le seuil apparent de plasticité disparaît ainsi que le blanchiment. Les déformations admissibles augmentent et leur caractère réversible aussi.

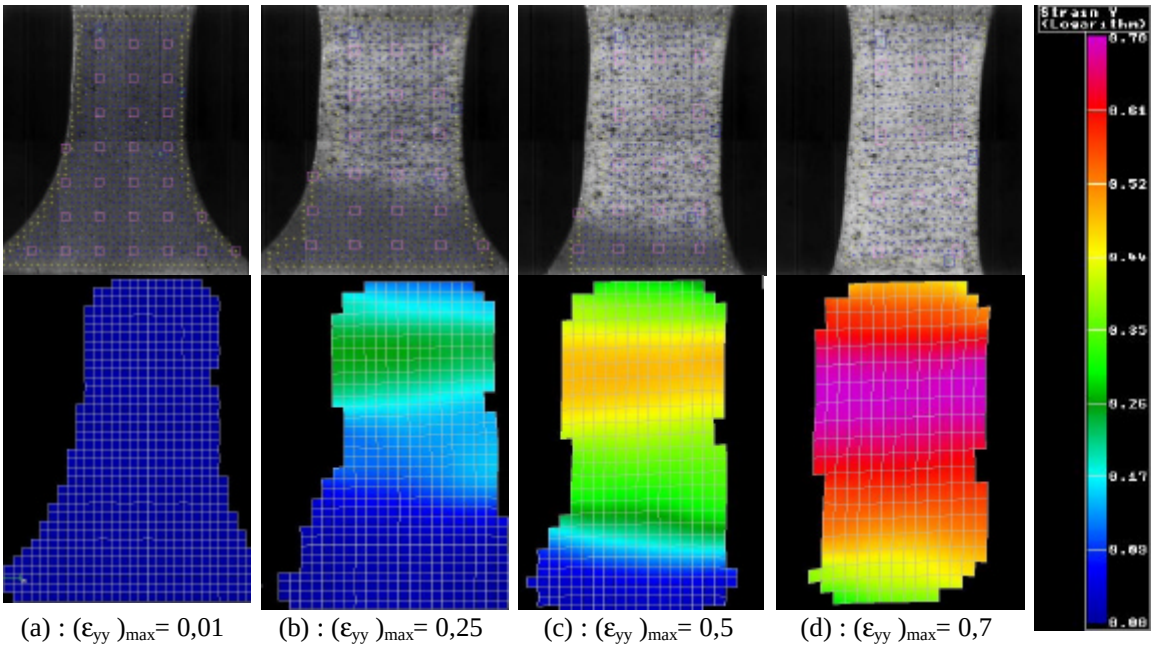
Pour aller au-delà de cette description qualitative, nous souhaitons obtenir des résultats exempt de toute ambiguïté. Pour cela il convient de valider tout le protocole de dépouillement des essais hypothèse par hypothèse.

- ***Vérification des hypothèses***

  - ✓ Homogénéité de la déformation

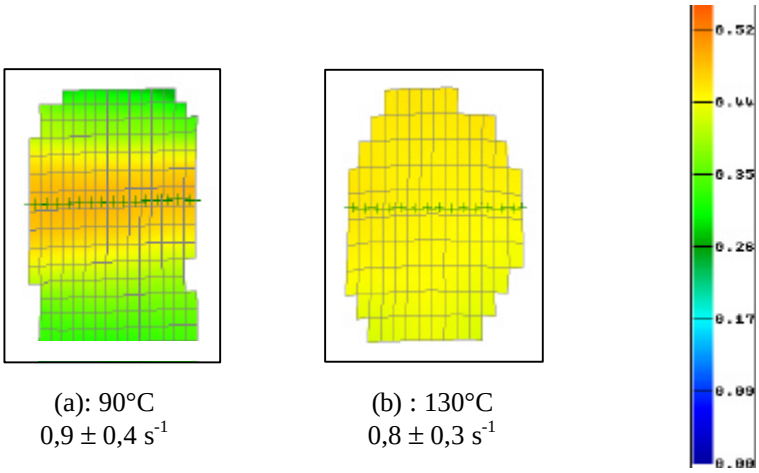
La technique de corrélation d'images donne accès aux champs de déformation (longitudinaux et transverses) sur toute la surface de l'éprouvette ce qui permet de juger de l'homogénéité de la déformation. De fait, celle-ci dépend des conditions de sollicitation, et en particulier du couple (température,vitesse) :

- A froid et/ou à grande vitesse la déformation du polystyrène est hétérogène sur la longueur de l'éprouvette. Une zone de localisation apparaît sur la partie centrale de l'éprouvette comme illustré figure IV-8 et figure IV-9. (a),
- A chaud et/ou à basse vitesse, la déformation de l'éprouvette reste homogène dans la zone utile (figure IV-9 (b)).



(a) : $(\varepsilon_{yy})_{max}$= 0,01 (b) : $(\varepsilon_{yy})_{max}$= 0,25 (c) : $(\varepsilon_{yy})_{max}$= 0,5 (d) : $(\varepsilon_{yy})_{max}$= 0,7

figure IV-8 : Mise en évidence de la localisation de la déformation sur une zone centrale de l'éprouvette par corrélation d'images dans le cas d'une traction uni-axiale à 90 °C pour une vitesse de traverse de 10 mm.s^{-1} ($\dot{e} = 0{,}9 \pm 0{,}4\, s^{-1}$) : images ayant servi au calcul de la déformation et cartes d'iso-déformation longitudinales pour différents taux de déformation.



(a): 90°C
0,9 ± 0,4 s^{-1}

(b) : 130°C
0,8 ± 0,3 s^{-1}

figure IV-9 : Résultats de corrélation obtenus pour une même déformation longitudinale (e_{yy} = 0,4) dans le cas d'une traction uni-axiale à moyenne vitesse (10 mm.s^{-1}) à 90 (a) et à 130 °C (b).

Par contre, la déformation peut être considérée comme homogène par section dans tous les cas malgré quelques effets de bords (figure IV-10). C'est pourquoi les déformations seront assimilées à la moyenne des déformations sur une section.

Notre protocole permet, en outre, de juger de la pertinence de marquages moins riches selon les conditions opératoires. Il nous permet donc de justifier le passage vers un marquage plus simple dans certaines conditions expérimentales.

Ainsi, un marquage 4 taches est suffisant pour l'étude de la déformation du polystyrène dans son état caoutchoutique, ce qui justifie le protocole expérimental utilisé à « basse vitesse » (Vidéotraction®).

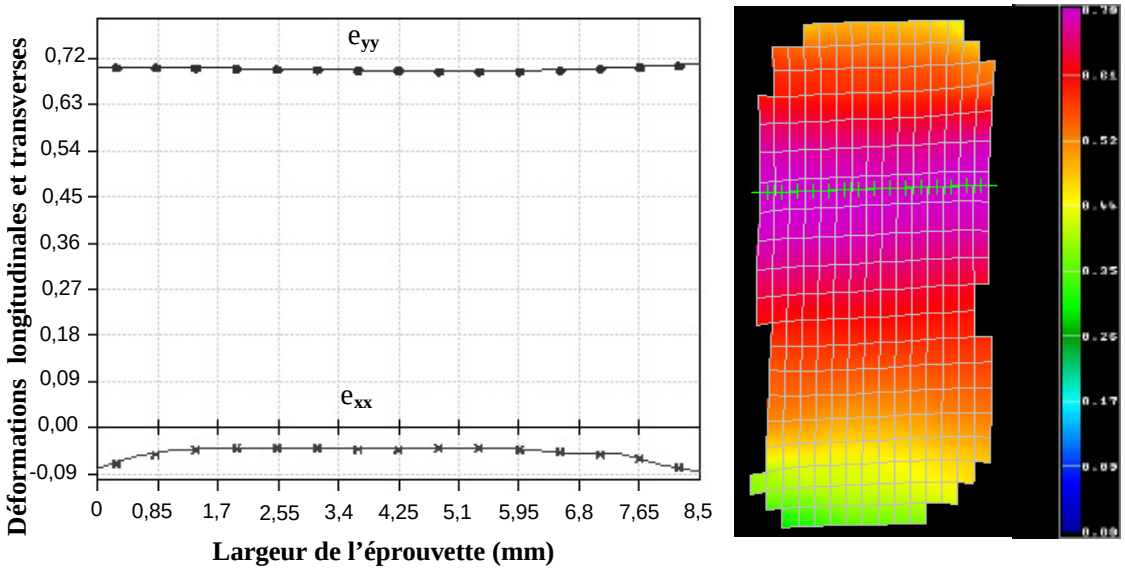


figure IV-10: Mesure des déformations longitudinales et transverses selon une section horizontale de l'éprouvette matérialisée par un axe gradué.

En deçà de la transition vitreuse, ce marquage est par contre insuffisant. Un marquage 7 taches proposé par G'Sell et collaborateurs [6] (figure IV-11), bien que moins complet que la corrélation d'image, aurait permis de prendre en compte la non-homogénéité de la déformation. Nous ne l'utiliserons toutefois pas, privilégiant les techniques de mouchetis aléatoires.

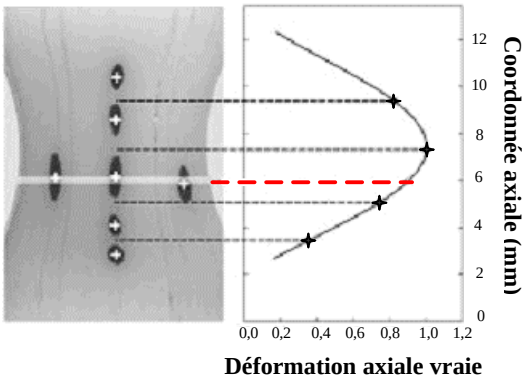


figure IV-11: Extrapolation polynomiale de la déformation longitudinale d'après un marquage 7 taches d'un PET étiré à température ambiante à 5´ 10^{-4} s^{-1}, d'après [6].

✓ Détermination de la déformation dans l'épaisseur

La caractérisation complète du comportement suppose la connaissance des trois composantes de la déformation. Deux hypothèses sont possibles : l'incompressibilité, qui exprime que le volume d'un élément de matière reste constant, et l'isotropie transverse, qui exprime que les déformations sont égales dans les deux directions perpendiculaires à l'axe de traction.

Ces deux hypothèses ne sont pas équivalentes sur toute notre gamme comme l'illustre la figure IV-12 (les déformations longitudinales et transverses sont mesurées par la technique du mouchetis aléatoire). L'écart entre ces deux hypothèses est important (jusqu'à 40 %) à basse température et/ou haute vitesse (figure IV-12 (i)) alors qu'il reste inférieur à 10 % au-delà de 110 °C (figure IV-12 (ii) et (iii)).

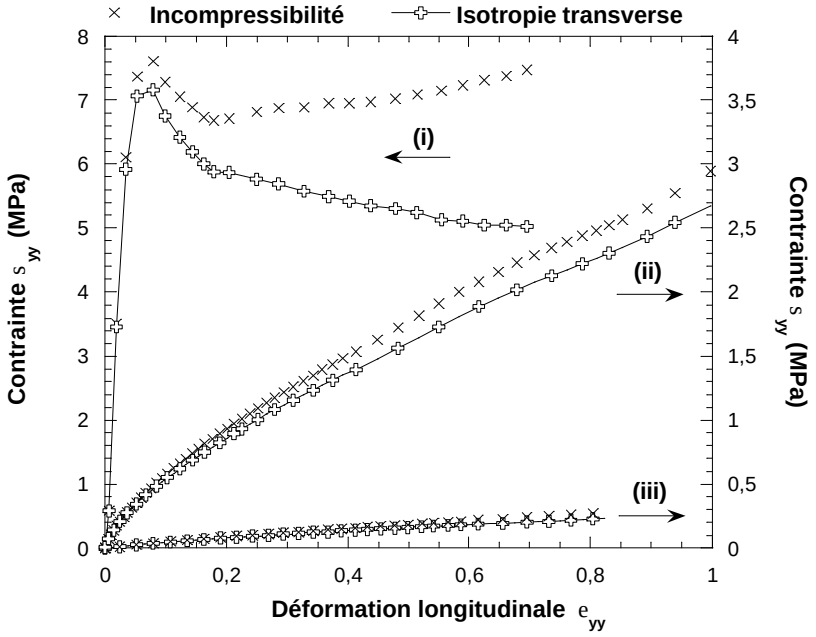


figure IV-12 : Influence de l'hypothèse utilisée pour le calcul de la déformation dans l'épaisseur sur la contrainte pour différentes conditions expérimentales. (i) : essai à 100 °C pour une vitesse de déformation moyenne de $\dot{e} = 0{,}5 \pm 0{,}1\, s^{-1}$ (éprouvette de type 1 sollicitée à 10 mm.s^{-1}) ; (ii) : essai à 110 °C pour une vitesse de déformation moyenne de $\dot{e} = 1{,}4 \pm 0{,}5\, s^{-1}$ (éprouvette de type 1 sollicitée à 100 mm.s^{-1}) ; (iii) : essai à 130 °C pour une vitesse de déformation moyenne de $\dot{e} = 0{,}07 \pm 0{,}01\, s^{-1}$ (éprouvette de type 2-c sollicitée à 5 mm.s^{-1}).

Pour discriminer ces deux hypothèses, nous disposons de trois pistes :

1) Les coefficients de Poisson qui peuvent être estimés à partir de nos mesures de champs. Ils se rapprochent de 0,5 à haute température et basse vitesse pour diminuer jusqu'à 0,3 à haute vitesse et basse température.

2) L'existence d'un blanchiment de l'éprouvette dans la zone de déformation maximale (figure IV-8) apparaissant au-delà du seuil apparent, à froid et à haute vitesse. Ce blanchissement laisse supposer l'existence d'un processus d'endommagement, peut-être par cavitation ou craquelure [7], qui disparaît à haute température.

3) Notre dispositif de mesure 3D (prisme, figure IV-5), bien que la mesure des épaisseurs reste imprécise dans notre cas du fait de la faible épaisseur initiale de l'échantillon.

La figure IV-13 présente une comparaison des déformations mesurées dans l'épaisseur e_{zz} avec notre dispositif et celles estimées avec l'hypothèse d'incompressibilité et d'isotropie transverse pour l'essai référencé (ii) dans la figure IV-12 (110 °C et vitesse de déformation moyenne de $\dot{e} = 1.4 \pm 0.5\, s^{-1}$). L'hypothèse d'isotropie transverse n'est pas totalement vérifiée. Elle est par contre nettement plus pertinente que l'hypothèse isochore.

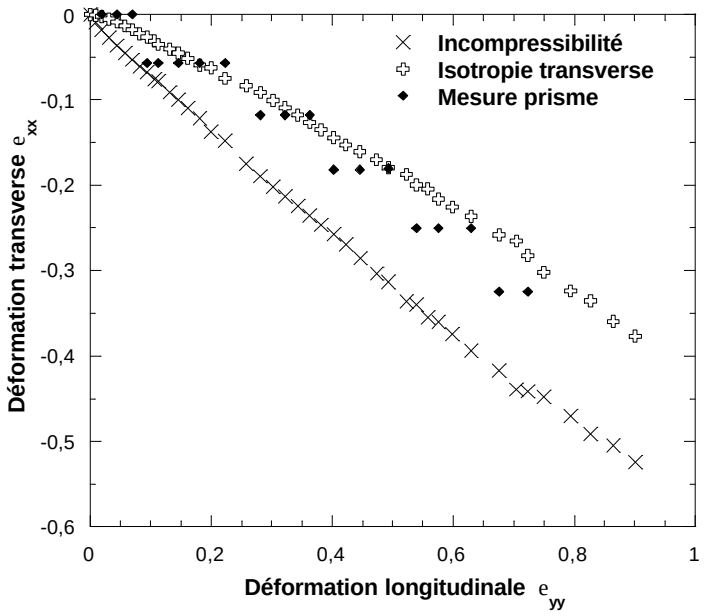


figure IV-13 : Evolution de la déformation dans l'épaisseur mesurée en fonction de la déformation longitudinale pour un essai de traction à 110 °C pour une vitesse de 100 mm.s^{-1}, soit une vitesse de déformation moyenne de $\dot{e} = 1{,}4 \pm 0{,}5\ s^{-1}$ (éprouvette de type 1), et comparaison avec les résultats de déformation obtenus selon les hypothèses d'incompressibilité et d'isotropie transverse.

Notre matériau présente donc un comportement quasi isotrope. L'hypothèse d'incompressibilité, totalement fausse à haute vitesse et basse température, devient de plus en plus admissible quand le matériau est sollicité à haute température ou lentement.

Une explication possible est que la déformation du polystyrène met en jeu différents processus entre son état vitreux et son état caoutchoutique :

- à froid et/ou sous sollicitation rapide, le polymère présenterait un comportement de type élasto-viscoplastique endommageable. Des processus d'endommagement rendent son comportement non isochore [7].
- à chaud et à vitesse lente, dans son état caoutchoutique, le matériau se déforme de manière homogène et quasi-isochore.

Retenons à ce stade que le matériau de l'étude présente un comportement isotrope transverse :

- hétérogène et non isochore lorsqu'il se rapproche de son état vitreux,
- homogène incompressible lorsqu'il se rapproche de son état caoutchoutique.

Nous prendrons donc garde à n'utiliser les deux protocoles les moins riches que dans des zones de comportement où les hypothèses d'homogénéité qu'ils impliquent restent acceptables.

✓ Dissipation mécanique

Il est bien reconnu que la déformation des polymères solides peut mettre en jeu des processus élémentaires conduisant à une dissipation thermique (phénomènes visqueux ou processus de déformation plastique par exemple). Du fait de la faible conductivité thermique des polymères, ces processus peuvent engendrer des échauffements importants. Il a été montré que des échauffements notables peuvent être observés lors d'essais de traction dès 10^{-2} s^{-1} à température ambiante (PP, PEHD, PC) [1, 2, 3] et sont d'autant plus importants que les essais sont conduits à plus grande vitesse de déformation.

L'augmentation locale de température dans les zones déformées peut à son tour induire un adoucissement sensible si les matériaux étudiés sont thermodépendants dans la gamme d'étude, ce qui est le cas du polystyrène.

L'analyse du comportement intrinsèque, pour être pertinente, doit donc soit éviter ces effets de dissipation thermique, soit les intégrer dans le protocole de dépouillement des essais. On préfère généralement les éviter en se plaçant dans des conditions expérimentales telles que les essais restent isothermes, i.e. aux basses vitesses de déformation. Compte tenu de notre application il serait dangereux de restreindre notre gamme de mesure. Nous préférerons donc juger de l'importance des échauffements dans les essais réalisés.

L'étude thermique réalisée sur prototype instrumenté de thermoformage (décrite au Chapitre III) a permis de montrer que la déformation de la feuille durant le poinçonnage s'accompagnait d'un léger auto-échauffement dans les zones du flanc les plus déformées. Nous l'avons estimé entre 3 et 7 °C selon les conditions de contact étudiées, ce qui pourrait ne pas être négligeable, la rhéologie du polystyrène étant très évolutive aux alentours de T_α.

Dans nos essais de traction un calcul de l'échauffement adiabatique, en considérant que la puissance mécanique est totalement transformée en chaleur (équation IV.3), peut donner une borne supérieure à l'auto-échauffement :

$$\Delta T = \frac{1}{r\,C}\int s_{yy} \times \dot{e}_{yy}\,dt \qquad \text{(IV.3)}$$

Le tableau IV-2 regroupe les résultats de ce calcul pour des températures encadrant la transition vitreuse (101 °C à 1rad.s^{-1} d'après nos mesures DMTA).

Conditions opératoires	e_{yy} max	ΔT (°C)
90 °C - $\dot{e} = 0{,}9 \pm 0{,}4\,s^{-1}$	0,7	1,7
100 °C - $\dot{e} = 0{,}9 \pm 0{,}2\,s^{-1}$	0,9	1,8
110 °C - $\dot{e} = 1 \pm 0{,}3\,s^{-1}$	1,1	0,5
116 °C - $\dot{e} = 29 \pm 12\,s^{-1}$	1,2	3,2
130 °C - $\dot{e} = 7{,}7 \pm 3{,}3\,s^{-1}$	1,2	0,4

tableau IV-2 : Calcul de l'échauffement maximal de l'éprouvette sous hypothèse de déformation adiabatique avec conversion totale de la puissance dissipée en chaleur.

L'échauffement calculé est notable pour les basses températures, pour lesquelles le comportement du matériau est rigide « fragile », et n'accepte pas les niveaux de déformation observés dans le procédé. Il peut également être significatif au-dessus de la température de transition α si les vitesses de déformation sont très élevées. Par contre, dans la gamme du procédé, soit suffisamment au dessus de T_α, il reste modéré.

Pour juger de l'importance effective de ces phénomènes dissipatifs dans la gamme du procédé, c'est-à-dire dans nos essais rhéologiques intermédiaires, quelques mesures ont été réalisées à 110 et 130 °C pour des vitesses de déformation de l'ordre de 1 à 2 s^{-1}, suivant le protocole décrit ci-dessus. Dans ces conditions l'élévation de température mesurée n'excède pas le degré.

Il semble donc que l'échauffement du matériau ne devienne significatif que dans les conditions extrêmes d'utilisation (basse température et haute vitesse) quand le matériau présente un

comportement plus fragile, vraisemblablement inexistant dans le procédé. Dans la gamme du procédé, où le polymère garde une forte « déformabilité », les échauffements prévisibles et mesurés restent faibles au regard de la précision de mesure.

Il convient toutefois de rester prudent car quelques degrés de variation sur la zone de transition vitreuse peuvent présenter une certaine importance. Par contre, compte tenu de la précision de mesure des moyens actuels et de l'état de nos modèles rhéologiques, il serait par trop ambitieux de tenter de prendre en compte ce couplage thermomécanique. Nous supposerons donc nos essais isothermes.

- ***Sensibilité à la température et à la vitesse de déformation***

Une fois nos hypothèses de dépouillements validées, nous pouvons analyser tous nos essais sans ambiguïté en terme de comportement intrinsèque.

Comme déjà dit, le comportement du mélange de polystyrènes étudié apparaît fortement sensible à la température (figure IV-14) et à la vitesse de sollicitation (figure IV-15) aux alentours de sa transition α. Cette double sensibilité souligne l'importance des effets viscoélastiques dans le comportement macroscopique du matériau.

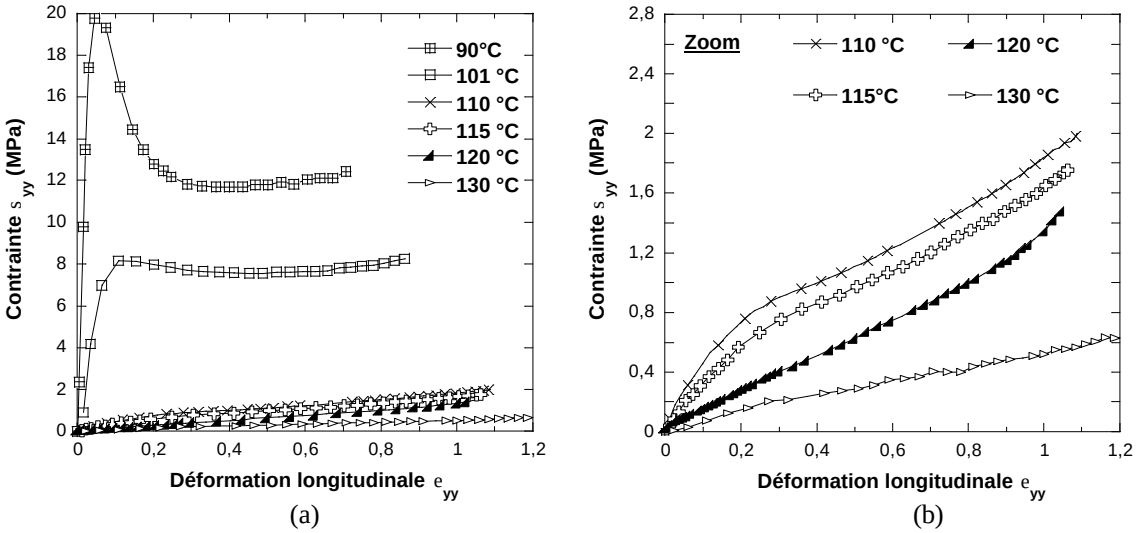


figure IV-14 : Sensibilité du comportement à la température : Courbes contrainte vraie-déformation vraie obtenues en traction uni-axiale pour des températures comprises entre 90 et 130 °C pour une vitesse de déformation d'environ 1 s^{-1} (a) et agrandissement pour des niveaux de contrainte inférieurs à 2,8 MPa (b).

Les évolutions sont profondes et ne concernent pas seulement les niveaux de contraintes. Ainsi, trois types de comportement peuvent schématiquement être observés pour une même vitesse, ici 1 s^{-1} (figure IV-14) :

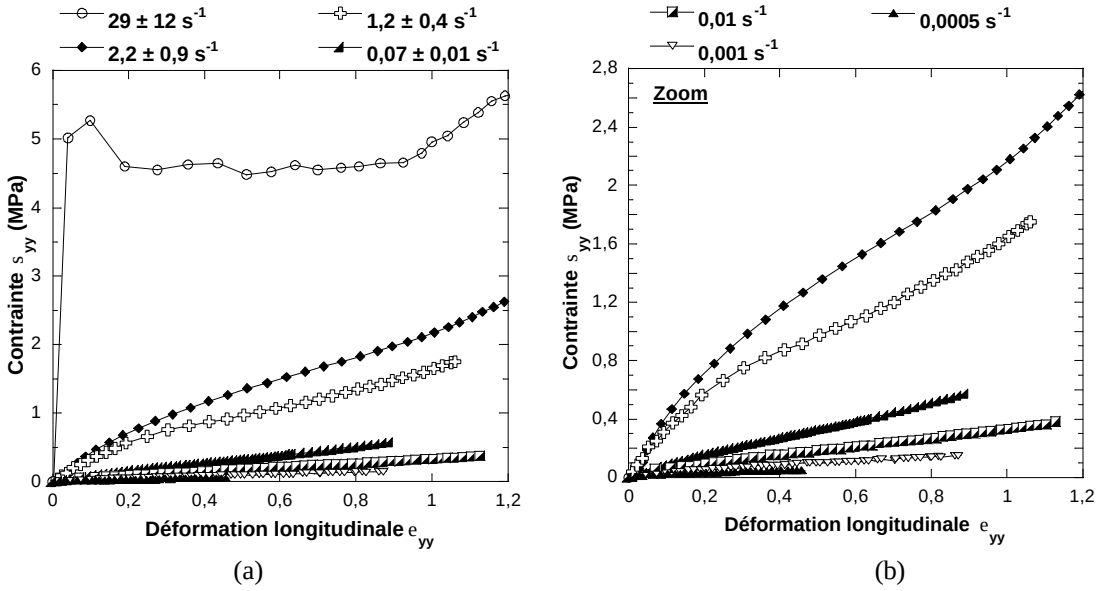
A basse température (90 et 100 °C), le polystyrène présente un comportement de type vitreux. Il se caractérise par une grande rigidité initiale et la présence d'un crochet de traction. Rappelons ici que nos essais sont suffisamment riches pour que nous puissions affirmer que ce crochet n'est pas un artefact de mesure lié à une évolution de section. Il est donc la trace de processus élémentaires impliqués dans la déformation du polymère. Une deuxième manifestation de ces processus est le blanchiment, qui pourrait être le signe d'un endommagement de type cavitationnel. Les déformations sont irréversibles et non isochores.

Une augmentation de température se traduit par une diminution du module initial et du seuil. Le crochet de traction est lui aussi fortement réduit. Cela pourrait dénoter un changement de mode de déformation au sein du matériau au détriment des processus plastiques « vitreux ». Cette évolution, d'abord progressive (entre 90 et 100 °C) devient brutale (entre 100 et 110 °C).

En terme de module on retrouve là la transition α déjà mise en évidence en DMTA. Par contre le changement de comportement est bien plus profond. La déformation devient réversible et les traces d'endommagement citées plus haut disparaissent. Le comportement devient en fait majoritairement hyper élastique et un certain niveau de durcissement structural apparaît à forte déformation. Ce comportement trouve son origine dans la structure de réseau macromoléculaire adoptée par les chaînes, les enchevêtrements jouant le rôle de nœuds du réseau (jonctions physiques temporaires). Le durcissement structural observé aux grandes déformations provient de l'allongement des chaînes polymères. Notons qu'il reste assez faible pour le polystyrène aux taux de déformations usuels du thermoformage, ce qui le différentie du PET [8]

Enfin, au-delà de 130 °C, la déformation s'effectue à très faible niveau de contrainte sans durcissement structural. La mobilité moléculaire doit alors autoriser un début de désenchevêtrement des chaînes et le comportement macroscopique s'apparente progressivement à un écoulement.

Par convention nous appellerons ces trois comportements « vitreux », « coutchoutique » et « fluide ». La même décomposition peut être faite pour une température donnée (115 °C) et différentes vitesses (figure IV-15). Le polystyrène est vitreux à haute vitesse, coutchoutique pour des vitesses intermédiaires et fluides à basses vitesses. Evidemment une même vitesse peut appartenir à un type de comportement ou à un autre en fonction des températures.



(a) (b)

figure IV-15 : Sensibilité du comportement à la vitesse de sollicitation : Courbes contrainte vraie-déformation vraie obtenues en traction uni-axiale pour une température de 115 °C pour des vitesses de déformation comprises entre 5´ 10^{-4} et 1 s^{-1} (a) et agrandissement pour des niveaux de contrainte inférieurs à 2,8 MPa (b).

Pour une meilleure lisibilité nous conserverons dans la suite de ce document les symboles attribués aux différentes courbes présentées figures IV–14 et 15 lorsque nous y ferons référence.

IV.1.2. Poinçonnement à hautes vitesses

Le poinçonnement à hautes vitesses est utilisé pour étudier le comportement mécanique du polystyrène sous sollicitation multi-axiale et rapide et permet donc de se rapprocher des conditions de mise en œuvre.
Par contre, cet essai ne donne accès qu'à des grandeurs globales, force et déplacement. Nous nous limiterons dans cette partie à une analyse qualitative de ces courbes, une modélisation de l'essai étant nécessaire pour une exploitation plus approfondie.

a) Protocole expérimental

Le test de poinçonnement consiste à percuter, à grande vitesse, une plaque encastrée sur un porte-échantillon avec un percuteur hémisphérique. Les essais sont réalisés à l'aide d'un vérin hydraulique haute vitesse pouvant atteindre des vitesses de 20 $m.s^{-1}$. Ils se déroulent au sein d'une étuve thermostatée qui contient tout le dispositif, y compris le percuteur. La bonne régulation de l'étuve est contrôlée par une mesure systématique de la température de l'enceinte à l'aide d'un thermocouple de type T.

Le percuteur est fixe et est muni d'un capteur de force piézoélectrique de capacité maximale 7,5 kN permettant de suivre l'évolution de la force en fonction du temps. Il est cylindrique avec une base hémisphérique de 20 mm de diamètre (figure IV-16) et est lubrifié à l'aide d'une graisse silicone afin d'annuler le frottement dont on sait par ailleurs [9, 10] qu'il perturbe fortement la mesure.

Les éprouvettes utilisées sont des plaques carrées de 60 mm de coté prélevées dans les plaques initiales. Elles sont encastrées entre deux pièces métalliques rainurées et le tout est maintenu à l'aide d'une tulipe visée. Leur chauffage dans l'étuve est de quinze minutes, ce qui permet d'assurer l'homogénéité de température de l'échantillon.

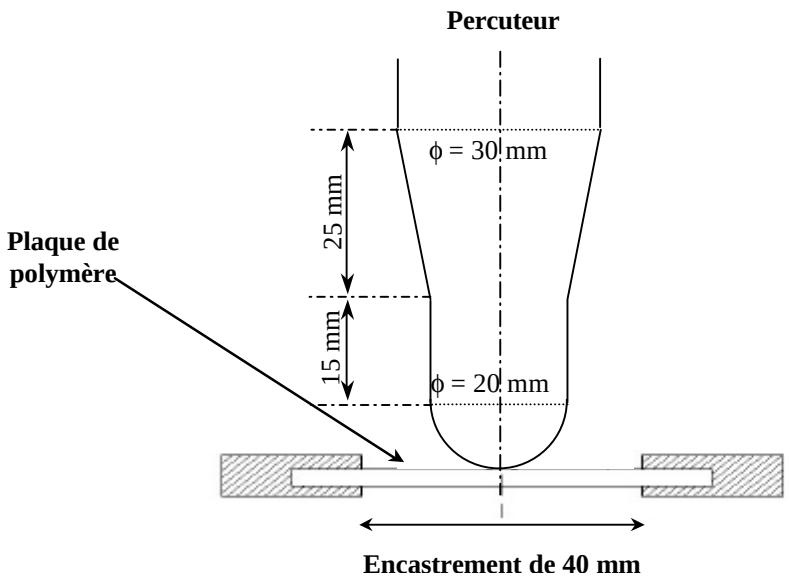


figure IV-16 : Schéma de principe du test d'impact multi-axial.

L'encastrement libère un disque de diamètre 40 mm. Si on applique un déplacement de 60 mm au percuteur (comme en thermoformage) le rapport hauteur de poinçonnage/diamètre est donc

de 1,5 pour cet essai. Bien que plus sévère que nos essais sur prototype pour lesquels ce rapport est de 1,08, ce dispositif reste réaliste.

L'emploi d'un vérin haute vitesse nous permet d'atteindre des vitesses de sollicitation de l'ordre de grandeur de celles rencontrées au cours du procédé de thermoformage. Trois vitesses d'impact encadrant la vitesse de descente du poinçon sur prototype de thermoformage (0,5 $m.s^{-1}$) ont été retenues : 0,2, 1 et 3 $m.s^{-1}$ pour des températures comprises entre 70 et 150 °C (tableau IV-3).

	70°C	90°C	110°C	130°C	150°C
0,2 $m.s^{-1}$		×	×	×	
1 $m.s^{-1}$	×	×	×	×	×
3 $m.s^{-1}$	×	×	×	×	×

tableau IV-3 : Définition des essais de poinçonnement (conditions de température et de vitesse).

Les déformations et vitesses de déformation mises en jeu doivent donc être en correspondance avec ceux du procédé.

Les conditions de contact sont, par contre, simplifiées par rapport au thermoformage puisque le percuteur est lubrifié et à la même température que la feuille. De ce fait, l'information contenue dans les courbes force-déplacement devrait bien refléter uniquement la rhéologie du matériau et non le frottement et les effets thermiques. Par analogie avec l'étape de poinçonnage et ce que l'on sait par ailleurs [11], il est attendu une sollicitation majoritairement bi-axiale simultanée sous l'impacteur et majoritairement uni-axiale sur les flancs.

b) Résultats

- ***Influence de la température***

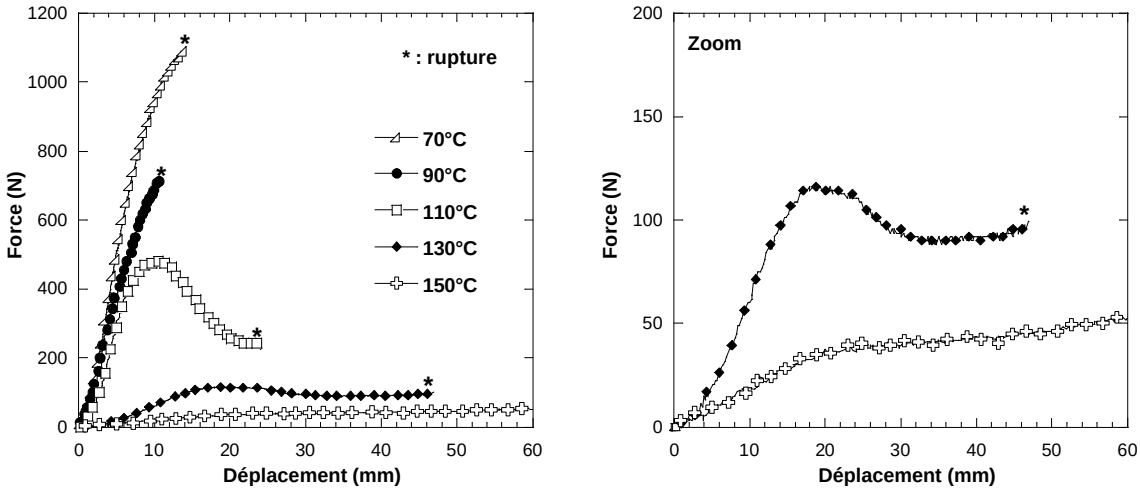
La figure IV-17 regroupe les évolutions de la force mesurée en fonction du déplacement pour des essais de poinçonnement réalisés à 1 $m.s^{-1}$ pour différentes températures entre 70 et 150 °C.

On observe un comportement de type fragile à basse température (70 et 90 °C), caractérisé par une augmentation rapide du niveau de force qui s'adoucit légèrement avant la rupture précoce de l'échantillon (pour des déplacements de l'ordre de 10 à 15 mm). Le niveau de force maximal est une fonction décroissante de la température et perd près de 25 % entre 70 °C et 90 °C. Les faciès de rupture obtenus sont de type étoilé (figure IV-18 (a) et (b)), ce qui indique que la déformation est majoritairement localisée sous le percuteur en raison de sa lubrification et que le matériau est fragile.

Entre 90 et 110 °C, le comportement devient plutôt ductile avec apparition d'un pic sur le signal de force (pour une course de 10 mm) suivi d'une décroissance pour atteindre un plateau. La rupture est retardée à un déplacement de 25 mm. Les faciès de rupture soulignent une certaine plasticité de la déformation, toujours localisée de manière préférentielle sous l'impacteur (figure IV-18 (c)).

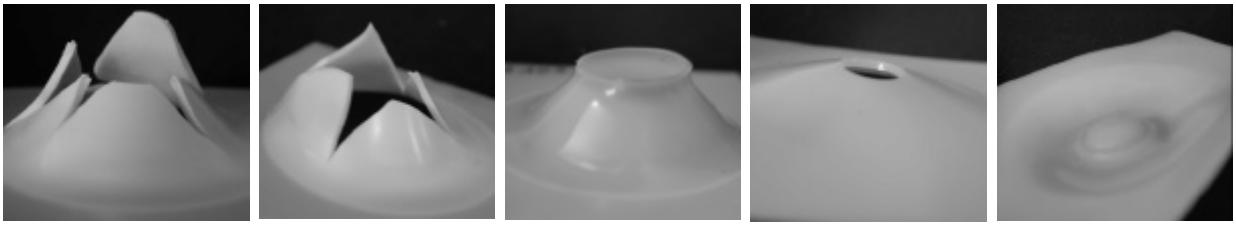
Entre 110 et 130 °C, la déformation résiduelle après rupture décroît fortement (figure IV-18 (d)) alors que le déplacement à rupture augmente de façon sensible (figure IV-17). Le comportement est majoritairement hyper-élastique, le matériau subissant des déformations considérables réversibles.

Ceci est confirmé par les essais à 150 °C où le polystyrène accepte un déplacement de plus de 60 mm sans rompre (figure IV-18 (e)). La déformation rémanente est très faible.



(a) (b)

figure IV-17 : Courbes force-déplacement obtenues par poinçonnement du mélange de polystyrène étudié pour une vitesse d'impact de 1 m.s^{-1} pour différentes températures.



(a) : 70 °C (b) : 90 °C (c) : 110 °C (d) : 130 °C (e) : 150 °C

figure IV-18: Faciès de rupture obtenus pour une vitesse d'impact de 1 m.s^{-1} pour différentes températures.

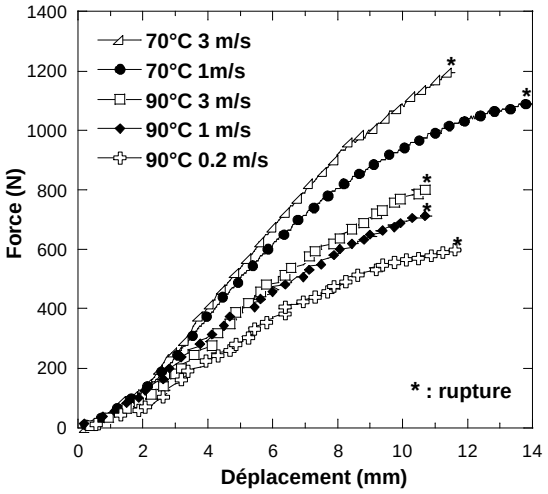
On retrouve donc qualitativement les transitions de comportement identifiées en traction uni-axiale, avec une première transition de type fragile-ductile aux environs de 100 °C, correspondant au passage de la transition α, pour aboutir à un comportement de type caoutchoutique à partir de 130 °C. Notons que la distinction entre comportements « caoutchoutique » et « fluide » n'apparaît pas nettement sur ces essais de poinçonnement.

- ***Influence de la vitesse***

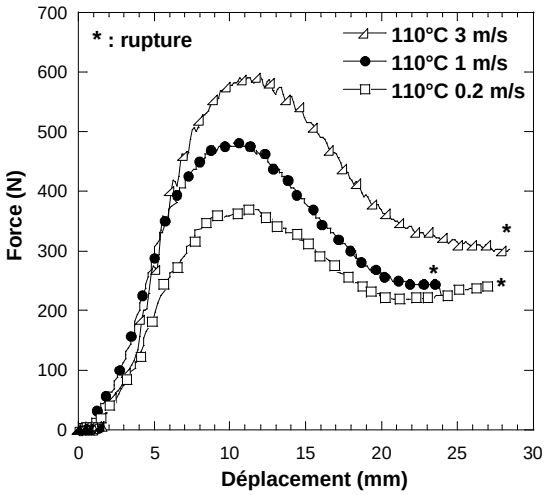
Les courbes de la figure IV-19 illustrent la sensibilité à la vitesse du comportement du polystyrène pour différentes températures. Une augmentation de la vitesse d'impact se traduit par une augmentation de l'effort nécessaire à la déformation du matériau, et ce quelle que soit la température considérée.

Les transitions de comportement rigide-ductile puis caoutchoutique sont logiquement déplacées vers les températures croissantes à plus grande vitesse d'impact.

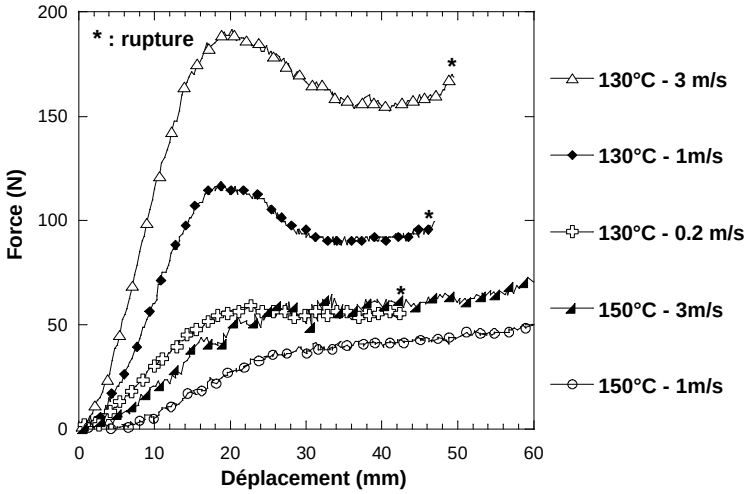
La plage de formage annoncée pour le polystyrène (entre 30 et 50 °C au dessus de T_α) correspond bien à un comportement de type caoutchoutique en impact pour des vitesses équivalentes, ce qui souligne la représentativité de cet essai par rapport au procédé.



(a) Températures de 70 et 90 °C



(b) Température de 110 °C



(c) Températures de 130 et 150 °C

figure IV-19 : Sensibilité du comportement du mélange de polystyrène étudié à la vitesse de poinçonnement pour différentes températures.

L'intérêt des ces essais réside dans la vérification qualitative de l'existence de 3 types de comportement pour le polystyrène en fonction du couple (température, vitesse) dans des conditions proches du procédé. L'analyse en terme de type de comportement que nous pouvons faire sur nos essais de traction uni-axiale pourra donc être qualitativement extrapolée aux sollicitations bi-axiales engendrées par le poinçonnement.

IV.1.3. Conclusions

Le comportement du mélange de polystyrènes étudié a été caractérisé aux alentours et au dessus de sa transition α par deux essais mécaniques complémentaires, qui permettent de représenter les deux modes de déformation uni et bi-axial rencontrés au cours du procédé de thermoformage assisté par poinçon, dans des conditions de vitesse et de température représentatives.

De ces deux mesures il ressort que le matériau est le siège de fortes variations de comportement aux alentours de sa transition α, en fonction du couple température-vitesse de sollicitation. Deux transitions de comportement sont observées :

- une transition vitreuse-caoutchoutique correspondant au passage de la transition α,
- une transition caoutchoutique-fluide à haute température et basse vitesse de sollicitation, correspondant à un début d'écoulement des chaînes.

Dans les conditions où le procédé se déroule normalement, le polystyrène est un matériau hyper élastique, isochore. Par contre, il conserve une certaine sensibilité à la vitesse. Qualitativement, nous avons observé que toute augmentation de température avait des effets sur le comportement mécanique du polystyrène équivalents à une diminution de vitesse, conformément au principe d'équivalence temps-température, et ce quel que soit le mode de sollicitation considéré.

S'il est sollicité trop froid ou trop rapidement, le polymère est plutôt un matériau vitreux, visco-plastique endommageable et éventuellement fragile. S'il est sollicité trop chaud ou trop lentement, une part d'écoulement visqueux peut apparaître.

Les essais de traction uni-axiale bien instrumentés nous fournissent donc une base expérimentale assez riche que nous allons maintenant utiliser pour progresser dans la modélisation du comportement.

IV.2. Discussion : interprétation en terme d'écart à la transition a

Il ressort de cette analyse que le comportement mécanique du polystyrène dépend bien du couple vitesse/température. Ainsi, dans le procédé et à sa température initiale, la feuille sera fluide à basse vitesse et caoutchoutique à plus haute vitesse. Si la température est trop forte cela peut se traduire par un fléchissement important de la feuille sous son propre poids qui, s'il est parfois recherché en thermoformage simple, est plutôt évité lorsqu'une assistance poinçon est utilisée (limitation de la plage de formage entre 130 et 150 °C).

Du fait des refroidissements imposés au cours du procédé, le matériau va balayer tout ses comportements pour atteindre le comportement vitreux dans les zones les plus froides ou les plus rapidement sollicitées. Ces fortes évolutions sont de nature à provoquer ou à arrêter des processus de localisation au cours de la mise en forme, sans doute plus sûrement que le durcissement structural qui, nous le voyons, reste faible pour ce matériau.

Chaque comportement, pris un à un, pourrait sans doute être modélisé par des approches existantes. La difficulté essentielle est de reproduire le passage d'un type à l'autre et donc les dépendances en vitesse et température.

Il est clair que le comportement du polystyrène en grandes déformations obéit qualitativement au principe général d'équivalence temps-température. Nous disposons de deux voies pour formaliser ce couplage :

- Considérer que la transition est fixée par la vitesse de sollicitation et que le comportement du matériau est contrôlé par la différence entre la température de l'essai T et la température de transition T_α. Il nous suffit alors de relier la température de transition à la vitesse de sollicitation. Nous pouvons pour cela utiliser l'évolution de T_α en fonction de la fréquence

de sollicitation observée en DMTA, en faisant une analogie fréquence/vitesse de sollicitation (équation II.4).

- Utiliser les facteurs de glissement permettant la construction de courbes maîtresses en DMTA, a_T, qui suivent une dépendance en température de type WLF, et assimiler là encore la vitesse à la fréquence.

A partir des vitesses de déformation instantanées pour chaque courbe expérimentale, il est possible de suivre l'évolution de T_α. Connaissant la température de l'essai, l'écart à la transition α, $T-T_\alpha$, peut être estimé. La non constance de la vitesse de déformation au cours de l'essai à vitesse de traverse constante se traduit tout naturellement par une variation de $(T-T_\alpha)$. En première approximation, chaque essai peut donc être caractérisé par une valeur moyenne et une barre d'incertitude. La gamme d'écart à la transition α de nos essais mécaniques en traction uni-axiale s'étend entre -11 et +45 °C.

Appliqué à toute notre gamme expérimentale, ce paramètre d'écart à la transition α moyen permet de classer de manière cohérente et unifiée les évolutions de comportement observées en fonction du couple (température-vitesse) comme illustré figure IV-20, alors qu'un classement en température ou en vitesse de déformation seule n'est pas suffisant. Notons que les courbes présentées figure IV-20 correspondent à celles des figures IV–14 et 15, leurs conditions expérimentales étant regroupées tableau IV-4.

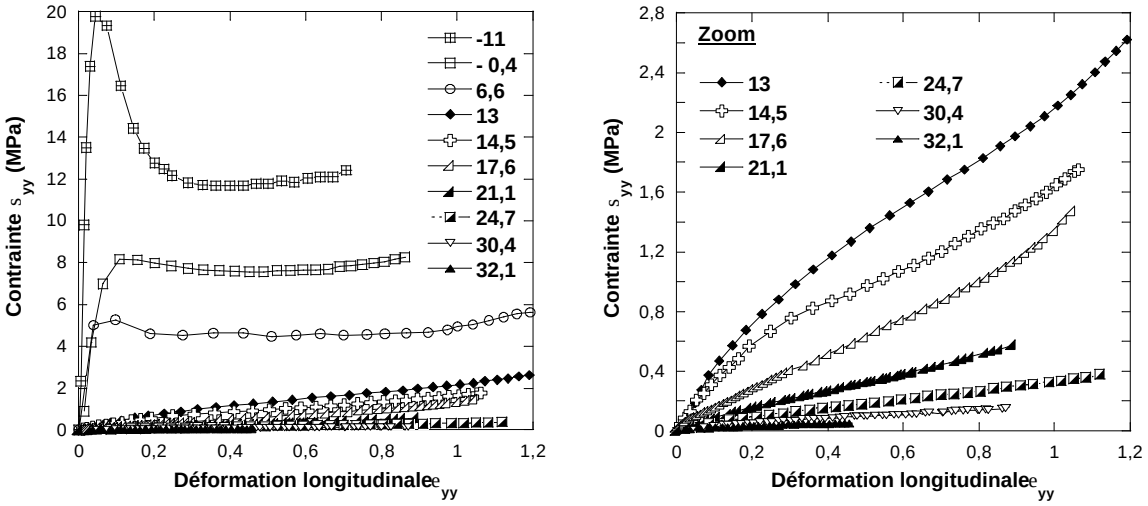


figure IV-20: Description des évolutions de comportement observées au passage et au delà de la transition vitreuse du polystyrène en terme d'écart à la transition α**.**

Le comportement intrinsèque du polystyrène apparaît bien être gouverné par ce paramètre puisque des courbes obtenues pour un même écart à la transition α à partir de couples (température-vitesse) différents se superposent de manière satisfaisante (figure IV-21).

De même, alors que l'évolution de la contrainte pour une déformation donnée (par exemple $e = 0{,}2$ sur la figure IV-22) semble totalement aléatoire lorsqu'elle est reportée soit en fonction de la vitesse, soit en fonction de la température (a), elle s'organise en une seule courbe lorsqu'elle est représentée en fonction de $T-T_\alpha$ (b).

D'une manière équivalente, on peut regrouper les effets de la vitesse et de la température via le paramètre $a_{T/T_0} \times \dot{e}$ (figure IV-22 (c)).

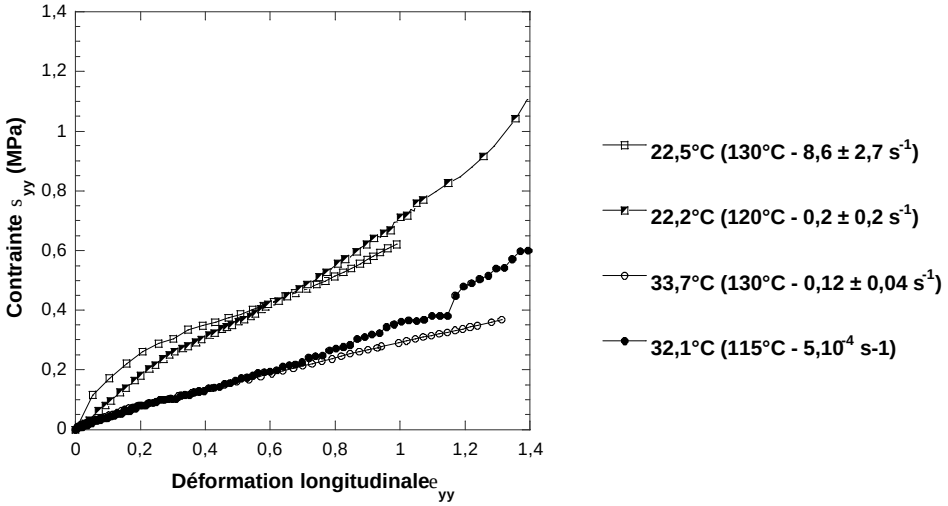


figure IV-21 : Analyse du comportement mécanique du polystyrène en grandes déformations (traction uni-axiale) à l'aide du principe d'équivalence temps-température tel qu'il a été formalisé en DMTA.

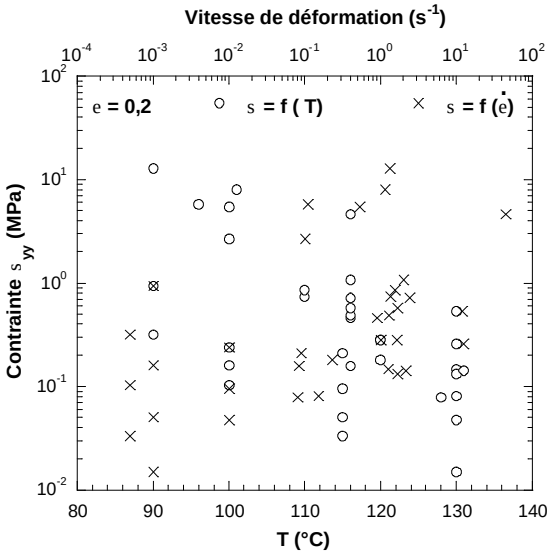
Le tableau IV-4 regroupe les valeurs du couple température et vitesse de déformation de quelques courbes expérimentales (courbes des figures IV-14 et 15), ainsi que la valeur de l'écart à la transition α recalculée par interpolation linéaire. Sont également indiquées les types de comportements observés d'après l'allure des courbes expérimentales.

T (°C)	$\dot{e}_{moyen}(s^{-1})$	T-T$_\alpha$ (°C)	Comportement
90	0,9 ± 0,4	-11 ± 2	Vitreux
101	0,9± 0,2	-0,4 ± 0,7	Vitreux
110	1± 0,2	8,5 ± 0,7	Caoutchoutique
116	29 ± 12	6,6 ± 1	Vitreux
116	2,2 ± 0,9	13 ± 1,4	Caoutchoutique
116	1,2 ± 0,4	14,5 ± 0,9	Caoutchoutique
116	0,07 ± 0,01	21,1 ± 0,5	Caoutchoutique
115	0,01	24,7	Caoutchoutique
115	0,001	30,4	Fluide
115	0,0005	32,1	Fluide
120	1,4 ± 0,5	17,6 ± 1,1	Caoutchoutique
130	0,8 ± 0,3	28,7 ± 0,9	Fluide

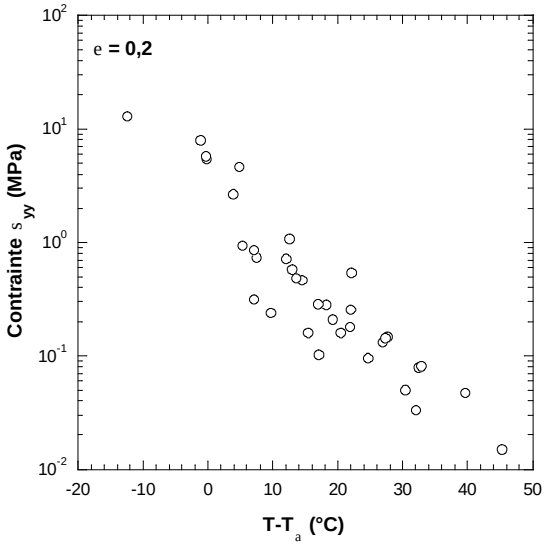
tableau IV-4 : Type de comportement macroscopique observé pour les essais de traction uni-axiale des figures IV-14 et 15 en fonction de l'écart à la température de transition a **recalculée en fonction de la vitesse de déformation.**

La transition entre les comportements « vitreux » et « caoutchoutique » se situe aux alentours de 7 °C au dessus de T$_\alpha$, le passage vers un comportement « fluide » intervenant vers T$_\alpha$ + 30 °C. Notons toutefois que cette seconde transition reste difficile à apprécier sur nos courbes, le durcissement structural du polystyrène caoutchoutique restant très modéré dans la gamme de déformation envisagée.

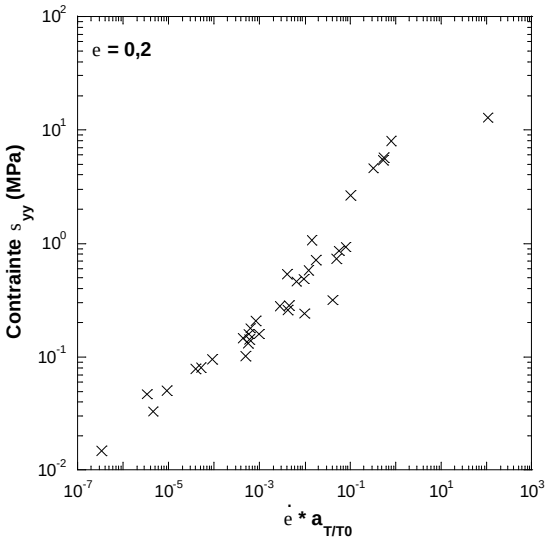
Ces valeurs d'écart à la transition α limitant les trois types de comportements observés pour nos essais de traction uni-axiale apparaissent réalistes par rapport aux évolutions du module d'élasticité obtenu en spectroscopie mécanique obtenus au Chapitre II (figure IV-23).



(a)



(b)



(c)

figure IV-22 : Evolution de la contrainte relevée pour une même déformation vraie de 0,2 sur l'ensemble des courbes expérimentales en fonction de la température ou de la vitesse de la déformation (a), de l' écart à T_a (b) ou de $a_{T/T_0} \times \dot{e}$ (c).

Rappelons que la plage maximale de formage pour le polystyrène est classiquement donnée de 130 à 180 °C. Plus habituellement, elle est réduite à 150 °C lorsqu'une assistance poinçon est utilisée. Nous avons identifié (cf. Chapitre III) des vitesses de déformation comprise entre 5 et 100 s^{-1} pour la direction longitudinale et entre 8 et 30 s^{-1} pour la direction orthoradiale.

Cela conduit donc à une variation importante de la température de transition α au cours de la mise en forme (environ 10 °C dans les zones de forte déformation). Sur toute la gamme, l'écart à la transition s'étendrait donc approximativement de 15 à 40 °C si la feuille restait isotherme. Si l'on tient compte du refroidissement, certaines zones peuvent être vitreuses ($T < T_\alpha$) dans certain cas. Cette analyse montre en outre que la gamme explorée pour notre étude rhéologique est bien pertinente par rapport au procédé.

Pour finir, notons que l'évolution de la contrainte de traction à déformation donnée a une évolution avec $a_{T/T_0} \times \dot{e}$ assez proche de celle des modules élastiques en fonction de $a_{T/T_0} \times w$ (courbes décalées d'un facteur 100 sur la figure IV-23 pour aider sa lecture). De plus, si nous traçons sur une même échelle logarithmique les évolutions pour plusieurs niveaux de déformation, les courbes se déduisent presque l'une de l'autre par translation verticale. Ce résultat indique que le matériau semble obéir de manière identique au couple (température, vitesse) en petites et en grandes déformations.

L'écart à la transition α se détache donc comme le paramètre pertinent permettant de décrire le type de comportement mécanique que présentera le mélange de polystyrène étudié en fonction des conditions de sa sollicitation.

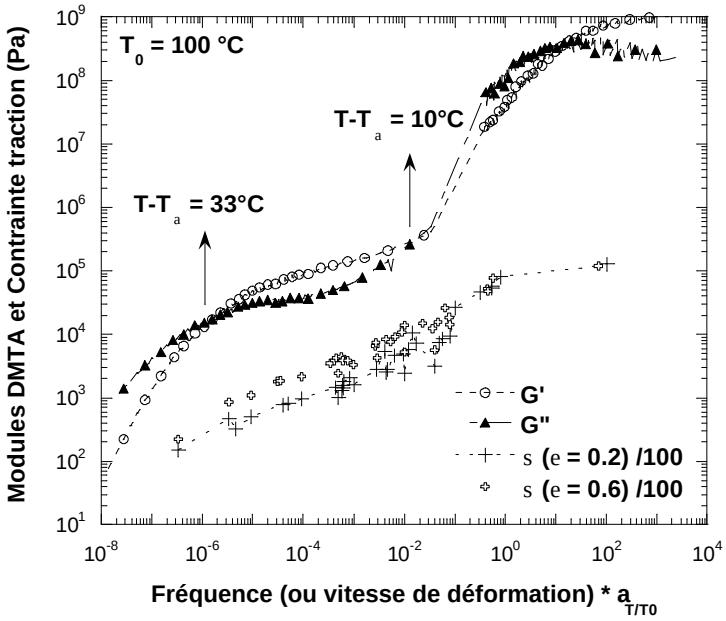


figure IV-23 : Analyse du comportement mécanique du polystyrène en petites et grandes déformations à l'aide du principe d'équivalence temps-température : Superposition sur une même abscisse (en $a_{T/T_0} \times \dot{e}$ ou en $a_{T/T_0} \times w$) de l'évolution des modules viscoélastiques G' et G'' déterminés en spectroscopie mécanique et de l'évolution de la contrainte en traction uni-axiale pour une déformation vraie de 0,2 et de 0,6.

Cette vérification du principe d'équivalence temps-température pour le polystyrène en grandes déformations a déjà été décrite par d'autres auteurs comme il a été discuté au Chapitre II [12, 13, 14]. Par contre, les résultats de la littérature se limitent généralement à des vitesses de déformation assez faibles pour une plage de température limitée, et donc à un unique type de comportement.

Nous montrons ici qu'il peut être utilisé sur une large gamme de température et de vitesse de déformation, depuis le vitreux jusqu'au fluide, sans ajustement des paramètres. Il pourrait donc être mis à profit pour décrire les évolutions importantes de comportement du polystyrène régissant sa déformation dans la plage de mise en forme par thermoformage.

IV.3. Modélisation du comportement dans la gamme du thermoformage

Une modélisation pertinente du comportement mécanique du polystyrène dans la gamme de thermoformage assisté par poinçon devrait donc permettre de reproduire la très forte évolution de comportement aux alentours de la transition α.

Pour être complet un modèle devrait donc rendre compte :
- des effets viscoélastiques (sensibilité à la vitesse),
- d'une limite élastique et d'un comportement visco-plastique endommageable au voisinage de la transition α,
- d'un comportement hyper-élastique au delà.

Généralement, l'un ou l'autre de ces aspects est favorisé au détriment des autres dans la modélisation du comportement rhéologique en thermoformage. Ainsi, trois types de modélisations se rencontrent dans la littérature : les lois hyper-élastiques, les lois viscoélastiques et les lois viscoplastiques. Ces modélisations peuvent être satisfaisantes sur une gamme limitée, correspondant à un type donné de comportement, mais ne permettent pas de décrire l'ensemble des comportements balayés.

IV.3.1. Approches existantes ; bibliographie

a) Modèles hyper-élastiques

Les modèles hyper-élastiques permettent de représenter le caractère majoritairement réversible et isochore de la déformation sur le plateau caoutchoutique.

L'état du matériau est caractérisé par un potentiel d'énergie de déformation élastique W, ne dépendant pas, par définition, de l'histoire de la déformation [15, 16, 17]. Le moteur principal de l'élasticité est la variation d'entropie liée à l'extension de la chaîne, le retour élastique observé à l'arrêt de la sollicitation correspondant à un retour à l'équilibre des chaînes. L'expression de W peut découler de réflexions phénoménologiques ou de modèles physiques visant à conceptualiser le réseau tridimensionnel du polymère et le caractère plus ou moins affine de la déformation.

L'utilisation des modèles hyper-élastiques sous-entend donc que l'on néglige la part irréversible de la déformation (pas de désenchevêtrement des chaînes) et ne permet pas de décrire les aspects visqueux de la déformation. De plus, ces approches ne portent pas en elles la double dépendance température/vitesse.

Pourtant, elles sont largement utilisées pour représenter le comportement rhéologique des polymères amorphes en thermoformage. Elles sont historiquement les premières à avoir été implémentées dans des codes de calcul, les applications concernées étant principalement le thermoformage négatif simple, sans assistance mécanique. Elles ne sont par contre pas adaptées aux polymères semi-cristallins qui sont thermoformés au voisinage de leur température de fusion.

Bien que l'on trouve des références pour l'ensemble des polymères amorphes usuellement mis en forme par thermoformage, les travaux de la littérature concernant la modélisation numérique du thermoformage par des approches hyper-élastiques traitent principalement de l'ABS (par exemple [18, 19, 20, 21, 22, 23]), le polystyrène étant peu représenté [18, 24, 25, 26]. Les

paramètres rhéologiques sont déterminés à partir d'essais uni-axiaux [27, 28, 29] ou bi-axiaux par gonflage de membrane [18, 30].

Dans le cas du polystyrène, on voit apparaître le plus souvent les modèles les plus simples, en particulier le modèle Néo-Hookéen [17] qui repose sur une description statistique gaussienne du réseau d'un élastomère idéal. Notons d'ores et déjà que la statistique gaussienne n'est plus valide aux fortes extensions, la notion d'extensibilité limite des chaînes devant alors être introduite (par exemple chaîne de Langevin) [15, 16]. De plus, les notions de nœuds de réticulation permanents et de déformation affine doivent souvent être aménagées pour modéliser les polymères non élastomères.

Le modèle Néo-Hookéen a été utilisé par Muller et collaborateurs [27] pour décrire des essais de traction uni-axiale isothermes du polystyrène, conduits à vitesse de déformation constante. Les couples (température, vitesse) pour lequel la déformation est majoritairement réversible correspondent à des écarts à T_α compris entre 23 et 37 °C, ce qui est cohérent avec notre analyse précédente. Pour une bonne reproduction du comportement expérimental (courbe à courbe), le modèle doit toutefois être aménagé (ajout d'un terme constant correspondant à une contrainte à l'origine non nulle, voir équation II–7 et figure II–19 (b)). Au prix de cet ajustement phénoménologique, l'accord modèle-expérience est satisfaisant aux grandes déformations (pour des l entre 1,5 et 7). Par contre, les faibles déformations sont de fait mal représentées. Les paramètres du modèle varient en outre avec la température et la vitesse de déformation. Pour en tenir compte, les auteurs introduisent une dépendance en vitesse de déformation au modèle (équation II–7), qu'ils relient aux paramètres physiques du réseau. La thermodépendance du comportement est, quant à elle, décrite via le principe d'équivalence temps-température (construction de courbes maîtresses en grande déformation).

Notons pour finir qu'une telle description est également envisageable dans la zone d'écoulement (T-T_α entre 41 et 61 °C), en considérant cette fois la composante réversible de la déformation, déterminée par des mesures de relaxation [27].

Des modèles phénoménologiques plus complexes, correspondant à des formulations élargies du potentiel d'énergie de déformation, lui sont fréquemment préférés. Ils ne reposent pas sur une modélisation physique, et sont plus ou moins élaborés selon le degré de reproduction du comportement expérimental souhaité. Les plus fréquents sont les modèles de Mooney-Rivlin [17] et d'Ogden [17, 31]. L'analyse du comportement du polystyrène avec des modèles phénoménologiques (Mooney-Rivlin [27] ou d'Ogden [29]) permet dans certains cas d'améliorer la reproduction des courbes expérimentales, condition par condition, mais au prix d'une multiplication des paramètres qui évoluent toujours avec la température et la vitesse de déformation.

Ces travaux soulignent donc la nécessité d'une adaptation des approches hyper-élastiques existantes pour rendre compte des effets de la température et de la vitesse de déformation, le point faible de ces approches étant la non-dépendance postulée à l'histoire de la déformation.

En outre, l'analyse de ces résultats expérimentaux [27, 28, 29] en terme d'écart à la transition α permet de conforter notre analyse précédente. En effet, pour un même PS, une évolution cohérente de la contrainte peut être mise en évidence en fonction de ce paramètre.

En contexte numérique, l'évolution des paramètres rhéologiques avec la vitesse de déformation n'est généralement pas prise en compte. Par contre, leur évolution avec la température est dans certains cas intégrée via des relations semi-empiriques [18, 19, 21, 22, 23]. Malgré tout, des reproductions assez satisfaisantes des épaisseurs finales peuvent être obtenues avec de tels

modèles lors de la simulation numérique du thermoformage sans assistance mécanique (15 à 30% pour le PS [18]).

Concernant le cas d'une assistance mécanique, ces modèles s'avèrent peu satisfaisants si le calcul est isotherme comme l'ont montré Lappin et collaborateurs [24, 25, 26]. Pour représenter les effets thermiques sous le poinçon, ces auteurs ont utilisé un fort coefficient de frottement. Cependant, le calcul isotherme prévoit un retour élastique instantané des hétérogénéités d'épaisseur induites lors du poinçonnage pendant le soufflage. Ceci a pour effet de « gommer » l'effet du poinçon, le calcul conduisant à la même répartition d'épaisseur finale que s'il n'y avait pas eu d'assistance mécanique. Ces résultats soulignent donc l'importance d'une prise en compte du couplage thermique-rhéologie.

b) Modèles viscoélastiques.

Afin de rendre compte des effets viscoélastiques clairement existant en thermoformage, des modèles à intégrale mémoire peuvent être utilisés. Ils décrivent la dépendance de la contrainte observée à un instant t à l'histoire de la déformation (somme des contributions élémentaires à la contrainte des temps passés) [32, 33].

Le modèle à la base de la plupart des modèles viscoélastiques intégraux est le modèle de Lodge. Il s'appuie sur la théorie de l'élasticité caoutchoutique (statistique gaussienne) mais en introduisant la notion de mobilité et de désenchevêtrement des chaînes (durée de vie des points de réticulation) pour tenir compte des caractéristiques visqueuses de la déformation [32].

Le modèle développé par Kaye, Bernstein et Zapas (K-BKZ) est largement utilisé pour la simulation numérique du thermoformage, y compris dans le cas d'une assistance poinçon [24, 26 34, 35, 36, 23, 37, 38, 39]. Concernant le polystyrène, on peut citer principalement les travaux de Laroche et collaborateurs avec [38, 39] et sans poinçon [23, 37] et de Kouba et collaborateurs [35, 40].

Ce modèle introduit un degré de liberté supplémentaire au modèle de Lodge via une fonction d'amortissement phénoménologique permettant de décrire la non-linéarité de la déformation. Plusieurs formes ont été proposées pour cette fonction d'amortissement [32, 33]. Quelle que soit l'expression mathématique choisie, elle tend vers 1 lorsque la déformation est faible (viscoélasticité linéaire) et décroît pour les grandes déformations. Elle permet donc de représenter un certain adoucissement de la contrainte en grandes déformations.

L'identification des paramètres de ces modèles est classiquement réalisée en rhéométrie classique (détermination du spectre de relaxation). Cette procédure suppose donc de manière implicite que l'on puisse extrapoler le comportement du matériau déterminé en petites déformations aux grandes déformations. Ce point a été vérifié par St Martin et collaborateurs [29] pour le polystyrène et ressort également de notre analyse. Ces auteurs indiquent en effet un bon accord entre un modèle de Lodge et le comportement expérimental en traction uni-axiale d'un polystyrène choc caoutchoutique à proximité de sa zone d'écoulement (entre 140 et 180 °C pour des vitesses de déformation entre 1 et 10 s^{-1}) sans ajustement supplémentaire des paramètres rhéologiques (écarts inférieurs à 15 % pour des déformations inférieures à 1 et jusqu'à 30 % au-delà).

Pour le modèle de K-BKZ, les paramètres de la fonction d'amortissement sont ensuite ajustés pour reproduire le comportement du matériau en grande déformation, par exemple à partir d'essais d'impact multi-axial [24]. Des identifications s'appuyant sur une méthodologie inverse

à partir d'essais d'impact multi-axial en grandes déformations ont également été décrites [34, 35, 36].

Ces modèles décrivent un matériau proche de l'écoulement, et peuvent être appliqués aussi bien aux amorphes qu'aux semi-cristallins mis en forme à proximité de leur température de fusion. Ils permettent de prendre en compte la dépendance à la vitesse de déformation du comportement et peuvent facilement intégrer sa thermodépendance. Celle-ci peut directement être introduite dans ces modèles via une équivalence temps-température qui est implicitement étendue aux grandes déformations. Elle consiste à décrire la dépendance en température des temps de relaxation, généralement via une loi WLF [37, 38 pour le PS].

Par contre, la validité de ces modèles est limitée au plateau caoutchoutique et à la zone d'écoulement. Ils s'avèrent donc bien adaptés au cas des semi-cristallins, thermoformés au voisinage de leur température de fusion, mais ne sont pas entièrement satisfaisants dans le cas des amorphes, et en particulier du polystyrène, lorsqu'un poinçon est utilisé.

c) Modèles viscoplastiques

Une troisième alternative est décrite dans la littérature et consiste à utiliser des modèles phénoménologiques de type viscoplastique. En effet, s'ils ne sont pas représentatifs de l'ensemble du comportement du polystyrène en thermoformage, ces modèles permettent une bonne description des courbes expérimentales et une prise en compte de l'évolution de la contrainte avec la température et la vitesse lors de chargements monotones.

Cette approche est basée sur les travaux de G'Sell et Jonas [41, 42]. Ces auteurs ont en effet montré que les principales caractéristiques du comportement des polymères solides pouvaient être représentées de manière satisfaisante par une loi phénoménologique multiplicative de type viscoplastique.
Le comportement du matériau est supposé isotrope, homogène et obéissant à la loi d'écoulement de von Mises. Dans ce cadre, le comportement macroscopique est représenté par l'évolution de la contrainte équivalente $\bar{s}$ en fonction de la température T, de la vitesse de déformation généralisée $\dot{\bar{e}}$ et de la déformation cumulée $\bar{e} = \int \dot{\bar{e}} dt$. Une hypothèse de base de ce formalisme est de considérer que l'on peut exprimer de manière disjointe les influences de ces trois paramètres (équation IV.4) :

$$\bar{s}(\bar{e}, \dot{\bar{e}}, T) = K(T) \times f(\bar{e}) \times \dot{\bar{e}}^{m} \qquad \text{(IV.4)}$$

La sensibilité du comportement à la vitesse de sollicitation est représentée par une loi puissance et caractérisée par le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation m. La dépendance en température s'exprime au travers d'un terme de consistance via une loi d'Arrhénius (équation IV.5). Enfin, la dépendance de la contrainte avec la déformation est décrite par le produit de trois termes : un terme $V(\bar{e})$, modélisant la croissance de la contrainte aux faibles déformations, un terme $C(\bar{e})$ permettant de prendre en compte un éventuel crochet de contrainte et un terme $H(\bar{e})$ décrivant le durcissement structural du matériau en grande déformation (équation IV.5). L'équation complète comporte donc 7 paramètres rhéologiques à identifier.

$$K(T) = K_0 \exp(-\frac{A}{T}) \text{ et } f(\bar{e}) = V(\bar{e}) \times C(\bar{e}) \times H(\bar{e})$$
$$\text{avec } V(\bar{e}) = (1 - \exp(-w\bar{e})),\ C(\bar{e}) = (1 + a \times \exp(-b\bar{e})) \text{ et } H(\bar{e}) = \exp(h\bar{e}^{2}) \qquad \text{(IV.5)}$$

Le paramètre w contrôle la phase initiale de la déformation (figure IV-24). Le terme $H(\bar{e})$ est égal à 1 aux faibles déformations et commence à s'exprimer pour des déformations moyennes, en fonction de la valeur du coefficient de durcissement h. Il est à noter que les termes V et H ne sont réellement découplés mathématiquement que lorsque w reste fort. Ceci restreint donc l'utilisation au cas où le matériau présente un module élastique suffisamment élevé. Dans le cas d'un comportement caoutchoutique avec un module faible ce formalisme devient difficile à utiliser, les interactions entre V et H rendant l'identification des paramètres délicates.
Le produit avec le terme supplémentaire $C(\bar{e})$ permet enfin de reproduire un éventuel crochet (figure IV-24).

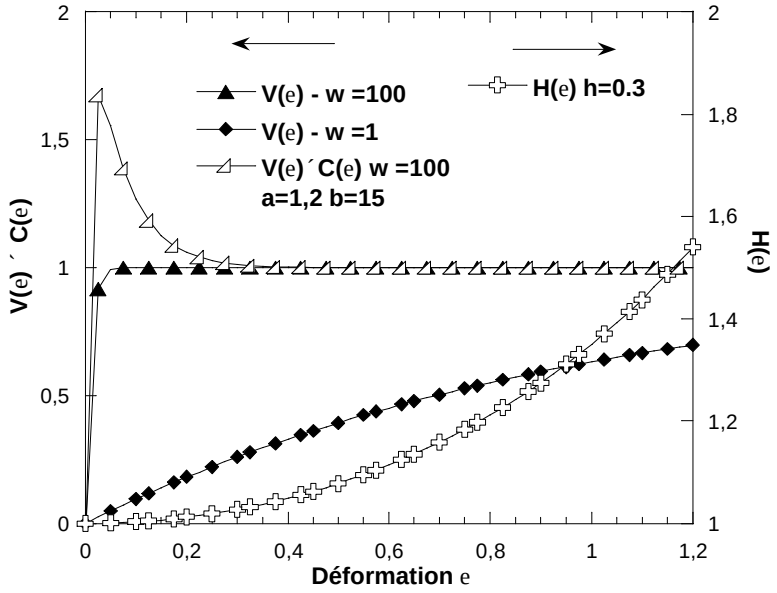


figure IV-24 : Représentation schématique de l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation de la loi de G'Sell-Jonas : contribution du terme viscoélastique selon la valeur de w et du terme de durcissement structural.

Malgré son manque de justification physique dans le cas du thermoformage, cette loi de comportement viscoplastique permet donc de représenter l'ensemble des comportements rencontrés, du vitreux au caoutchoutique. De par sa relative simplicité, elle reste une solution pragmatique permettant de reproduire le comportement des polymères dans leur plage de thermoformage.

Vantal et collaborateurs [43, 44] l'ont utilisé pour modéliser le thermoformage du polystyrène, avec ou sans assistance poinçon. Ces auteurs identifient les paramètres de la loi à partir d'essais de traction uni-axiale à basse vitesse (entre 10^{-4} et 10^{-2} s^{-1}) entre 110 et 140 °C.
Leur étude indique que l'on ne peut pas définir un unique jeu de paramètres pour toute la gamme du thermoformage, les paramètres m et h évoluant avec la température. Ses effets ne paraissent donc pas pouvoir être regroupés dans le seul paramètre de consistance comme le prévoit le modèle.

Il a également été montré que la pertinence de cette loi pour représenter le comportement en thermoformage était fortement dépendante de la méthode d'identification des paramètres rhéologiques. Ainsi, les travaux de Billon et collaborateurs [45, 46] ont montré que la prédiction des répartitions d'épaisseurs dans le cadre du thermoformage assisté par poinçon du polystyrène était sensiblement meilleure si l'identification des paramètres était réalisée au plus près du procédé. Ces travaux reposent sur une méthodologie d'identification par analyse inverse [2] à partir d'essais d'impact multi-axiaux réalisés entre 70 et 130 °C pour des vitesses d'impact

représentatives du procédé. Les paramètres identifiés en traction, utilisés comme points de départ de l'identification, sont ainsi optimisés pour permettre de mieux représenter les modes et les vitesses de sollicitation du procédé.

On peut également citer les travaux de Sala et collaborateurs qui considèrent une loi de G'Sell sans durcissement pour modéliser le thermoformage positif avec pré-étirage pneumatique d'un polystyrène choc pour former des cuves de réfrigérateur [47]. En dressant une comparaison entre cette forme simplifiée de la loi et un modèle de Maxwell non linéaire (amortisseur vérifiant une loi puissance), ces auteurs la réécrivent pour une sollicitation en cisaillement. Les paramètres rhéologiques du modèle sont identifiés en rhéométrie de cisaillement entre 130 et 180 °C puis convertis (sous hypothèse que la loi de Trouton s'applique) pour une sollicitation en traction. Cette procédure permet à ces auteurs d'éviter la réalisation d'essais de traction, difficiles à ces températures. Sa validité a été vérifiée a posteriori sur des essais de traction uni-axiale à 140 et 150 °C. Les paramètres ainsi identifiés varient également avec la température, et une dépendance supplémentaire du paramètre w avec la fréquence de sollicitation a été relevée. Des relations semi-empiriques ont été proposées pour représenter ces évolutions.

d) Conclusions

La modélisation rhéologique complète du thermoformage des polymères amorphes reste donc à l'heure actuelle un problème ouvert du fait de la difficulté à représenter les évolutions de comportement observées, du fluide au vitreux, et le passage d'un comportement à un autre via la double dépendance température/vitesse [48].

Les lois de comportement de type hyper-élastiques représentent de manière satisfaisante le comportement sur le plateau caoutchoutique mais ne permettent pas de représenter la sensibilité au couple (température, vitesse). Les modèles viscoélastiques, et en particulier le modèle de K-BKZ, permettent de décrire cette double évolution mais s'avèrent limités à un comportement caoutchoutique proche de l'écoulement. Ils sont donc mal adaptés aux amorphes mis en forme à proximité de T_α.

Partant de ce constat, nous avons privilégié une troisième approche de type viscoplastique qui, si elle reste phénoménologique, permet de prendre en compte les différents types de comportement balayés dans notre gamme expérimentale. Elle nous permettra en outre d'utiliser les moyens d'analyse inverse disponibles au laboratoire [2] (basés sur un formalisme général de Norton Hoff) afin d'optimiser les paramètres rhéologiques dans des conditions plus représentatives du procédé (Chapitres V et VI).
Notre objectif principal sera de valider qualitativement la nécessité d'une prise en compte de la thermodépendance et de la dépendance en vitesse et la possibilité d'une description couplée.

Notons, pour finir, que quelques modèles phénoménologiques hybrides (vitreux-caoutchoutique) sont actuellement développés afin de représenter le comportement sur une gamme élargie et en particulier pour tenir compte de la rigidification du matériau observée au voisinage de T_α [49, 50].

IV.3.2. Approche phénoménologique viscoplastique proposée

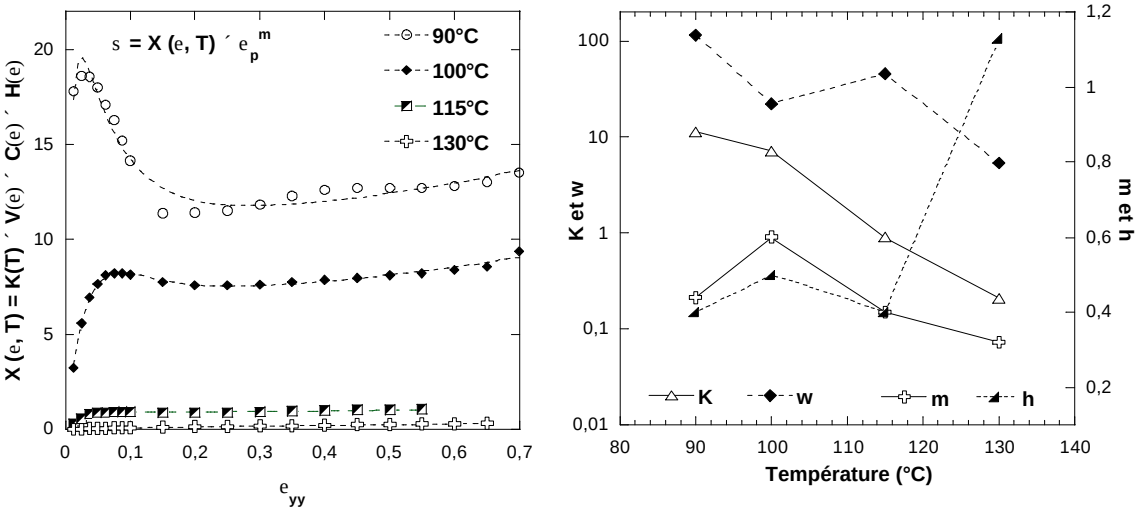
Nous utilisons dans cette partie un formalisme phénoménologique viscoplastique pour représenter les évolutions de comportement intrinsèque mises en évidence en traction uni-axiale. Toutes les courbes expérimentales présentées figure IV-7 sont intégrées à cette analyse. Le

formalisme de G'Sell-Jonas décrit au paragraphe IV.3.1.c) a tout d'abord été utilisé pour juger de sa capacité à reproduire nos courbes expérimentales.

a) Loi de G'Sell-Jonas

Les paramètres de la loi (équation IV.5) sont identifiés un à un. L'évolution des déformations au cours du temps nous permet tout d'abord d'estimer la vitesse de sollicitation instantanée (après lissage polynomial). Le paramètre m est ensuite identifié température par température et résulte d'une moyenne sur toute la gamme de déformation (tableau IV-5). Il est à noter que le coefficient m pourrait être dépendant de la déformation en dessous de 130 °C. Nous choisissons cependant de ne pas « sur-complexifier » le formalisme en prenant une valeur moyenne pour m.

Le paramètre m étant posé pour chaque température, les autres paramètres sont identifiés simultanément via une optimisation par la méthode des moindres carrés (figure IV-25 (a)). Les paramètres identifiés sont regroupés dans le tableau IV-5, le terme de crochet n'étant nécessaire qu'à basse température (90 et 100 °C). Les facteurs de régression R², également présentés dans le tableau IV-5, sont compris entre 0,94 et 0,99.



(a) (b)

figure IV-25 : Identification des paramètres de la loi de G'Sell-Jonas pour quatre températures à partir des essais de traction uni-axiale (a) et évolution des paramètres identifiés avec la température (b).

T (°C)	90	100	115	130
K (Mpa.s^m)	11,2	7,4	0,9	0,21
m	0,44	0,6	0,4	0,32
w	115	22	45	5,3
h	0,4	0,5	0,4	1,13
a	1,2	1,2		
b	15	15		
R²	0,99	0,96	0,94	0,99

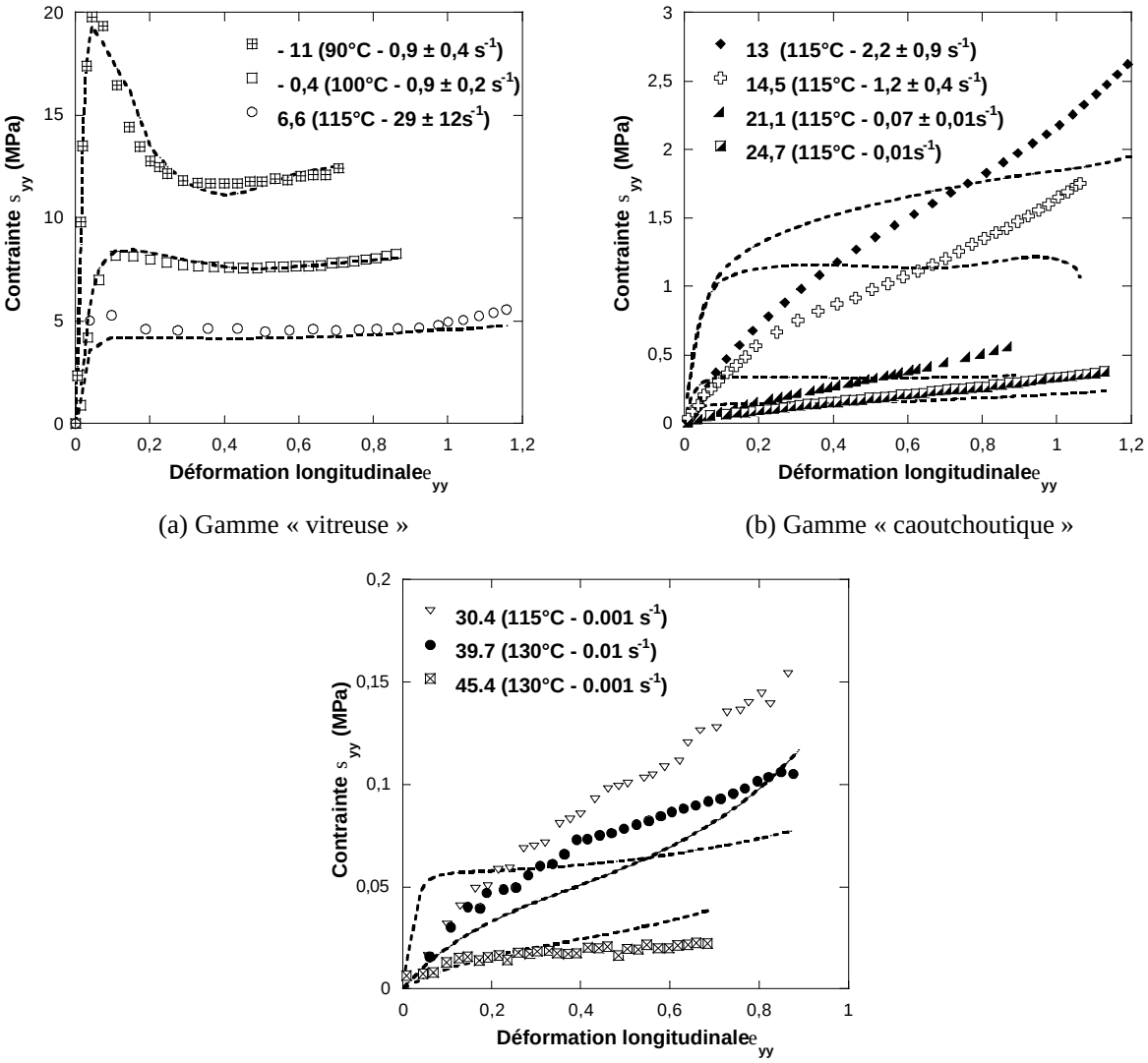
tableau IV-5 : Paramètres de la loi de G'Sell-Jonas.

Cette loi ne permet donc pas de représenter le comportement du PS sur toute la gamme expérimentale explorée avec un unique jeu de paramètre, ce qui rejoint d'autres travaux de la

littérature [43, 47]. En outre, les paramètres évoluent de manière non simple avec la température (figure IV-25 (b)) et les représenter par une fonction mathématique demanderait d'introduire de nombreux paramètres supplémentaires pour inter(extra)poler nos mesures à d'autres conditions.

Certains travaux antérieurs rendent compte de l'évolution avec la température des paramètres sans crochet, entre 110 et 140 °C [43] ou entre 130 et 180 °C [47]. Ces travaux mettent en évidence une croissance de m (de 0,3 à 0,8) et une décroissance de K (de 2,7 à 0,05 Mpa.s^m) avec la température. En outre, w apparaît décroissant avec la température (et croissant avec $\dot{e}$) d'après [47] (entre 1 et 100), ainsi que h (entre 0,5 et 0,1) d'après [43].

Dans notre cas, l'évolution (figure IV-25) semble plus complexe. Il serait toutefois très dangereux de pousser trop loin ces comparaisons et discussions. En effet, l'identification des paramètres est délicate et les solutions sont loin d'être uniques et dépendent du protocole d'identification. Par contre, l'ordre de grandeur des paramètres identifiés reste cohérent avec les résultats de la littérature [43, 47].



(a) Gamme « vitreuse »

(b) Gamme « caoutchoutique »

(c) Gamme « fluide »

figure IV-26 : Reproduction du comportement intrinsèque en traction uni-axiale pour différentes températures et vitesses de déformation : les symboles représentent les points expérimentaux et les lignes discontinues les courbes identifiées avec la loi de G'Sell-Jonas.

Concernant le coefficient w, l'adjonction d'un terme supplémentaire représentant le crochet de contrainte aux plus basses températures perturbe probablement sa valeur et pourrait expliquer la rupture de pente observée entre 100 et 115 °C. L'évolution de ce paramètre apparaît cependant plutôt décroissante avec l'augmentation de température, ce qui nous permet de représenter la diminution de la rigidité initiale de l'échantillon et rejoint les résultats de [47].

Les effets de la température ne peuvent pas être isolés dans le seul facteur de consistance, même si celui-ci peut être décrit par une loi d'Arrhenius (équation IV.6):

$$K(T) = 2{,}35 \times 10^{-5} \times \exp(1212 / T) \qquad \text{(IV.6)}$$

Le point essentiel au vu de cette analyse est que les effets de la température, de la vitesse et de la déformation ne peuvent pas être exprimés de manière indépendante simple. Cela ne semble pas étonnant compte-tenu de nos résultats expérimentaux.

Cette identification donne de bon résultats dans la gamme « vitreuse » (figure IV-26 (a)) mais le modèle échoue à reproduire le comportement du polystyrène « caoutchoutique » (figure IV-26 (b)) et « fluide » (figure IV-26 (c)). Le niveau de contrainte est à peu près représenté mais les courbes reproduites par le modèle ne correspondent pas aux évolutions expérimentales.

Il est donc clair que cette loi ne peut reproduire la grande évolution de comportement aux alentours de la transition. Il apparaît en fait artificiel de séparer les effets de la température et de la vitesse qui, nous l'avons montré, sont couplés.

Nous proposons donc dans la suite un modèle phénoménologique regroupant les effets de la température et de la vitesse en un paramètre unique en utilisant le principe d'équivalence temps-température.

b) Application du principe d'équivalence temps-température

Nous ne présentons qu'un résultat de faisabilité, permettant de juger de l'apport d'une telle analyse couplée [48]. Deux formalismes sont envisageables selon que le paramètre rhéologique est l'écart à la transition α ou $a_{T/T_0} \times \dot{e}$.

- ***Analyse en (T-T$_a$)***

Comme il a été dit précédemment, l'évolution de la contrainte pour une déformation donnée (par exemple $e = 0{,}2$ et 0,6 sur la figure IV-27 (a)) s'organise de manière cohérente lorsqu'elle est représentée en fonction de T-T$_\alpha$. En première approximation elle peut être décrite, pour chaque taux de déformation, par une exponentielle (figure IV-27 (b) pour $e = 0{,}2$).

En partant de cette observation, une loi phénoménologique simple peut être proposée (équation IV.7) :

$$s = K(e) \times \exp(b(e) \times (T - T_a)) \qquad \text{(IV.7)}$$

L'identification des paramètres est réalisée à partir des couples $(s, \dot{e})$, relevés pour différentes déformations, en traçant l'évolution de la contrainte en fonction de T-T$_\alpha$ (figure IV-27 (b)). Les couples (K, β) ainsi obtenus présentent une évolution cohérente avec la déformation (figure IV-28).

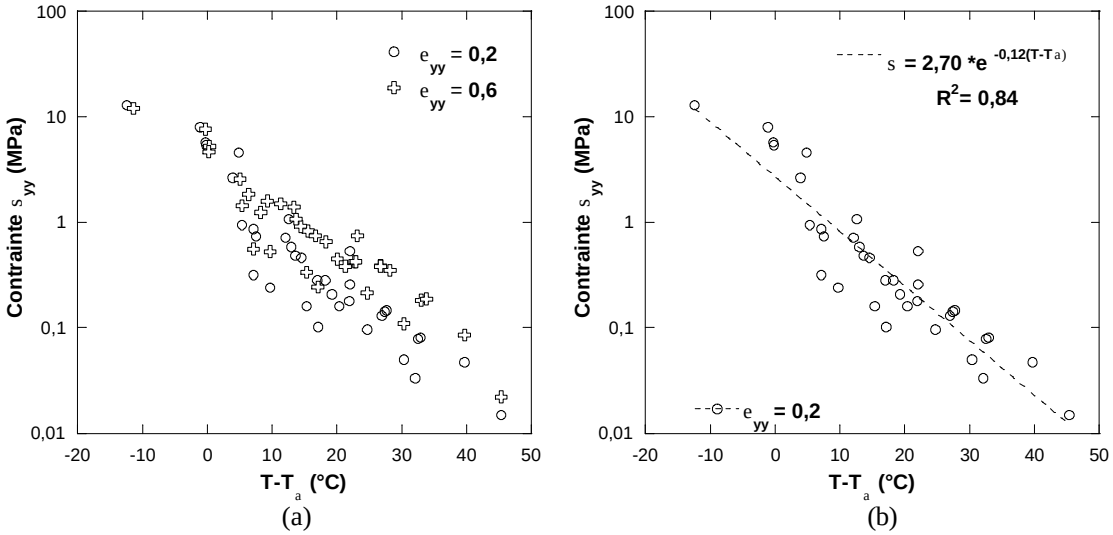


figure IV-27 : Evolution de la contrainte en fonction de T-T$_a$ pour différentes déformations (0,2 et 0,6) (a) et ajustement de la contrainte pour e **=0,2 avec une loi exponentielle (b).**

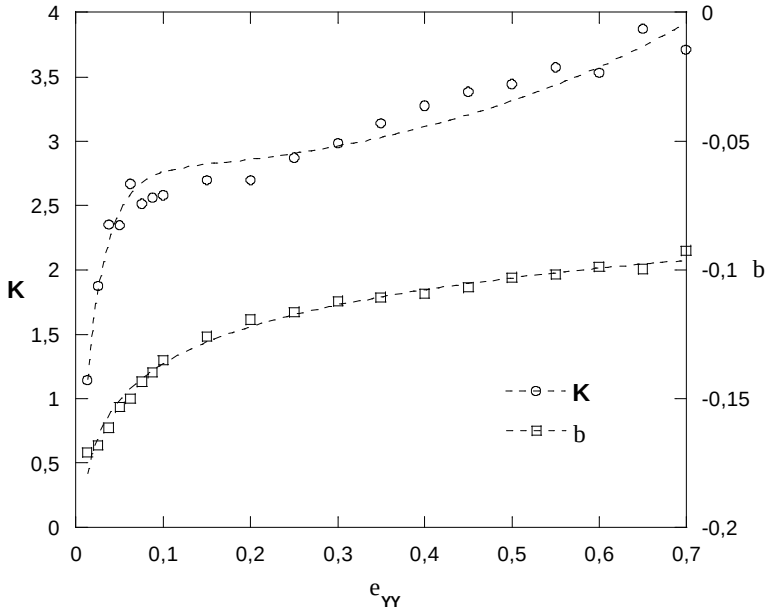


figure IV-28 : Identification des paramètres de la loi phénoménologique simplifiée : évolution de K et de b **avec la déformation (symboles) et description de ces évolutions (lignes discontinues).**

Le facteur pré-exponentiel K peut être décrit avec un formalisme multiplicatif proche de celui de G'Sell-Jonas [41, 42] (équation IV.8).

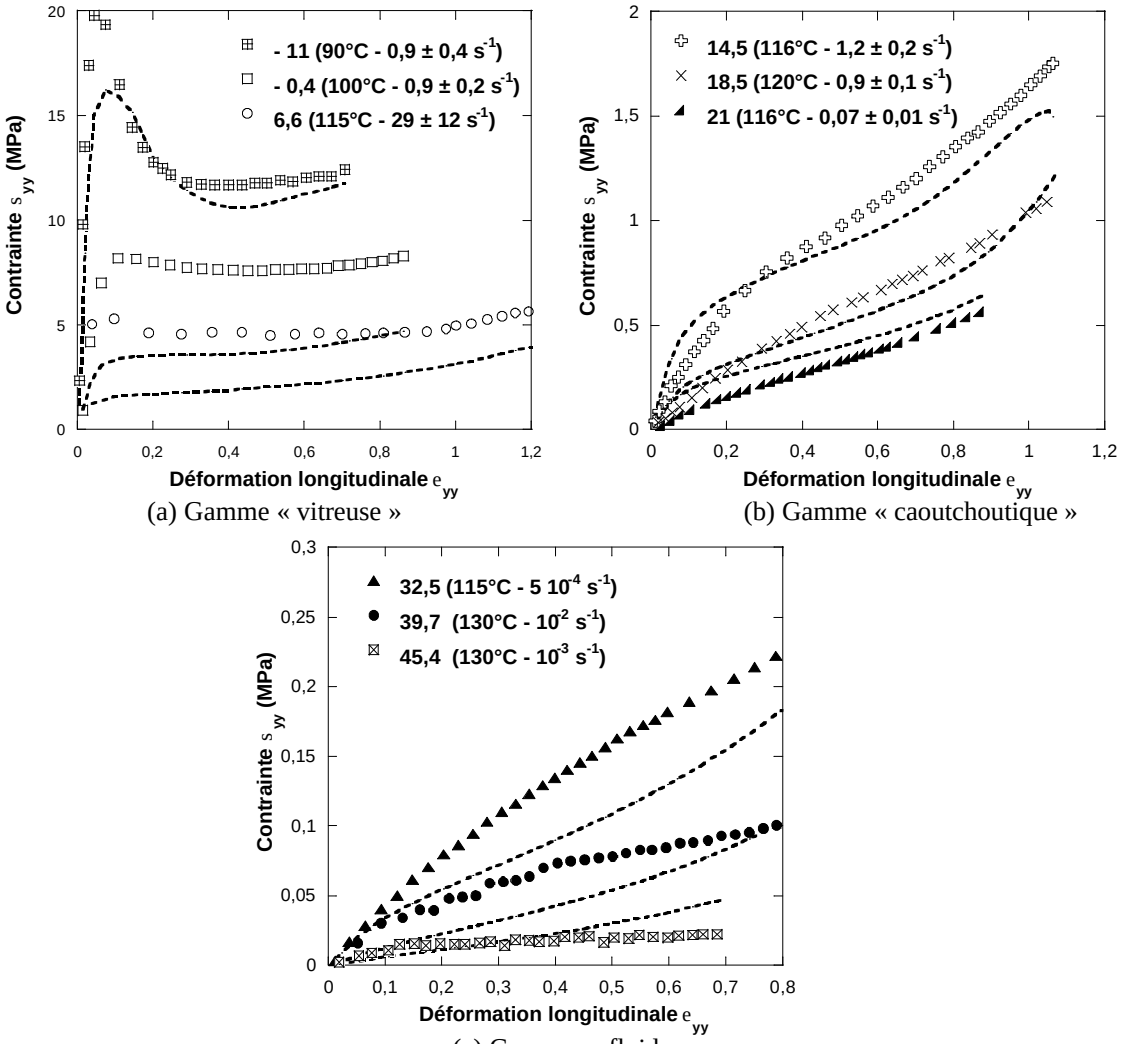
$$K(\varepsilon) = K_0 \times (1 - \exp(-we)) \times \exp(he^2)$$
$$\text{avec } K_0 = 2{,}78,\ w = 42 \text{ et } h = 0{,}7 \qquad R^2 = 0{,}96 \qquad \text{(IV.8)}$$

Les évolutions de β peuvent être représentées par un logarithme népérien bien que ce formalisme introduise une branche infinie lorsque la déformation est nulle (équation IV.9). En contexte numérique, une régularisation des déformations pourra être envisagée pour l'éviter.

$$b(e) = a + b \times \ln(e)$$

avec a = -0,09 et b = 0,02 $R^2 = 0,99$ (IV.9)

Ce formalisme simplifié ne nécessite plus qu'un unique jeu de cinq paramètres et donne d'assez bons résultats pour reproduire les évolutions de contrainte observées en traction uni-axiale (figure IV-29).



(a) Gamme « vitreuse » (b) Gamme « caoutchoutique »

(c) Gamme « fluide »

figure IV-29 : Reproduction du comportement intrinsèque en traction uni-axiale pour différentes températures et vitesses de déformation : les symboles représentent les points expérimentaux et les lignes discontinues les courbes identifiées avec la loi phénoménologique $s = K\exp(T - T_a)$ **.**

La reproduction des courbes n'est bien sûr pas parfaite mais elle est satisfaisante dans les gammes caoutchoutique et fluide. Par contre, le comportement dans la gamme vitreuse n'est que passablement reproduit. Cependant, la forte rigidification du matériau intervenant à proximité de la transition α est bien représentée, ce qui peut être suffisant pour décrire la localisation de la déformation dans les zones restées « plus chaudes ».

Notons, pour finir, qu'il est possible de réécrire cette loi en introduisant l'évolution de T_α avec la vitesse de déformation (équation II.4) et ainsi aboutir à une loi de type Norton-Hoff. Cette

formulation est directement utilisable dans les codes de calculs viscoplastiques disponibles au laboratoire (équation IV.10) :

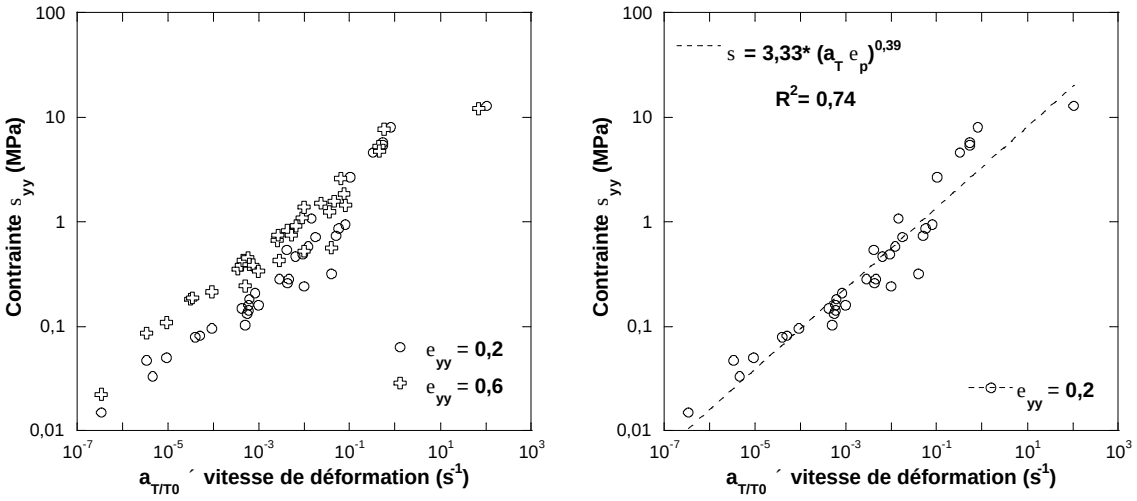
$$s = K'(T,e) \times \dot{e}^{\,m'(e)}$$
$$\text{avec } K'(\varepsilon,T) = K(\varepsilon) \times \exp(\beta(\varepsilon) \times (T - 101{,}75)) \text{ et } m'(e) = -2{,}48 \times b(e) \qquad \text{(IV.10)}$$

Ce formalisme simple constitue donc une solution phénoménologique permettant de représenter de manière physique les effets couplés de la température et de la vitesse. Il nous permettra de juger de l'apport d'une telle description couplée dans un contexte numérique de thermoformage, justifiant ainsi les efforts ultérieurs de modélisation. Par contre, il demande à être complété d'une analyse plus physique du comportement.

- ***Analyse en*** $a_{T/T_0} \times \dot{e}$

Une analyse similaire peut être conduite à partir du paramètre $a_{T/T_0} \times \dot{e}$, qui permet également de décrire de manière unifiée les évolutions de contrainte de l'ensemble de notre gamme expérimentale (figure IV-30 (a)). Une modélisation simple de cette évolution peut être proposée via une loi puissance (figure IV-30 (b) et équation IV.11) :

$$s = K(e) \times (a_T \times \dot{e})^m \qquad \text{(IV.11)}$$



(a) (b)

figure IV-30 : Evolution de la contrainte en fonction de $a_{T/T_0} \times \dot{e}$ pour différentes déformations (0,2 et 0,6) (a) et ajustement de la contrainte pour e **= 0,2 avec une loi puissance (b).**

Comme précédemment, l'identification des paramètres (K, m) est réalisée pour différents taux de déformation, ce qui permet ensuite de décrire leur évolution avec ce paramètre (figure IV-31).

Les formalismes utilisés pour K (équation IV.12) et m (équation IV.13) sont proches de ceux utilisés dans l'analyse en ($T-T_\alpha$), et, mettent en jeu 5 paramètres au total. Notons que comme le paramètre β, le paramètre m présente une branche infinie lorsque $e \to 0$.

$$K(\varepsilon) = K_0\left[(1-\exp(-we))\times\exp(he^2)\right]$$
avec $K_0 = 3{,}4$; $w = 47$ et $h = 0{,}74$ $R^2 = 0{,}95$ (IV.12)

$$m(e) = a + b\times\ln(e)$$
avec a = 0,3 et b = -0,06 $R^2 = 0{,}99$ (IV.13)

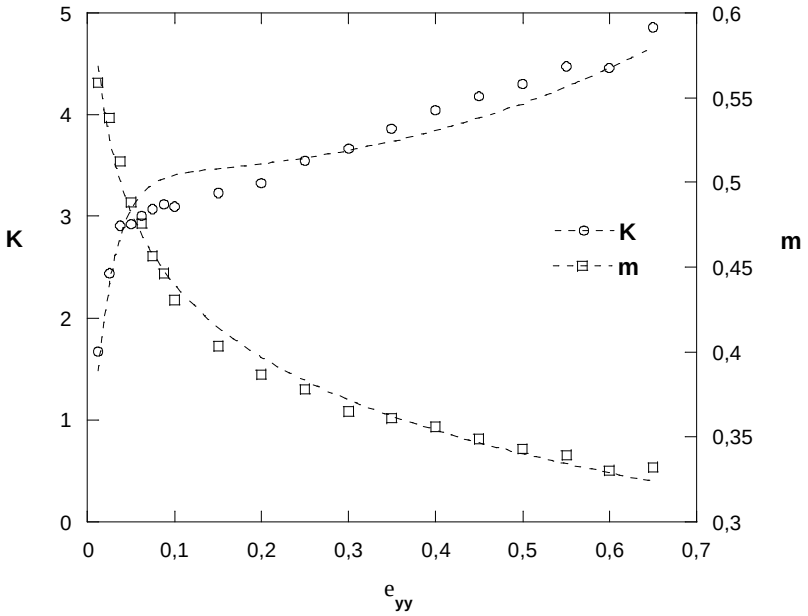


figure IV-31 : Identification des paramètres de la loi phénoménologique simplifiée : évolution de K et de m avec la déformation (symboles) et description de ces évolutions (lignes discontinues).

La qualité de la reproduction des courbes expérimentales avec ce formalisme (figure IV-32) est du même ordre qu'avec le formalisme en ($T-T_\alpha$). La rigidification prévue au passage de la transition α apparaît toutefois plus sévère. Ce formalisme vérifie directement une écriture de type Norton-Hoff et peut donc être implémenté en l'état dans les codes de calculs viscoplastiques du laboratoire.

IV.3.3. Conclusions

Le polystyrène mis en forme par thermoformage assisté par poinçon est donc un solide caoutchoutique fortement viscoélastique subissant une importante rigidification à proximité de la transition α.

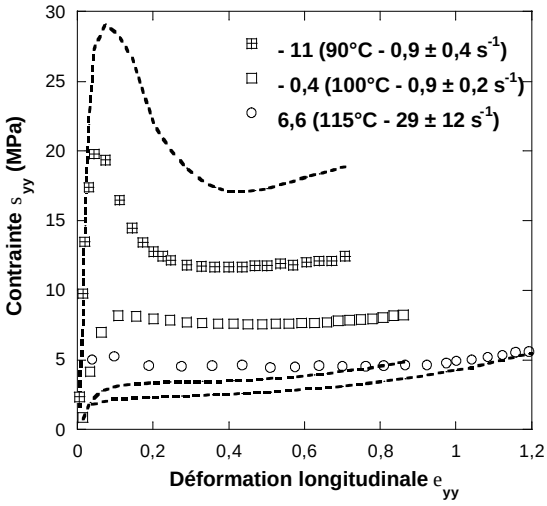
La modélisation physique de la rhéologie d'un tel matériau reste un problème ouvert et relèverait d'une modélisation hyper-viscoélastique. Nous avons montré que l'introduction du principe d'équivalence temps-température dans les modèles était une voie intéressante permettant de représenter les évolutions de comportement du matériau en fonction du couple (température, vitesse de déformation).

Nous avons testé la pertinence d'une telle description via des modèles phénoménologiques de type viscoplastique, utilisant soit l'écart à la transition α, soit $a_{T/T_0}\times\dot{e}$. Bien que non représentatifs de l'ensemble des phénomènes physiques mis en jeu, ces modèles simples

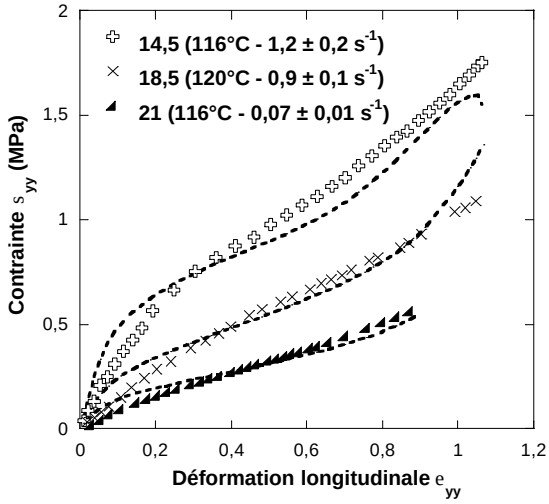
permettent, via un unique jeu de 5 paramètres, de représenter de manière satisfaisante le comportement en traction. En particulier l'évolution progressive du comportement dans notre gamme expérimentale, du fluide au vitreux, peut être décrit y compris la rigidification du matériau observée au voisinage de T_α.

De part leur simplicité, ces approches représentent une solution intéressante à court terme pour modéliser le thermoformage assisté par poinçon, que nous testerons au Chapitre VI. En outre, la simulation préalable des essais de poinçonnement permettra l'optimisation des paramètres rhéologiques de la loi dans des conditions plus représentatives du procédé, ce qui devrait permettre d'améliorer les résultats des simulations.

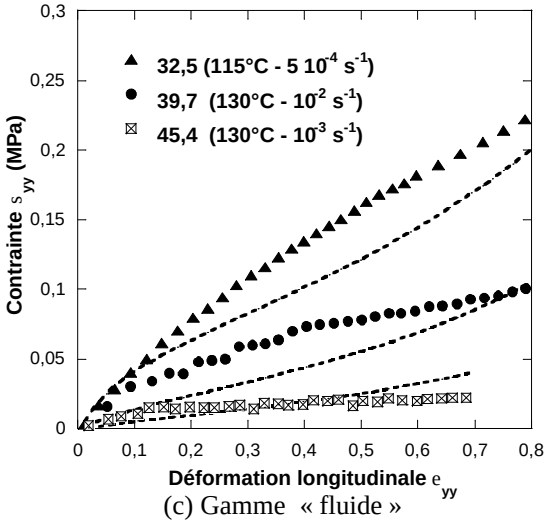
Par contre, ces modèles devront être complétés d'une analyse plus physique du comportement, qui dépasserait le cadre de cette étude.



(a) Gamme « vitreuse »



(b) Gamme « caoutchoutique »



(c) Gamme « fluide »

figure IV-32 : Reproduction du comportement intrinsèque en traction uni-axiale pour différentes températures et vitesses de déformation : les symboles représentent les points expérimentaux et les lignes discontinues les courbes identifiées avec la loi phénoménologique $s = K \times (a_{T/T_0} \times \dot{e})^m$ **.**

Références bibliographiques du chapitre IV

[1] BILLON, N. *Effet du couplage thermomécanique dans la caractérisation du comportement de polymères solides*, In : 16ème Congrès Français de Mécanique Conf. Proc., Nice, France (2003).

[2] TILLIER, Y., *Identification par analyse inverse du comportement mécanique des polymères solides ; Application aux sollicitation multiaxiales et rapides*. Thèse Doct. Sciences et Génie des Matériaux, Sophia-Antipolis : Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1998.

[3] TILLIER, Y., GANDIN, E., MASSONI, E., et BILLON, N. *Couplage thermomécanique lors d'essais de traction à moyennes vitesses. Etudes expérimentales et numérique*, In : DEPOS'14 Conf. Proc., Grasse, France (1996).

[4] ERNER, A. et BILLON, N., *Application de la corrélation d'images à l'étude du comportement à moyenne vitesse d'un polystyrène aux alentours de sa transition vitreuse*, In : DEPOS'18 Conf. Proc., Paris, France (2003).

[5] TEMIMI, N et BILLON, N., *Plasticité et incompressibilité des polymères solides – Etude expérimentale à moyennes et hautes vitesses*; In : CFM 2003 Conf. Proc., Nice, France (2003).

[6] G'SELL, C., HIVER, J. M., DAHOUN, A., Experimental characterization of deformation damage in solid polymers under tension, and its interrelation with necking. *International Journal of Solids and Structures*, 2002, 39, p. 3857-3872.

[7] BILE, B., *Comportement mécanique de mélanges à matrice polystyrène renforcés au choc*. Thèse Doct. Sciences des Matériaux, Lille : Université des Sciences et technologies, 1999.

[8] GORLIER, E., *Caractérisation rhéologique et structurale d'un PET – Application au procédé de bi-étirage soufflage de bouteilles.* Thèse Doct. Sciences et Génie des Matériaux, Sophia-Antipolis : Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2001.

[9] MAURER G., VON BERNSTORFF, B., RICHTER R. and BREUER, H., Charakterisieren von polymerwerkstoffen im instrumentierten durchstobversuch, *Kunststoffe*, 1989, 79,(12), p.1317-1322.

[10] BILLON, N and HAUDIN, J.M., Thermomechanical modelling of multiaxial impact test in polymers, In :*Numerical methods in industrial forming processes*, CHENOT, WOOD & ZIENKIEWICZ Ed., Rotterdam (ISBN : 90 5410 087 7)

[11] BILLON, N, *Inverse analysis of dart test, a tool for more efficient modelling of thermoforming.* In : PPS'17 Conf. Proc., Montréal, Canada (2001).

[12] LUAP, C., *Etude des relations entre contrainte et orientation moléculaire au voisinage de TG dans les polymères amorphes*. Thèse Doct. Physico - chimie des Matériaux Macromoléculaires, Strasbourg : Université Louis Pasteur, 1996.

[13] MULLER, R., FROELICH, D., New extensional rheometer for elongational viscosity and flow birefringence measurements : some results on polystyrene melts, *Polymer*, 1985, 26, p. 1477-1482.

[14] MULLER, R., FROELICH, D. and ZANG, Y. H., Tensile measurements on polystyrene melts. Interpretation of results in terms of rubberlike elasticity, *J. Polym. Sci., Part B*, 1987, 25, p. 295-310.

[15] VERDU, J., Elasticité caoutchoutique, dans : Introduction à la mécanique des polymères, Nancy : 1995, INPL, 430 p. (ISBN : 2-905267-22-4).

[16] WARD, I. M. and HARDLEY, D. W., Rubber-like elasicity, In : An introduction to the mechanical properties of solid polymers, Chichester : Wiley Ed., 1993, 334 p.

[17] TREOLAR, L. G., The mechanics of rubber elasticity, *J. Polym. Sci. : Polymer Symposium*., 1974, 48, p. 107-123.

[18] DE LORENZI H. G., NIED H. F. and TAYLOR, C.A., A numerical / experimental approach to software development for thermoforming simulations, *J. of Pressure Vessel Technology*, 1991, 113, p. 102-114.

[19] NAM, G. J. and LEE, J. W., *Finite element analysis of the effect of processing conditions on thermoforming*, In : SPE, ANTEC'98 Conf. Proc., Atlanta, USA (1998), p. 690-6694.

[20] NAM, G. J. and LEE, J. W., *Numerical and experimental studies of 3-dimensional thermoforming process*, In : SPE, ANTEC'99 Conf. Proc., New York, USA (1999), p. 836-840.

[21] NIED, H. F., Current chalenge for improved optimization and control of thermoforming process, In: PPS'17 Conf. Proc., Montréal, Canada (2001).

[22] LAROCHE, D. and ERCHIQUI, F., *Experimental and theoretical study of the thermoformability of industrial polymers*, In : SPE, ANTEC'98 Conf. Proc., Atlanta, USA (1998), p. 676-680.

[23] DI RADDO, R., LAROCHE, D. et BENDADA, A., *Optimization of thermoforming with process modelling*, In : SPE, ANTEC'99 Conf. Proc., New York, USA (1999), p. 844-849.

[24] LAPPIN, J. F., *Modelling of the plug assisted pressure thermoforming process*, Ph.D Thesis, Belfast, School of Mechanical and Process Engineering, Queen's University, 1998.

[25] LAPPIN, J. F., HARKIN-JONES and E M. A.,MARTIN, P. J., Finite element modelling of the plug-assisted thermoforming process, In : SPE, ANTEC'99 Conf. Proc., New York, USA (1999), p. 826-830.

[26] COLLINS, P., LAPPIN, J. F., HARKIN-JONES and E M. A.,MARTIN, P. J, Effect of material properties and contact conditions in modelling of plug assisted thermoforming, *Plastics, Rubber and Composites*, 2000, 29 (7), p. 349-359.

[27] MULLER, R., FROELICH, D. and ZANG, Y. H., Tensile measurements on polystyrene melts. Interpretation of results in terms of rubberlike elasticity, *J. Polym. Sci., Part B*, 1987, 25, p. 295-310.

[28] ZANG, Y. H, MULLER, R. and FROELICH, D., Interpretation of the rheological behavior in elongation of uncrosslinked polystyrene melts in term of the Mooney-Rivlin equation, *Polymer*, 1986, 27, p. 61-65.

[29] SAINT-MARTIN, T., *Comportement élongationnel de polymères à l'état caoutchoutique. Etude réalisée en vue de la simulation numérique du procédé de thermoformage*. Thèse Doct., Strasbourg, Sciences Physiques, Université Louis Pasteur, 1995.

[30] SCHMIDT, L., R., CARLEY, J. F., Biaxial stretching of heat-softened plastic sheets : experiments and results, *Polym. Eng. Sci.*, 1975, 15, p. 51-62.

[31] OGDEN, R., Large deformation isotropic elasticity-On the correlation of theory and experiment for imcompressible rubberlike solids, *Processing of the Royal. Society of. London Academy*, 1972, 326, p. 565-584.

[32] AGASSANT, J. F., AVENAS, P., SERGENT, J. P., VERGNES, B., VINCENT, M., Comportement rhéologique des polymères fondus In : *La mise en forme des matières plastiques*, p.113-116, Paris : Technique & Documentation, Lavoisier, 1996, 3e ed.

[33] LARSON, R. G., *Constitutive equations for polymer melts and solutions*, Stoneham : Butterwoeth Pub., AT&T, 1988.

[34] NOVOTNY, P., SAHA, P. and KOUBA, K, Fitting of K-BKZ model parameters for the simulation of thermoforming, *International. Polymer Processing XIV*, 1999, 3, p. 291-295.

[35] KOUBA, K, NOVOTNY, P and KECH, A., *Viscoelastic material characterization at large deformation*, In : SPE, ANTEC'2001 Conf. Proc., Dallas, USA (2001), p. 830-833.

[36] HEGEMANN B., KEUERLEBER, M. and EYERER P., *Uni and bi-axial deformation behaviour of HDPE dependant on temperature and strain rate at thermoforming conditions*, In: PPS'19 Conf. Proc., Melbourne, Australie (2003).

[37] DEBERGUE, P. and LAROCHR D., Solid finite elements for the prediction of complex sheet distorsion, In : SPE, ANTEC'2002 Conf. Proc., San Francisco, USA (2002).

[38] DEBERGUE, P. and LAROCHE, D., *3D finite elements for the prediction of thermoforming processes*, In : ESAFORM'2001 Conf. Proc., Liège (2001), p. 365-368.

[39] LAROCHE, D., COLLINS, P. and MARTIN, P. J, *Modelling of the effect of slip in plug-assisted thermoforming*, In : SPE, ANTEC'2001 Conf. Proc., Dallas, USA (2001), p. 810-814.

[40] NOVOTNY, P., SAHA, P. and KOUBA, K., *Optimization of thermoforming*, In : SPE, ANTEC'99 Conf. Proc., New York, USA (1999), p. 841-843.

[41] G'SELL, C. and JONAS, J. J., Determination of the plastic behaviour of solid polymers at constant true strain rate, *J. Mat.s Sci.*, 1979, 14, p. 583-591.

[42] G'SELL, Instabilité de déformation pendant l'étirage des polymères solides, *Rev. Phys. Appl*., 1988, 23, p. 1085-1101.

[43] VANTAL, M. H., *Etude numérique et expérimentale du thermoformage de polymères*. Thèse Doct. Sciences et Génie des Matériaux, Sophia-Antipolis : Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1995.

[44] BELLET, M., VANTAL, M.H. and MONASSE, B., Thermal effects in the numerical simulation of the thermoforming of multilayered polymer sheet, *International. Polymer Processing XIII*, 1998, 3, p. 299-308.

[45] CABIE, S., *Application de l'analyse inverse du test d'impact multiaxial au procédé de thermoformage*, Mastère Matériau et Mise en Forme, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2000, 31 p.

[46] BILLON, N, *Inverse analysis of dart test, a tool for more efficient modelling of thermoforming.* In: PPS'17 Conf. Proc., Montréal, Canada (2001).

[47] SALA, G., DI LANDRO, L. and CASSAGO, D., A numerical and experimental approach to optimise sheet stamping technologies : polymers thermoforming, *Materials & Design*, 2002, 23, p. 21-39.

[48] BILLON, N., GORLIER, E, *Hyperelasticity and strain-rate dependence of behaviour of amourphous polymer for stretch-blow moulding and thermoforming*, In: PPS'20 Conf. Proc., Akron, USA (2004).

[49] BILLON, N., GORLIER, E., HAUDIN, J. M., *Characterisation of polyethylene terephtalate close to glass gtransition using inverse analysis*, In: PPS'17 Conf. Proc., Montréal, Canada (2001).

[50] TSHAI, K.Y., HARKIN-JONES, E.M.A., MARTIN, P.J. and MENARY, G., *A unified approach of modeling polypropylene for thin-gauge solid-phase thermoforming applications*, In : SPE, ANTEC'03 Conf. Proc., Nashville, USA (2003).

CHAPITRE V : Caractérisation du contact poinçon feutre/matière

Chapitre V

Caractérisation du contact poinçon feutre/matière

L'étude du procédé de thermoformage assisté par poinçon sur prototype instrumenté (Chapitre III) a souligné l'importance du contact avec le poinçon qui règle l'apport de matière en fond de pot. Cet apport est conditionné par les échanges thermiques avec l'outil et le frottement ainsi que par la rhéologie de la feuille, les effets de ces trois paramètres étant étroitement interdépendants. Afin de vérifier nos observations et de découpler les effets de la thermique et du frottement, une étude séparée s'avère donc nécessaire et fait l'objet de ce chapitre.

Nous réalisons dans un premier temps des essais tribologiques isothermes en laboratoire afin de tester la sensibilité du coefficient de frottement du polystyrène sur le feutre à différents paramètres du contact. La capacité de ce dispositif à représenter le frottement poinçon/matière dans le procédé est vérifiée par l'analyse d'essais d'impact multi-axial à grande vitesse par des méthodes inverses. Cette étude indique que le frottement apparent est fortement évolutif dans la gamme de mise en forme et dépend de la température et de la vitesse de glissement. Nous montrons que cette double évolution du frottement peut être corrélée aux propriétés viscoélastiques du polystyrène. Nous proposons une loi de frottement phénoménologique, inspirée des travaux de la littérature, prenant en compte ces observations.

Les effets thermiques sont ensuite envisagés. Nous montrons que les hypothèses de contact thermique parfait et de milieu semi-infini, permettant une estimation simple de la température d'interface, ne sont sans doute pas valides en thermoformage assisté par poinçon. De plus, une certaine résistance au transfert de chaleur pourrait exister au niveau de l'interface. La valeur de cette résistance thermique de contact a un effet notable sur la température d'interface mais reste difficile à caractériser expérimentalement. Elle semble être faible, peut-être négligeable, pour le poinçon industriel en feutre. Par contre, le refroidissement imposé par un poinçon aluminium pourrait être moins sévère que ne le laisse supposer un calcul sous l'hypothèse de contact thermique parfait.

Sommaire

V.1. Frottement 143
V.1.1. Tribologie et mise en forme ;bibliographie 143
a) Définition du frottement 143
b) Choix d'un modèle de frottement 145
c) Choix d'un essai de frottement 148
V.1.2. Mesures expérimentales de laboratoire 151
a) Dispositif expérimental choisi 151
b) Vérification d'hypothèses : influence de l'épaisseur de la feuille, du temps d'attente Δt et de la force normale 153
c) Influence de la température 155
d) Influence de la vitesse de glissement 157
V.1.3. Analyse du frottement en impact multi-axial 158
a) Courbes expérimentales F=f(d) 160
b) Simulation numérique (Forge2®) 160
V.1.4. Conclusions 166

V.2. Thermique 166
V.2.1. Problématique de la thermique du contact 166
V.2.2. Contact non parfait : notion de RTC 167
V.2.3. Mesures expérimentales de RTC 171
V.2.4. Conclusions 173

V.3. Conclusions 174

La déformation de la feuille durant le poinçonnage est fortement influencée par les conditions du contact avec le poinçon, siège d'un fort couplage entre la rhéologie de la feuille, la thermique du contact et le frottement. Afin de découpler ces différents phénomènes, une étude séparée est nécessaire. Les propriétés rhéologiques du mélange de polystyrène choisi sont étudiées aux chapitres II et IV. Dans ce chapitre nous nous attachons à la caractérisation du contact avec le poinçon à travers l'étude du frottement et de la thermique du contact.

V.1. Frottement

Le frottement est un paramètre important du contact poinçon/matière, en particulier dans le cas du poinçon industriel en feutre (Chapitre III). Sa caractérisation précise est donc importante. Elle doit être menée au plus près des conditions réelles du contact pour que les coefficients de frottement obtenus sur machine de laboratoire soient extrapolables au procédé.

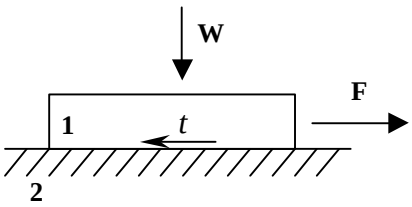
En effet, il ressort de la littérature que le choix d'un dispositif expérimental permettant de représenter le frottement au cours d'un procédé de mise en forme reste difficile. Le dispositif utilisé dans ce travail étant directement inspiré de la littérature, nous présentons donc d'abord une brève revue bibliographique justifiant notre choix. Nous discutons ensuite l'évolution du frottement polystyrène/feutre en fonction des différents paramètres du contact (force normale, température et vitesse de glissement). La pertinence des valeurs des coefficients de frottement obtenus en laboratoire est ensuite testée dans des conditions de contact plus représentatives du procédé (impact multi-axial à grande vitesse).

V.1.1. Tribologie et mise en forme ; bibliographie

a) Définition du frottement

Pour faire glisser deux solides, soumis à une force normale W, l'un par rapport à l'autre il est nécessaire d'appliquer une force tangentielle F pour vaincre la résistance au mouvement relatif. C'est cette résistance au mouvement relatif des deux corps qui correspond au frottement. Il se manifeste par une dissipation d'énergie à l'interface, principalement sous forme de chaleur.

Lorsque les corps en contact sont initialement au repos, on observe qu'un certain niveau de force tangentielle, F_{seuil}, est nécessaire pour amorcer le glissement (figure V-1), d'où la notion de seuil de glissement. Au-delà de cette valeur seuil, plus la force tangentielle imposée sera grande, plus le glissement sera rapide mais la cission de frottement restera égale à la cission seuil t_{seuil} (l'excès de force sert à accélérer le corps mobile).



Si $F \leq F_{seuil}$: pas de mouvement ($v_g = 0$)

Si $F \geq F_{seuil}$: glissement avec $\vec{v}_g = -l \cdot \vec{t}_{seuil}$, $l \geq 0$

figure V-1 : Notion de seuil de glissement.

Il existe plusieurs échelles d'étude du phénomène de frottement (figure V-2).

D'un point de vue macroscopique, on s'intéresse aux forces globales F et W mesurées. On les ramène à des contraintes apparentes en considérant l'aire apparente de contact A_a. Cette échelle est celle à laquelle on se place classiquement pour réaliser des mesures expérimentales de frottement. En effet, les tribomètres (du grec *tribos* = frottement et *metro* = mesure) correspondent le plus souvent à une mesure indirecte du frottement, c'est à dire que l'on va en mesurer les effets pour quantifier les causes. Cela sous-entend que l'on a préalablement choisi un modèle mécanique de frottement qu'il faudra inverser pour passer des observables mécaniques, généralement des forces ou des couples, au coefficient de frottement. Ce frottement est donc apparent, par opposition avec le frottement local au niveau des aspérités des deux corps en contact.

En effet, les surfaces impliquées dans un contact présentent une rugosité microscopique et ne sont véritablement en contact que sur des zones discrètes (sommet des aspérités des deux corps). L'aire réelle de contact, A_r, est donc généralement bien inférieure à l'aire apparente macroscopique, du moins tant que la force appliquée W reste « modérée ». En déterminant expérimentalement un coefficient de frottement apparent, correspondant à une intégration sur toute la surface en contact, on « moyenne » donc les phénomènes locaux de frottement.

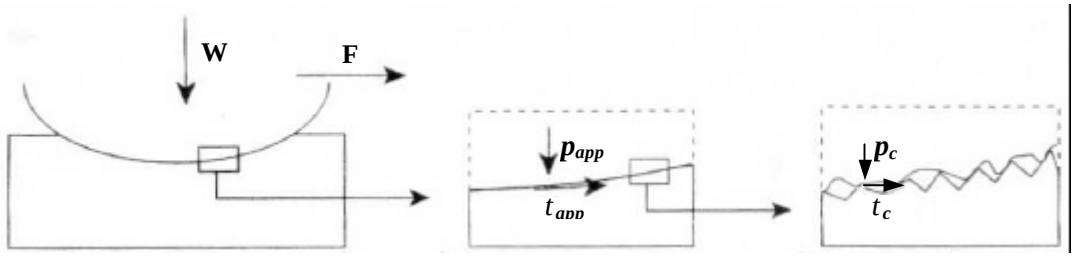


figure V-2 : Différentes échelles d'étude du frottement d'après [1].

Les pressions et cissions réelles de contact sont en réalité supérieures aux valeurs calculées à partir de l'aire apparente de contact. Par contre, elles sont difficilement mesurables, les capteurs de contrainte nécessaires à une mesure directe du frottement au niveau du contact étant coûteux, fragiles et délicats à mettre en place [2].

L'estimation de l'aire réelle de contact est également délicate et nécessite en toute rigueur la prise en compte de la distribution des hauteurs et de la géométrie des aspérités. En outre, elle dépendra du comportement local des micro-contacts qui est fonction de la charge appliquée [3, 4]. Les travaux concernant l'indentation des métaux indiquent que l'augmentation de la force normale se traduit par une augmentation de la déformation du matériau, le régime de déformation dépendant du rapport pression moyenne d'indentation sur seuil d'écoulement plastique, p_m / s_0 (indentation avec une pointe sphérique) : la déformation, purement élastique sous faible charge, devient élasto-plastique pour $p_m / s_0 > 1{,}1$, la déformation plastique complète du contact intervenant pour $p_m / s_0 > 3$ [5]. Concernant les polymères, le seuil de plastification totale intervient pour des pressions de contact de l'ordre de 1,65 à 2 fois le seuil d'écoulement plastique [6].

Ce régime est rarement atteint en pratique [5] et ne devrait pas nous concerner. En effet, la rhéologie du polystyrène dans la gamme du thermoformage est majoritairement hyper-viscoélastique et la définition d'un seuil de plasticité n'a de sens qu'en dessous et au voisinage

de T_α. Par contre, à la différence des métaux, le caractère viscoélastique des polymères est responsable d'un relâchement élastique qui conditionne l'aire réelle de contact : un recouvrement d'une partie du contact dorsal est clairement mis en évidence, via des dispositifs de vision *in-situ* [6, 7, 8], pour des essais de rayure de surface de polymères transparents (observation des aires réelles de contact).

On considère classiquement que trois phénomènes contribuent au frottement et s'opposent au mouvement relatif des deux corps :

- l'existence de forces d'adhésion au niveau du contact réel : en effet, du fait des fortes pressions qui s'exercent aux sommets des aspérités, des jonctions adhésives se développent au niveau du contact et le frottement correspond en partie à leur cisaillement.
- les interactions de rugosités, entraînant dans certains cas le labourage du corps le plus mou (le polymère) par les rugosités du corps le plus dur (l'outil). Cette déformation volumique pourra être, selon les cas, viscoélastique, visco-élasto-plastique ou viscoplastique.
- le cisaillement d'un troisième corps, fluide (lubrifiant) ou solide (débris) entre les deux corps en contact.

Dans le cas du frottement à sec polymère/outil qui nous intéresse, nous ne considérons que les deux premiers termes.

b) Choix d'un modèle de frottement

Définir une loi de frottement, c'est écrire une loi mathématique reliant la contrainte tangentielle de frottement t aux paramètres influant sur celle-ci. Ces paramètres sont très nombreux et peuvent varier au cours du frottement. Parmi les principaux, on peut citer : la nature des corps en contact, leur état de surface, leur rhéologie, la force normale appliquée, la vitesse de glissement, ou encore la température. Du fait du nombre très important de paramètres mis en jeu, la loi de frottement va souvent en privilégier un ou deux dont l'effet est jugé prépondérant. Les coefficients sans dimensions de la loi, les coefficients de frottement, dépendront éventuellement des autres paramètres dont l'effet a été négligé. Ce sont les valeurs prises par ces coefficients que l'on cherchera à déterminer par les essais de frottement.

On trouve classiquement trois types d'idéalisations du frottement qui sont les lois de Coulomb, de Tresca et de Norton-Hoff [2].

Les lois de Tresca et de Norton-Hoff sont construites par analogie avec la notion de seuil plastique ou de comportement viscoplastique de volume. La loi de Tresca respecte par construction cette notion de seuil de plasticité en intégrant le critère de von Mises (équation V.1). Si s_0 est la contrainte d'écoulement plastique en traction uni-axiale et $\overline{m}$ le coefficient de frottement, on écrit :

$$t = \overline{m} \cdot t_{\max} \quad \text{avec} \quad t_{\max} = \frac{s_0}{\sqrt{3}} \quad \text{et} \quad \overline{m} \in [0;1] \qquad \text{(V.1)}$$

La loi de Norton-Hoff repose, quant à elle, sur une analogie avec un comportement viscoplastique avec ou sans seuil. Elle introduit une dépendance avec la vitesse de glissement v_g qui est caractérisée par un coefficient p (équation V.2).

$$t = t_{seuil} + a \times \frac{s_0}{\sqrt{3}} \times \left(\left\| \frac{v_g}{v_{ref}} \right\| \right)^p \qquad \text{(V.2)}$$

Les termes v_{ref} et $s_0 / \sqrt{3}$ sont introduits pour adimensionnaliser le coefficient de frottement a , s_0 étant la contrainte d'écoulement plastique en traction uni-axiale.

Ces lois sont principalement utilisées pour décrire le frottement de corps rigides plastiques incompressibles contre un outil, les coefficients $\overline{m}$ et a n'ayant de sens que si une déformation plastique intervient. Ceci n'est pas le cas en thermoformage, aussi avons-nous privilégié l'approche de Coulomb qui peut être utilisée dans tous les cas (le coefficient de frottement µ peut toujours être défini). Ce choix a également été fait par d'autres auteurs pour l'étude du frottement en thermoformage [9, 10, 11].

L'approche de Coulomb est basée sur les travaux d'Amontons (XVIIème siècle) qui postule que la force de frottement F qui s'oppose au glissement est proportionnelle à la charge normale W mais ne dépend pas de l'aire apparente de contact A_a. Coulomb postule en outre que la force de frottement est indépendante de la vitesse de glissement une fois que le mouvement a commencé.

Ces lois de frottement empiriques permettent de définir le coefficient de frottement m comme le rapport des forces tangentielles aux forces normales macroscopiques (équation V.3). Il peut également être défini à l'échelle locale comme le rapport des cissions et pressions réelles de contact. Il est théoriquement indépendant de la force normale appliquée et de l'aire apparente de contact.

$$m = \frac{F}{W} = \frac{t}{p_c} \qquad \text{(V.3)}$$

Deux coefficients de frottement peuvent être définis : un coefficient statique (m_{stat}) qui correspond à la force tangentielle minimale nécessaire pour amorcer le glissement et un coefficient dynamique (m_{dyn}) qui correspond à la force tangentielle nécessaire pour maintenir ce glissement (équation V.4).

$$m_{stat} = \frac{F_{seuil}}{W} \text{ et } m_{dyn} = \frac{F}{W} \text{ avec généralement } m_{stat} \geq m_{dyn} \qquad \text{(V.4)}$$

Bowden et Tabor [12] ont développé dans les années 50 un modèle de frottement à deux composantes pour l'étude du frottement des métaux dérivant des idées de Coulomb. C'est sur lui que se basent de nombreuses études concernant le frottement à sec des polymères [3, 4, 6, 7, 13, 14, 15, 16].

La force de frottement est décomposée en deux contributions indépendantes représentant respectivement les phénomènes d'adhésion au niveau du contact réel et de déformation volumique par labourage intervenant sur une zone plus large (équation V.5 et figure V-3) :

$$F = F_{adhesion} + F_{déformation} \qquad \text{(V.5)}$$

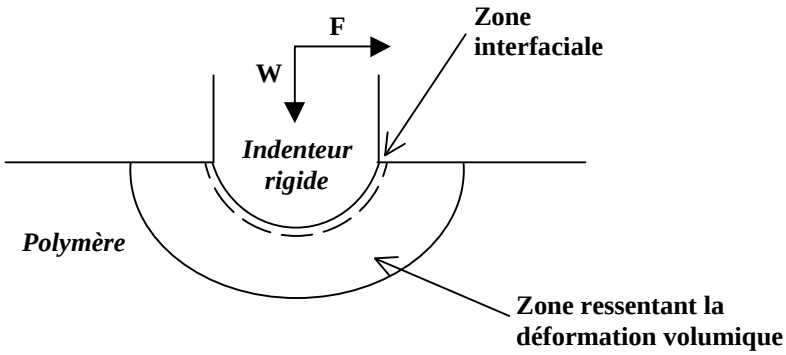


figure V-3: Modèle de frottement à deux composantes pour le contact d'une aspérité rigide contre un polymère.

Différents modèles existent dans la littérature pour expliciter ces deux termes, en faisant des hypothèses sur la géométrie des micro-contacts en fonction de leur déformation (élastique, viscoélastique, élasto-plastique, plastique). En particulier, dans le cas d'essais de rayures de polymères, l'analyse expérimentale des aires réelles de contact en ligne [6, 7] peut permettre d'accéder au terme de déformation du frottement, via un modèle de lignes d'écoulement [6, 17]. La contribution adhésive au frottement (frottement local « vrai » à l'interface) est alors déduite de la mesure du coefficient de frottement apparent. Nous ne chercherons pas, dans ce travail, à dissocier ces deux contributions au coefficient de frottement apparent mesuré. Aussi, l'explicitation de ces modèles sort du cadre de ce document (le lecteur pouvant se référer, par exemple, à [1, 6, 18, 19] pour plus de détails).

Retenons simplement que le frottement d'un outil contre un matériau a deux origines principales dont l'importance relative varie selon le couple considéré et les conditions de contact. Le terme d'adhésion est toujours présent et est, dans certains cas, prépondérant (par exemple pour les métaux [4]). Concernant les polymères, le terme de déformation peut intervenir : Yamaguchi [13] le considère comme négligeable à température ambiante alors que d'autres auteurs soulignent son importance dans certains cas [3, 4, 15, 19]. En particulier, ce terme de déformation est jugé partiellement responsable des évolutions non monotones du frottement apparent observées avec la température et la vitesse de glissement dans le cas d'élastomères ou de polymères frottant contre des surfaces rigides ou contre eux-même (existence de maxima) [4, 6, 15, 16, 19]. En effet, cette double sensibilité à la température et à la vitesse, qui est la trace du comportement viscoélastique des polymères, a pu être observée dans des cas où le terme d'adhésion est négligeable (roulement d'une bille rigide) [16, 19]. Elle vérifie qualitativement le principe d'équivalence temps-température, une augmentation de vitesse correspondant à une diminution de température, et a pu être corrélée aux propriétés viscoélastiques de volume du polymère (évolution du coefficient de perte viscoélastique avec la fréquence de déformation et la température) [3, 15, 16]. Dans le cas des élastomères, les courbes de frottement en fonction de la vitesse de glissement, obtenues à différentes températures, peuvent se ramener à une unique courbe maîtresse à partir d'une analyse de type WLF [19].

La composante d'adhésion du modèle de Bowden et Tabor pourrait également être sensible à ces effets viscoélastiques, puisque des essais de frottement, équipés d'un appareil de mesure de force de surface (SFA), montrent que le frottement interfacial présente également un pic en fonction de la température (évolution comparable à celle du facteur de perte tan δ), à corréler à l'hystérésis d'adhésion [20].

Comme il a été dit précédemment, nous ne chercherons pas à discriminer précisément l'apport de ces deux contributions lors de notre analyse du frottement en thermoformage. Quoi qu'il en soit, il semble que ces deux aspects doivent être pris en compte et contribuent probablement au frottement poinçon/matière dans le procédé. Le terme de déformation sera d'autant plus important que les aspérités de la surface antagoniste (l'outil) pourront s'enfoncer facilement dans le polymère.

c) Choix d'un essai de frottement

Il existe de nombreux dispositifs d'essais pour l'étude du frottement. Ils consistent à mesurer, dans des conditions de contact données (température, pression de contact, etc.), des observables mécaniques macroscopiques (généralement des forces ou des couples) et à en déduire un coefficient de frottement apparent, par exemple de Coulomb.

Toutefois, ces tribomètres classiques ne peuvent pas être utilisés sans précautions pour l'analyse de la tribologie d'un procédé de mise en forme. En effet, en mise en forme le frottement intervient sur un matériau subissant une déformation globale, ce qui n'est pas représenté pas ces essais. Cette déformation d'ensemble du matériau peut avoir une grande influence sur le frottement notamment parce qu'elle peut induire une modification des conditions du contact (renouvellement constant de la surface du matériau se déformant par exemple) [2]. Il faut donc réfléchir à la représentativité des différents montages expérimentaux avant de choisir un essai de détermination du coefficient de frottement.

Définissons tout d'abord les conditions de contact du procédé de thermoformage assisté par poinçon que nous chercherons à représenter et les paramètres à étudier. Des essais dans une enceinte thermostatée incluant l'outil apparaissent indispensables pour faire la part des choses entre frottement et effets thermiques. Un balayage de température s'impose du fait de la thermodépendance du comportement des polymères et de nos observations sur prototype de thermoformage qui indiquent que les effets du frottement pourraient évoluer avec la température. L'influence de la vitesse de glissement sur le frottement doit également être étudiée, car elle évolue au cours du poinçonnage et pourrait avoir un certain effet sur la déformation au niveau du contact (voir Chapitre III).

L'observation des échantillons obtenus après interruption à différents stade du poinçonnage, pour des feuilles marquées, permet de borner notre étude à une vitesse de glissement maximale d'environ 50 $mm.s^{-1}$ (longueur de glissement de 5 à 10 mm pour une durée de poinçonnage de 110 ms). Les mesures de force exercée sur le poinçon sur prototype instrumenté permettent de donner un ordre de grandeur supérieur aux pressions de contact, de l'ordre 0,4 MPa (aire de contact moyenne estimée d'après la géométrie du poinçon).

L'essai ou les essais de frottement retenus doivent correspondre à un compromis entre leur similitude avec le procédé étudié et la difficulté de dépouillement des mesures [2]. Notre démarche de caractérisation du frottement entre le poinçon feutre et la feuille de polystyrène en thermoformage sera donc conduite en deux temps :

- Nous prenons tout d'abord le parti d'utiliser un essai de laboratoire « classique » pour mesurer des coefficients de frottement. Nous choisissons une géométrie simple, en nous inspirant des dispositifs existant dans la littérature, et en nous plaçant au plus près des

conditions thermomécaniques du procédé (température, vitesse de glissement, force normale, etc.). Cela nous permettra d'étudier l'influence de ces paramètres du contact sur les coefficients de frottement mesurés.

- Nous conduisons en parallèle des essais isothermes d'impact multi-axial avec un poinçon en feutre qui apparaissent représentatifs de l'étape de poinçonnage tant en terme de mode que de vitesse de sollicitation. Ils peuvent être conduits à différentes températures et vitesses d'impact ce qui permet d'étudier l'influence de ces paramètres. Cependant, ils ne peuvent être exploités directement du fait de l'imbrication des effets du frottement et du comportement rhéologique du matériau sur les niveaux de forces obtenus. Pour différencier ces deux phénomènes et analyser le frottement, nous nous appuyons sur l'analyse rhéologique du matériau conduite dans les mêmes conditions de température et de vitesse de sollicitation avec un poinçon métallique lubrifié de même géométrie (essais présentés au Chapitre IV). La comparaison des courbes obtenues avec et sans lubrification doit alors permettre d'approcher de manière indirecte le frottement au niveau du poinçon.

Nous décrivons ici deux dispositifs d'étude relevés dans la littérature pour l'analyse du frottement poinçon/feuille en thermoformage. Dans ces deux essais on mesure la force normale W et la force tangentielle F (ou le couple C) et on en déduit un coefficient de frottement apparent de Coulomb.

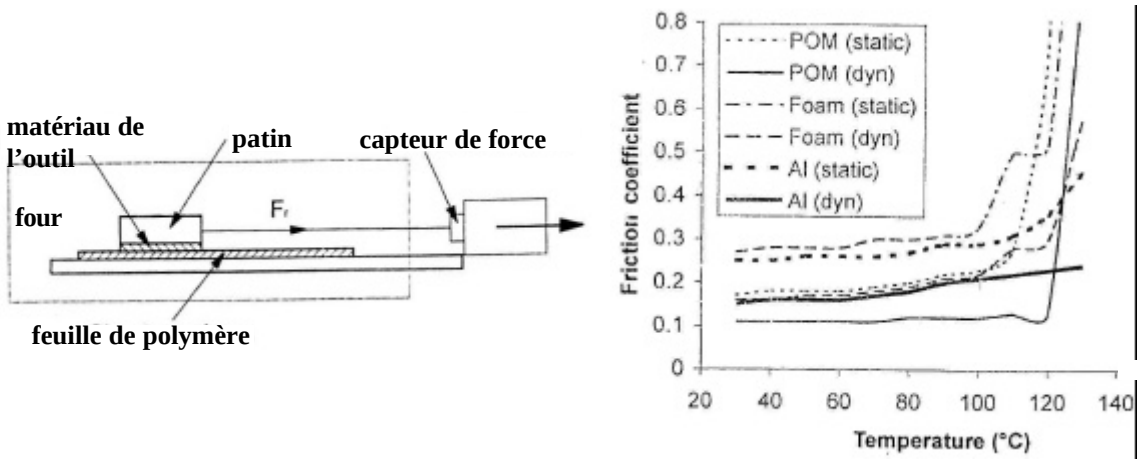
Le premier dispositif, présenté figure V-4 (a), a été utilisé par Collins et collaborateurs pour mesurer des coefficients de frottement de polypropylène et de polystyrène choc contre différents matériaux représentatifs des outils en thermoformage (aluminium, mousse polymère et le polyoxyméthylène –POM–) [9, 10]. Habituellement utilisé pour l'étude du frottement de films polymère à température ambiante (norme ASTMD 1894-1895), il a été équipé d'un four pour être utilisé aux températures de mise en forme (essais isothermes). Il consiste en un patin, de masse connue, qui se déplace sur le polymère.

Les deux surfaces frottantes sont portées à la température de l'essai avant leur mise en contact afin d'éviter l'enfoncement du patin mobile dans le polymère au cours du chauffage. La masse et la géométrie du patin sont connues et en conséquence la force normale appliquée. La force tangentielle est mesurée. La plage de température balayée s'étend de la température ambiante aux températures de thermoformage (jusqu'à 160°C pour le PP et 130°C pour le PS choc). Le déplacement du patin est ici linéaire dans le temps à vitesse constante de 1000 $mm.min^{-1}$ (effet de la vitesse de glissement non testé).

Sont présentés figure V-4 (b) les résultats concernant le polystyrène choc étudié par Collins. Pour les trois matériaux du poinçon étudiés, il apparaît que les coefficients de frottement varient peu avec la température jusqu'à environ 100 °C. Le coefficient statique est toujours supérieur au coefficient dynamique. A titre d'exemple μ_{stat} varie de 0,17 à 0,3 entre 20 et 100 °C alors que μ_{dyn} varie de 0,11 à 0,2 sur la même plage. Les coefficients de frottement apparaissent plus importants avec la mousse polymère (syntactic foam) qu'avec l'aluminium et le POM qui présente le plus faible frottement.

Au delà de 100 °C, le frottement augmente rapidement. Le coefficient de frottement dynamique devient supérieur à 0,8 au-delà de 130 °C pour le POM et la mousse polymère. Les mesures deviennent difficiles pour des températures supérieures en raison du fort ramollissement du polymère. Des résultats similaires sont obtenus avec le polypropylène de l'étude : les

coefficients de frottement, faibles à basse température, augmentent rapidement à l'approche des températures de mise en forme par thermoformage (aux alentours de 140 °C).



(a) (b)

figure V-4 : Dispositif de mesure de frottement utilisé par Collins et collaborateurs pour mesurer le frottement (a) et évolution du coefficient de frottement en fonction de la température pour les matériaux de poinçon étudiés dans le cas du PS choc (b) [9].

Le second dispositif (figure V-5 (a)), proposé par Hegemann et collaborateurs [11] consiste à utiliser un rhéomètre de cisaillement pour mettre en mouvement relatif le matériau représentant le poinçon (1) et le polymère (2). Ce dernier est un disque plein collé sur le plateau inférieur du rhéomètre qui est mis en rotation à vitesse constante avant la mise en contact des échantillons. Une force normale de 10 N est appliquée (limite du capteur de 20 N), soit une pression de contact moyenne de l'ordre de 0,016 MPa. Le mouvement est ici circulaire (à 6 tours.min^{-1}) et le coefficient de Coulomb apparent est déduit de la mesure du couple de torsion et de la force normale appliquée.

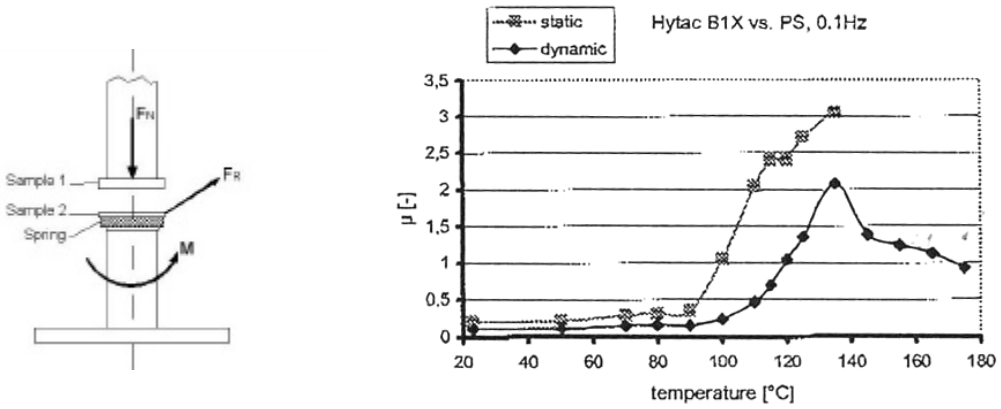
Ce dispositif permet de balayer une large plage de température (de -80 jusqu'à 500 °C) mais aussi de vitesse de rotation (0,001 à 50 tours.min^{-1}) ce qui correspond à une vitesse de glissement maximale de 3,7 m.s^{-1}. Il apparaît donc bien adapté pour étudier l'influence de ces paramètres sur le frottement. Par contre, un gradient important de vitesse de glissement existe entre le centre du disque échantillon (v_g = 0) et sa périphérie (v_g =12,6 mm.s^{-1} à 6 tours.min^{-1}). En outre, le niveau de force normale maximal du dispositif est limité et ne permet pas d'accéder aux niveaux de pression de contact du procédé.

Deux couples frottants ont été étudiés par ces auteurs : un polyéthylène haute densité contre un acier et un polystyrène choc contre une mousse thermoplastique (syntactic foam). Les coefficients de frottement statique et dynamique mesurés seraient peu sensibles à la force normale (entre 2 et 20 N), ainsi qu'à la vitesse (entre 20 et 500 mm.s^{-1}) d'après ces travaux. Par contre, ils apparaissent fortement influencés par la température.

Coefficients statiques et dynamiques sont proches et peu évolutifs en dessous d'une température de transition de l'ordre de 90 °C pour le couple PS choc/mousse thermoplastique (figure V-5 (a)) et de 105 °C pour le couple PEhd/acier. Ils augmentent rapidement pour des températures supérieures lorsqu'on se rapproche de la plage de formage, ce qui est en accord avec les résultats de Collins [9, 10].

Dans le cas du couple PS choc/mousse thermoplastique, une décroissance du coefficient de frottement dynamique est observée au delà de 130°C (figure V-5 (b)). Les auteurs l'attribuent au

cisaillement du polymère entre les deux plateaux du rhéomètre plutôt qu'à un effet de frottement à l'interface. Ils considèrent que le contact est alors complètement collant. Afin de vérifier ce point, ils proposent de mener en parallèle des mesures de cisaillement pur (en imposant un contact complètement collant) pour les comparer avec leurs mesures.



(a) (b)

figure V-5 : Dispositif de mesure de frottement utilisé par Hegemann et collaborateurs pour mesurer le frottement poinçon/matière (a) et évolution du coefficient de frottement en fonction de la température pour un poinçon polymère contre un PS choc pour une vitesse de rotation de à 6 tours.min^{-1} (b) [11].

Au vu de ces résultats, obtenus sur deux dispositifs différents, il apparaît que le frottement poinçon/feuille est probablement thermodépendant, du moins en ce qui concerne les couples étudiés. Dans le cas d'une feuille polystyrène, il semble que l'augmentation du frottement avec la température débute aux alentours de sa transition vitreuse.

Nous nous proposons d'étudier le comportement tribologique du couple particulier qui nous intéresse dans le cadre de ce travail à savoir le feutre contre le polystyrène. Nous avons choisi le second dispositif présenté qui est apparu relativement simple à mettre en place et qui permet d'étudier les effets de la température et de la vitesse de glissement. Nous le modifions toutefois légèrement.

V.1.2. Mesures expérimentales de laboratoire

Seul le frottement entre le feutre et la feuille en polystyrène est envisagé ici. En effet, des données existent dans la littérature concernant l'aluminium. De plus, ce dernier n'est que peu utilisé en contexte industriel.

a) Dispositif expérimental choisi

Le dispositif employé s'inspire donc des travaux de Hegemann et collaborateurs [11] et utilise un rhéomètre RMS 800 de Rhéometrics® en configuration plan/plan (figure V-6 (a)) [21].

Un échantillon de polystyrène est collé sur le plateau inférieur du rhéomètre (adhésif instantané cyanoacrylate résistant jusqu'à 150 °C). Un outil représentant la matière du poinçon est solidarisé au plateau supérieur par un système de ressort qui permet de corriger en partie les défauts de planéité du système. Pour limiter les gradients de vitesse de glissement sur le diamètre de l'échantillon, nous avons choisi une géométrie annulaire, également présentée

figure V-6 (a). Un système de centrage est utilisé au moment du collage pour s'assurer du bon positionnement de l'échantillon. La géométrie de l'anneau en polystyrène choisie correspond à des rayons intérieur et extérieur de 7 mm et de 15 mm respectivement, le rayon de l'outil en feutre (R_p) étant de 13 mm. L'aire apparente de contact est donc ($A_a = p\,(R_p{}^2 - R_{\text{int}}{}^2)$) de 377 mm^2. La différence maximale de vitesse est de l'ordre de 30 % de la valeur moyenne, nos essais étant référencés en fonction de cette vitesse moyenne.

Le déroulement du test est le suivant :

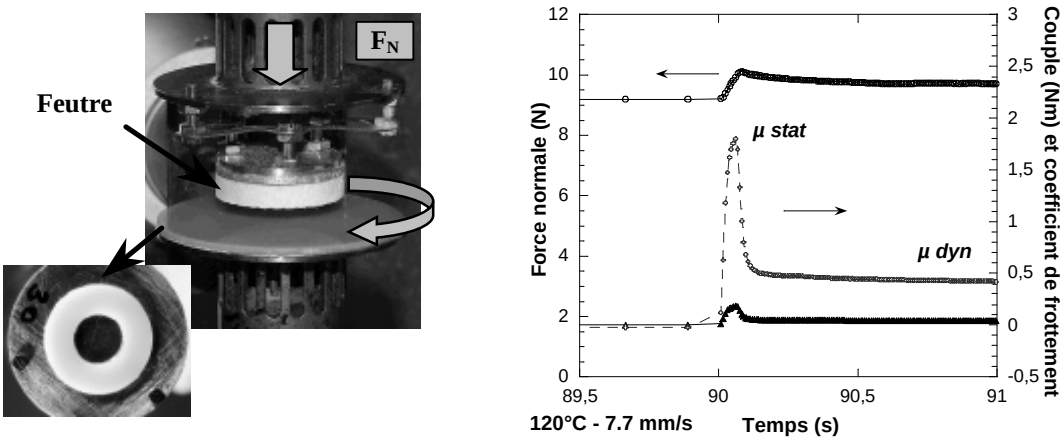
- le système est placé dans une enceinte régulée en température. La gamme de température accessible s'étend de -70 à 400 °C. Un temps de stabilisation de 15 minutes est appliqué afin de s'assurer que la température soit homogène,
- les deux plateaux sont mis en contact en imposant une force normale W. Une fois le niveau de force normale atteint, l'entrefer est maintenu fixe,
- le plateau inférieur ne peut-être mis en rotation qu'après un certain délai (Δt), qui est mesuré mais non contrôlé, à une vitesse angulaire w constante (de 0,001 à 100 $rad.s^{-1}$), le plateau supérieur étant fixe.

Contrairement au protocole d'Hegemann, nous avons donc choisi de mettre en contact les deux surfaces avant d'imposer une vitesse de rotation afin d'étudier la mise en place du glissement.
La gamme de force de contact accessible est comprise entre 2 10^{-3} et 20 N. Le couple résistant est mesuré à l'aide d'un capteur qui est placé sur l'axe du plateau supérieur et qui couvre une gamme de 2 10^{-5} à 0,2 N.m.

La mesure simultanée du couple C et de la force normale W au cours de l'essai permet, en supposant que la force normale est répartie de manière homogène et que le glissement s'établit sur toute la surface de contact, d'exprimer un frottement de type Coulomb selon l'équation V.6. Du fait de la géométrie utilisée, ce coefficient de frottement est une "valeur moyenne" correspondant à des vitesses de glissement comprise entre $w \times R_{int}$ et $w \times R_p$.

$$m = \frac{3}{2} \times \frac{R_p{}^2 - R_{\text{int}}{}^2}{R_p{}^3 - R_{\text{int}}{}^3} \times \frac{C}{W} \qquad \text{(V.6)}$$

Une évolution type du coefficient de frottement est présentée figure V-6 (b) (120 °C).



(a) (b)

figure V-6 : Montage du test de frottement utilisé (a) et détermination de coefficient de frottement de Coulomb d'après les mesures de couple et force normale à 120 °C et 7,7 $mm.s^{-1}$ (b).

L'amorçage du glissement correspond à un maximum que l'on caractérise par un coefficient de frottement statique m_{stat}, puis on observe une stabilisation qui indique la transition vers un coefficient de frottement dynamique m_{dyn}, inférieur à m_{stat}, correspondant au maintien du glissement. Ce dispositif permet donc l'étude des coefficients de frottement statique et dynamique en fonction de divers paramètres du contact. La reproductibilité des mesures est contrôlée par deux à trois essais par condition et est représentée par des barres d'incertitudes sur nos figures.

Nous avons réalisé les essais dans une gamme de température comprise entre 20 et 140 °C. Notons que les essais n'ont pas pu être réalisés à plus haute température en raison d'un décollement de l'échantillon observé dès 140 °C.

Les influences de la force normale et de la vitesse de rotation sont aussi étudiées. Compte-tenu de la géométrie du système et des gammes de mesure des capteurs, les niveaux de pressions moyennes de contact explorés, entre 5 10^{-3} et 3 10^{-2} MPa, restent inférieurs à ceux du procédé (4 10^{-1} MPa). Nous jugerons toutefois de l'effet de ce paramètre sur la gamme qui nous est accessible. Concernant la vitesse de glissement, nous estimons sur le prototype un ordre de grandeur de vitesse maximale d'environ 50 mm.s^{-1}. Les vitesses de glissement balayées, regroupées tableau V-1, sont donc bien représentatives.

w (rad.s^{-1})	7,69 10^{-3}	7,69 10^{-2}	7,69 10^{-1}	7,69
$(v_g)_{min}$ (mm.s^{-1})	5,4 10^{-2}	5,4 10^{-1}	5,4	54
$(v_g)_{max}$ (mm.s^{-1})	10^{-1}	1	10	100
$(v_g)_{moy}$ (mm.s^{-1})	0,077	0,77	7,7	77

tableau V-1 : Gamme de vitesse de rotation balayée et correspondance en terme de vitesse de glissement.

Nous testons également l'influence de l'épaisseur de la feuille afin de juger de la part de cisaillement du polymère dans nos mesures. En effet, le rapport « surface frottante sur volume déformé » conditionne le ratio « frottement/déformation volumique ». Une diminution d'épaisseur favorise donc le terme de frottement à l'interface par rapport au terme de déformation volumique [2].

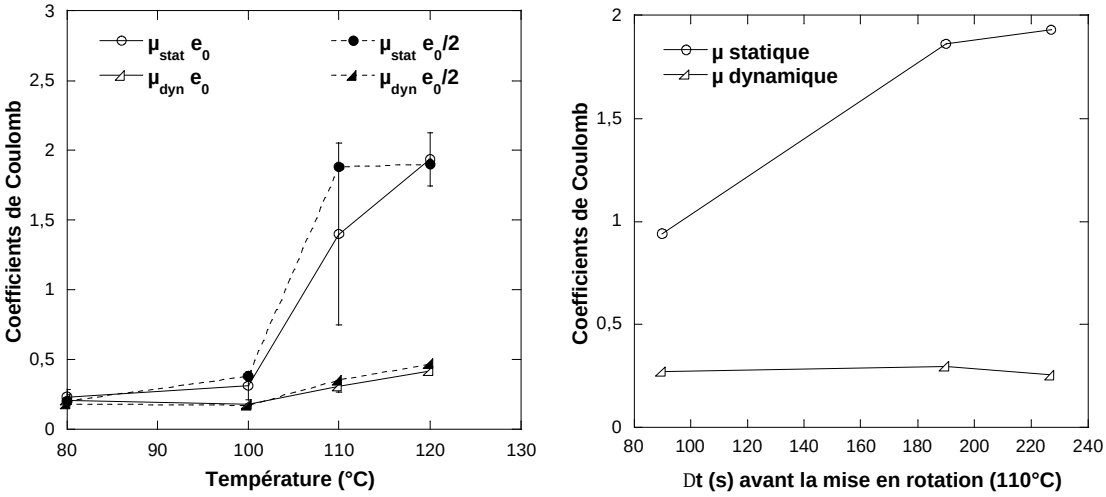
b) Vérification d'hypothèses : influence de l'épaisseur de la feuille, du temps d'attente Dt et de la force normale

Nous vérifions tout d'abord un certain nombre d'hypothèses concernant notre dispositif tribologique.

Nous observons peu de sensibilité des coefficients de frottement à l'épaisseur de l'échantillon de polystyrène, du moins jusqu'à 120 °C (effet compris dans la dispersion de la mesure) (figure V-7 (a)). Nos mesures de frottement apparent correspondent donc bien à des phénomènes intervenant à l'interface ou à proximité (contribution éventuelle d'un terme de labourage au frottement).

Le temps d'attente, Δt, entre la mise en contact des plateaux et le début de la rotation n'est pas contrôlé car la séquence des opérations n'est pas automatisée. Il est par contre mesuré, ce qui permet de montrer son influence sur l'amorçage du glissement, pour des températures supérieures à T_α : plus Δt augmente, plus le glissement est difficile à amorcer (figure V-7 (b) à 110 °C). Ce paramètre n'a par contre pas d'influence notable sur le coefficient de frottement

dynamique et le coefficient statique n'y est sensible que pour des températures supérieures à T_α. Cela pourrait en partie expliquer que le coefficient de frottement dynamique, et donc l'amorçage du glissement, est fortement variable lorsque le polymère est porté à une température proche ou supérieure à sa température de transition α (figure V-7 (a)). Les mesures de coefficient de frottement en régime établi (μ_{stat}) sont par contre reproductibles pour toutes les conditions d'essai (les barres d'erreur sont à peine visibles figure V-7 (a)).



(a) (b)

figure V-7 : Influence de l'épaisseur sur les coefficients de frottements apparents (a) : comparaison des évolutions avec la température pour la feuille initiale (e_0) et pour la feuille diminuée de moitié ($e_0/2$) ; Influence du temps d'attente, Dt, avant la mise en rotation du plateau inférieur sur les coefficients de frottement statiques et dynamiques (b) (vitesse de glissement moyenne 7,7 mm.s^{-1} et pression de contact apparente 3 10^{-2} MPa).

On peut l'interpréter en considérant l'évolution importante du comportement rhéologique du polystyrène au passage de sa transition vitreuse :

- En dessous de sa transition vitreuse, le polystyrène est peu déformable dans la gamme de pression étudiée, la valeur de son module étant de surcroît peu sensible à la vitesse de déformation. L'aire réelle de contact n'évolue donc pas de manière sensible avec le temps d'attente.
- Pour des températures supérieures à T_α, le polymère est un corps viscoélastique suffisamment malléable pour permettre un certain enfoncement des aspérités du feutre en son sein. Cela est d'ailleurs clairement visible sur les faciès des échantillons après essai mais également après une simple mise en contact (sans mouvement relatif). Le glissement est alors plus difficile à amorcer puisqu'il nécessite une certaine déformation du polymère (terme de déformation volumique par labourage du PS). L'amplitude de ce phénomène augmente probablement avec la température mais aussi avec le temps d'attente avant la mise en mouvement relatif (paramètre Δt), du fait du caractère viscoélastique du matériau. Les deux composantes du modèle de Tabor (équation V.5) contribuent donc probablement au frottement au delà de T_α.

Retenons de ces mesures que la détermination d'un coefficient de frottement statique reste délicate et fortement dépendante des conditions opératoires. Par contre, le coefficient de frottement dynamique, caractérisant un régime stationnaire, apparaît moins sensible. Il est en outre quasi-indépendant de la force normale appliquée sur la gamme explorée, même aux plus hautes températures (figure V-8). Cette indépendance avec la force normale est cohérente avec

le modèle de frottement de Coulomb, ce qui justifie a posteriori notre choix de loi de frottement. Nous supposerons que cette conclusion est extrapolable aux conditions de contact du procédé.

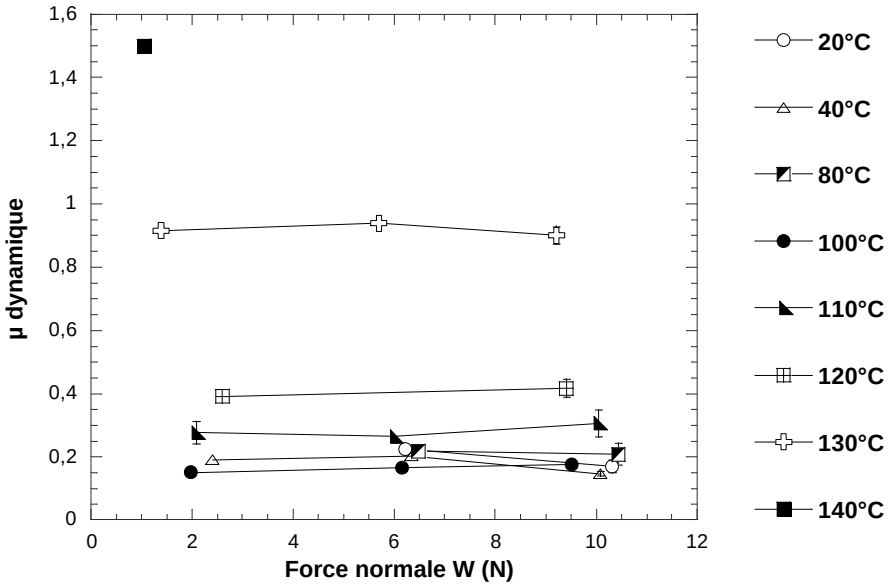


figure V-8 : Influence de la force normale sur les coefficients de frottement dynamique du couple polystyrène/feutre pour une vitesse de glissement moyenne de 7,7 mm.s^{-1} à différentes températures.

Dans la suite, nous nous appuierons donc principalement sur le coefficient dynamique pour interpréter nos résultats malgré le fait que la durée du contact dans le procédé (120 ms) ne permette pas d'assurer que le régime stationnaire soit réellement établi. Pour pondérer ces doutes, notons toutefois que le temps de mise en contact Δt n'existe pas dans le procédé et que cela est de nature à rapprocher le coefficient statique du coefficient dynamique. L'erreur induite par ce choix pourrait en être réduite. Une étude plus poussée serait peut être nécessaire mais dépasserait le cadre du présent travail dont le but essentiel est de valider l'importance des variations de coefficient de frottement dans les conditions de transformation.

c) Influence de la température

Les évolutions des coefficients de frottement statique et dynamique entre 20 et 130 °C sont présentées figure V-9 (a) pour une vitesse de glissement moyenne de 7,7 mm.s^{-1} et une pression de contact de 3 10^{-2} Mpa (W=10N).

Les coefficients statiques et dynamiques sont du même ordre de grandeur entre 20 et 80 °C (aux alentours de 0,2), puis on assiste à une augmentation rapide de ces coefficients avec la température au delà de la transition vitreuse du polymère. L'augmentation du coefficient de frottement statique est beaucoup plus importante que celle du coefficient dynamique, ce qui dénote une difficulté croissante à amorcer le glissement. Cet effet est probablement lié à l'enfoncement des rugosités du feutre dans le polymère. Ces résultats rappellent ceux de la littérature concernant le polystyrène [10, 11].

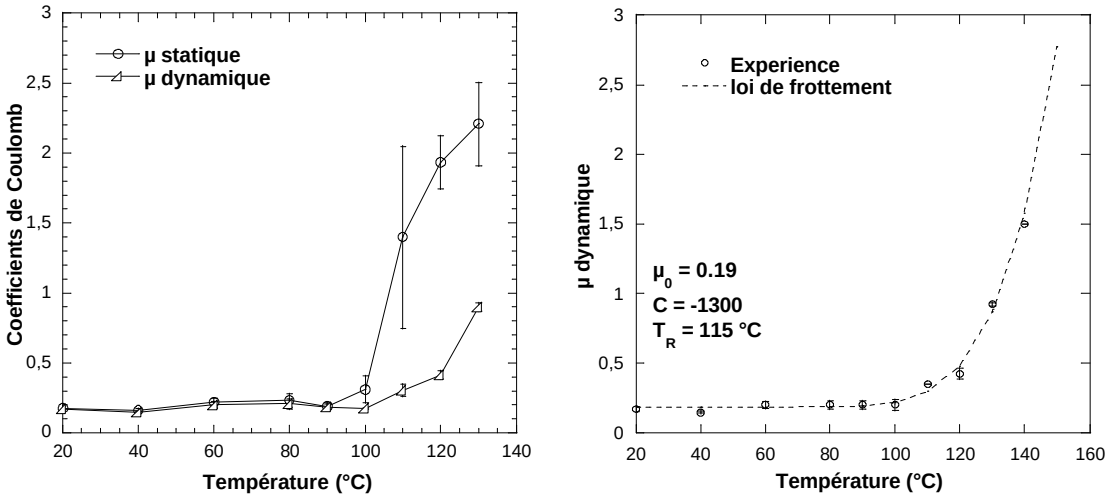
Nous avons observé qu'à partir de 140 °C le polymère est fortement lié au feutre ce qui se traduit par des coefficients de frottement très élevés et aboutit, dans certains cas, au décollement de l'anneau du plateau inférieur. Cela signifie que le contact feutre/polystyrène est alors plus

résistant que la colle qui doit maintenir lié l'échantillon au plateau inférieur et que l'on se rapproche d'un contact de type collant (si l'on admet que les performances de notre colle ne sont pas trop amoindries par la température). C'est également l'interprétation proposée par Hegemann et collaborateurs qui indiquent qu'au delà de 130 °C leurs mesures, concernant le frottement du PS choc contre une résine thermoplastique, impliqueraient un fort cisaillement du polymère [11].

Une bonne représentation de nos mesures dynamiques peut être obtenue en utilisant la loi thermodépendante (équation V.7) proposée par Laroche et collaborateurs [22] (figure V-9 (b)). Elle comprend trois paramètres : μ_0 la valeur du coefficient à basse température, T_R, une température de transition pour laquelle le coefficient de frottement vaut deux fois μ_0, et C un paramètre matériau qui permet d'ajuster la rapidité de la croissance du frottement avec la température.

$$m(T) = m_0(1 + f_T(T)) \text{ avec } f_T(T) = \exp\left[C\left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_R}\right)\right] \qquad \text{(V.7)}$$

Compte-tenu du peu d'effet de la force normale, nous avons utilisé tous nos essais pour identifier les paramètres, soit de 3 et 6 essais par température. Nos identifications conduisent à : $\mu_0 = 0{,}19$, $T_R = 115$ °C et C = -1300, pour une vitesse de glissement moyenne de 7,7 mm.s^{-1}.



(a) (b)

figure V-9 : Influence de la température sur les coefficients de frottement statique et dynamique du couple polystyrène/feutre pour une vitesse de glissement moyenne de 7,7 mm.s^{-1} et une pression de contact apparente de 3 10^{-2} MPa (10N) (a) ; Modélisation de l'évolution de μ statique avec la température (b) d'après la loi proposée par Laroche et collaborateurs [22].

A notre connaissance, il n'existe pas dans la littérature de modélisation du frottement avec ce formalisme pour le polystyrène.

En l'appliquant aux mesures expérimentales de Hegemann et collaborateurs concernant un polystyrène choc contre une mousse polymère [11] (frottement dynamique, figure V-5), nous obtenons toutefois des valeurs proches pour ces paramètres, à savoir : $\mu_0 = 0{,}15$, $T_R = 100$ °C et C = -1000, pour une vitesse de glissement moyenne de 6.3 mm.s^{-1}. Le paramètre T_R, gouvernant la température de début de croissance du coefficient de frottement, apparaît plus faible que pour notre mélange de polystyrènes. Bien qu'il n'y ait pas unicité de la valeur des paramètres de ce modèle, en particulier pour C et T_R, on peut remarquer que la température de transition vitreuse

du PS choc étudié est également plus basse (95 °C [11] contre 101 °C dans notre cas), ce qui est cohérent notre analyse : l'augmentation du frottement serait bien en corrélation avec le ramollissement du polymère à proximité de sa transition α.

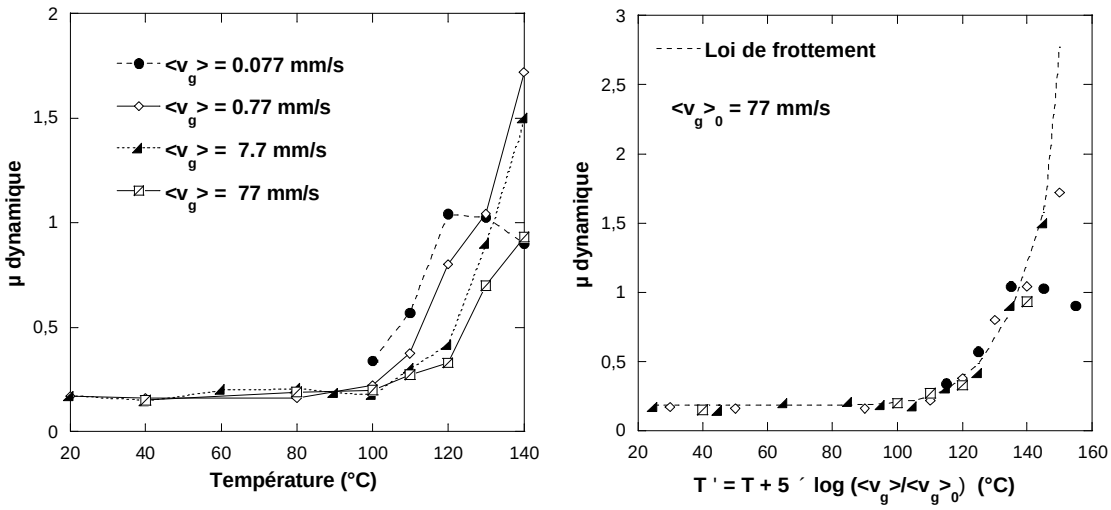
Notons pour finir que dans le cas d'un polypropylène frottant contre un polyacétal, Laroche et collaborateurs identifient les coefficients suivants : μ_0 = 0,17, T_R = 158 °C et C = -20000, soit une croissance du coefficient de frottement (dynamique) plus rapide intervenant à proximité de la température de fusion.

d) Influence de la vitesse de glissement

L'influence de la vitesse de glissement est testée sur une gamme importante de 4 décades (voir tableau V-1). Elle a peu d'influence sur le coefficient de frottement dynamique en dessous de 80 °C mais a un impact significatif pour des températures supérieures (figure V-10 (a)). A une température donnée, le coefficient de frottement dynamique diminue lorsque la vitesse imposée augmente. Ces observations ont déjà été relevées par d'autres auteurs pour le frottement d'un polymère amorphe (essais de rayure du PMMA par un pointe en diamant) [6, 7].

L'évolution du coefficient de frottement avec la température est du même type pour les 4 vitesses présentées, $<v_g>$, mais décalées vers les hautes températures lorsque la vitesse augmente. Pour la vitesse de glissement la plus faible (0,077 mm.s^{-1}), un maximum est observé entre 120 et 130 °C, suivi d'une décroissance. Cela pourrait provenir d'un contact polymère/feutre devenu collant et d'un cisaillement du polystyrène, comme cela a été suggéré par ailleurs [11].

Si l'on excepte cette décroissance, une courbe maîtresse peut être construite et permet de rendre compte de la double sensibilité du frottement avec la température et la vitesse (figure V-10 (b)). Le choix d'une vitesse de référence de 77 mm.s^{-1} et une translation horizontale de 5 °C par décade de vitesse suffit à obtenir la courbe.



(a) (b)

figure V-10 : Influence de la vitesse de glissement et de la température sur le coefficients de frottement dynamique du couple polystyrène/feutre pour une pression de contact apparente de 3 10^{-2} MPa (10N) (a) ; Courbe maîtresse obtenue par translation horizontale des courbes obtenues à différentes vitesses (vitesse de référence $<v_g>_0$ = 77 mm.s^{-1}) et modélisation de cette double évolution en fonction de la température et de la vitesse de glissement (b).

Ces effets couplés de la température de la vitesse ont déjà été décrits dans la littérature dans le cas d'élastomères frottant contre des surfaces rigides ou de polymères frottant contre eux-mêmes [3, 15, 19].

Nous les avons modélisés de manière empirique en adaptant la loi thermodépendante proposée par Laroche [22]. La dépendance en vitesse de glissement s'exprime au sein du paramètre T_R qui représente la température de transition, les autres paramètres de la loi restant inchangés (équation V.8) :

$$\begin{aligned} m(T) &= m_0(1 + f_T(T, <v_g>)) \\ f_T(T) &= \exp\left[C\left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_R(<v_g>)}\right)\right] \\ T_R(<v_g>)(°C) &= 105 + 2{,}2 \times \ln(<v_g> / 0{,}007) \end{aligned} \tag{V.8}$$

Ce modèle représente avec un bon accord la courbe maîtresse présentée figure V-10 (b).

L'analyse des propriétés viscoélastiques linéaires du mélange de polystyrène étudié (DMTA en torsion) fournit une dépendance de la température de transition α avec la fréquence de sollicitation *w* du même type (équation II.4 au Chapitre II). Le fait que T_R et T_α soient très proches laisse imaginer que le frottement est en partie gouverné par la proximité de la transition vitreuse et, dans le cadre de l'approche de Tabor [12], par le caractère viscoélastique du polymère impliqué dans la zone de labourage.

Retenons que le frottement feutre/polystyrène dépend de la température et de la vitesse de glissement. Son évolution avec ces paramètres a été quantifiée. Toutefois, afin de juger de la pertinence de ces mesures tribologiques à représenter le comportement en thermoformage, nous utilisons un second dispositif plus représentatif du procédé, à savoir l'impact multi-axial.

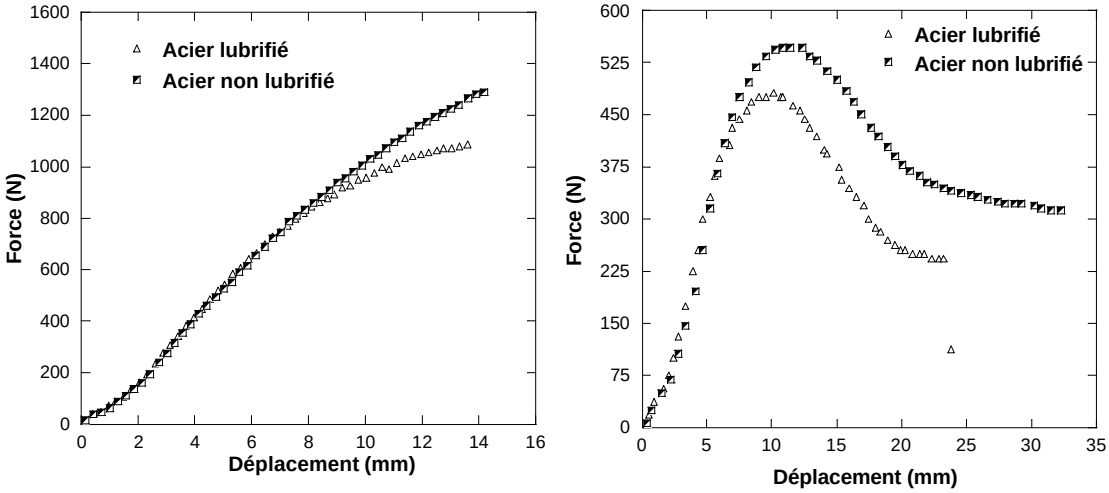
V.1.3. Analyse du frottement en impact multi-axial

L'essai d'impact multi-axial a été décrit en détails au Chapitre IV dédié à la caractérisation rhéologique du polystyrène dans la gamme du thermoformage. Nous avions alors utilisé un percuteur métallique lubrifié afin d'annuler le frottement. En modifiant la nature du contact, la rhéologie étant connue, ce test nous permet d'appréhender les effets du frottement.

Il permet en outre de s'affranchir des incertitudes liées à la mise en pression des essais précédents (Δt) ainsi qu'à l'ordre de grandeur de la force normale, qui sera dans ce cas équivalente à celle du procédé.

Les effets du frottement sur la localisation des déformations et les niveaux de force en impact multi-axial sont bien établis [23, 24, 25, 26] : la déformation est localisée dans une zone annulaire autour du poinçon lorsque le frottement entre l'impacteur et le polymère est important alors qu'elle se situe sous le pôle de l'impacteur dans le cas d'un contact sans frottement (μ=0). Les niveaux de force sont, quant à eux, croissants avec le frottement du fait de l'augmentation de volume de la zone de localisation des déformations.

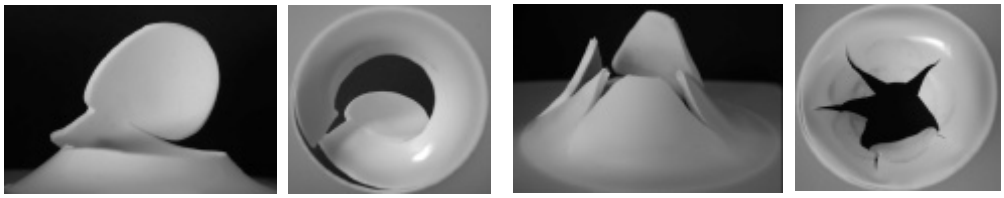
Nous retrouvons bien ces effets en comparant l'évolution des courbes force-déplacement (figure V-11) obtenues avec ou sans lubrification (à l'aide d'une graisse silicone) du poinçon métallique (alliage de titane dans notre cas).



(a) (b)

figure V-11 : Mise en évidence du frottement d'un poinçon métallique (alliage de titane) par comparaison des courbes force-déplacement obtenues en impact multi-axial avec et sans lubrification à 70 (a) et 110 °C (b) pour une vitesse d'impact de 1 m.s^{-1}.

L'effet du frottement sur l'évolution du signal de force est initialement faible puis s'accentue pour les déplacements plus importants, aux alentours et au-delà du maximum de force. Ceci reflète une modification de la localisation des déformations, conséquence directe du frottement au niveau du percuteur, que l'on peut également observer sur les faciès de rupture (figure V-12).



(a) : Contact non lubrifié (b) : Contact lubrifié

figure V-12 : Influence du frottement sur les faciès de rupture :poinçonnement à 1m.s^{-1} et à 70 °C.

Nous avons donc adapté un embout en feutre de 50 mm (figure V-13) sur le montage expérimental décrit au Chapitre IV tout en conservant la géométrie de l'essai. Le montage utilisé est équipé d'un capteur de force piezzo-électrique de capacité 7,5 kN qui est déporté à 150 mm du point d'impact.

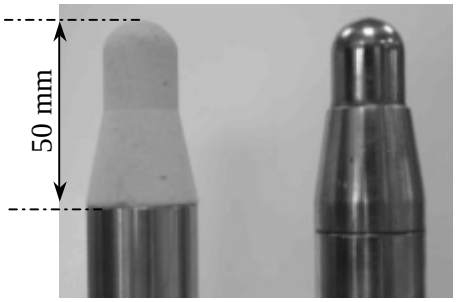


figure V-13 : Adaptation du test d'impact multi-axial pour utiliser un poinçon feutre : géométrie des embouts.

a) Courbes expérimentales F=f(d)

Nous comparons les résultats d'essais menés avec le feutre à ceux menés avec le poinçon métallique lubrifié. L'équivalence des deux systèmes a bien entendu été vérifié par ailleurs. Nous avons réalisé des essais d'impact à 90, 110 et 130 °C pour deux vitesses encadrant la vitesse d'impact du prototype de thermoformage (0,5 $m.s^{-1}$) : 0,18 et 1 $m.s^{-1}$ (figure V-14).

Dans tous les cas, les niveaux de force observés sont supérieurs dans le cas du poinçon feutre, manifestation d'un certain frottement à l'interface. Il semble également qu'en proportion, la perturbation augmente avec la température. Cependant, une analyse directe du signal force-déplacement est hasardeuse car il ne reflète qu'indirectement les effets du frottement. En outre, les échelles sont très différentes d'un essai à l'autre et la rupture du matériau est précoce à 90 °C.

Nous pouvons toutefois conclure qu'un frottement existe à l'interface feutre/PS et qu'il doit être possible de l'estimer par analyse inverse des courbes expérimentales pour différentes conditions d'essai (température et vitesse d'impact). Dans cet objectif, une vitesse supplémentaire de 3 $m.s^{-1}$ a été testée afin de mieux juger de l'effet de la vitesse d'impact.

b) Simulation numérique (Forge2 â)

Les simulations sont conduites à l'aide du code de calcul par éléments finis Forge2®. Il s'agit d'un code volumique axisymétrique développé initialement pour simuler la mise en forme (et en particulier le forgeage) des métaux. Ses domaines d'application ont été étendus à d'autres matériaux et en particulier les polymères.

La configuration et le maillage de la feuille initiale utilisés sont présentés figure V-15. Un remaillage automatique est réalisé au cours du calcul. Les simulations sont réalisées pour deux températures (90 et 130 °C) pour les trois vitesses d'impact (0,18, 1 et 3 $m.s^{-1}$). Les géométries du poinçon et de la feuille sont bien sûr celles des essais expérimentaux.

L'emprise dans le porte échantillon est décrite par des conditions de contact collant bilatéral, qui modélise le fait qu'aucun glissement n'est observé expérimentalement dans cette zone du fait de la force de serrage. Nous considérons que la lubrification des essais lubrifiés assure un contact sans frottement (μ=0). Dans le cas du feutre, nous appliquons un coefficient de frottement de Coulomb constant que nous ajustons pour représenter au mieux les courbes force-déplacement.

L'essai est isotherme et aucune dissipation mécanique n'est prise en compte en volume malgré qu'une approche viscoplastique ait été choisie pour le matériau. Cette non-dissipation est cohérente avec nos observations expérimentales (chapitre III et IV). Par contre, la dissipation thermique liée au frottement est prise en compte, mais elle reste négligeable dans notre cas.

Afin de reproduire numériquement l'essai expérimental, il est nécessaire de disposer d'une loi de comportement et des coefficients de cette loi pour notre matériau. Or, nous ne disposons pas vraiment de cette donnée. Et quand bien même, une modification du code serait alors nécessaire pour en tenir compte, ce qui dépasserait le cadre de cette étude. Notre objectif étant d'estimer numériquement les effets du frottement, nous avons pris le parti d'interpoler phénoménologiquement le comportement de notre matériau par une loi plus simple. Nous souhaitons en outre utiliser les moyens d'analyse inverse disponibles au laboratoire [27, 28] basés sur un formalisme général viscoplastique.

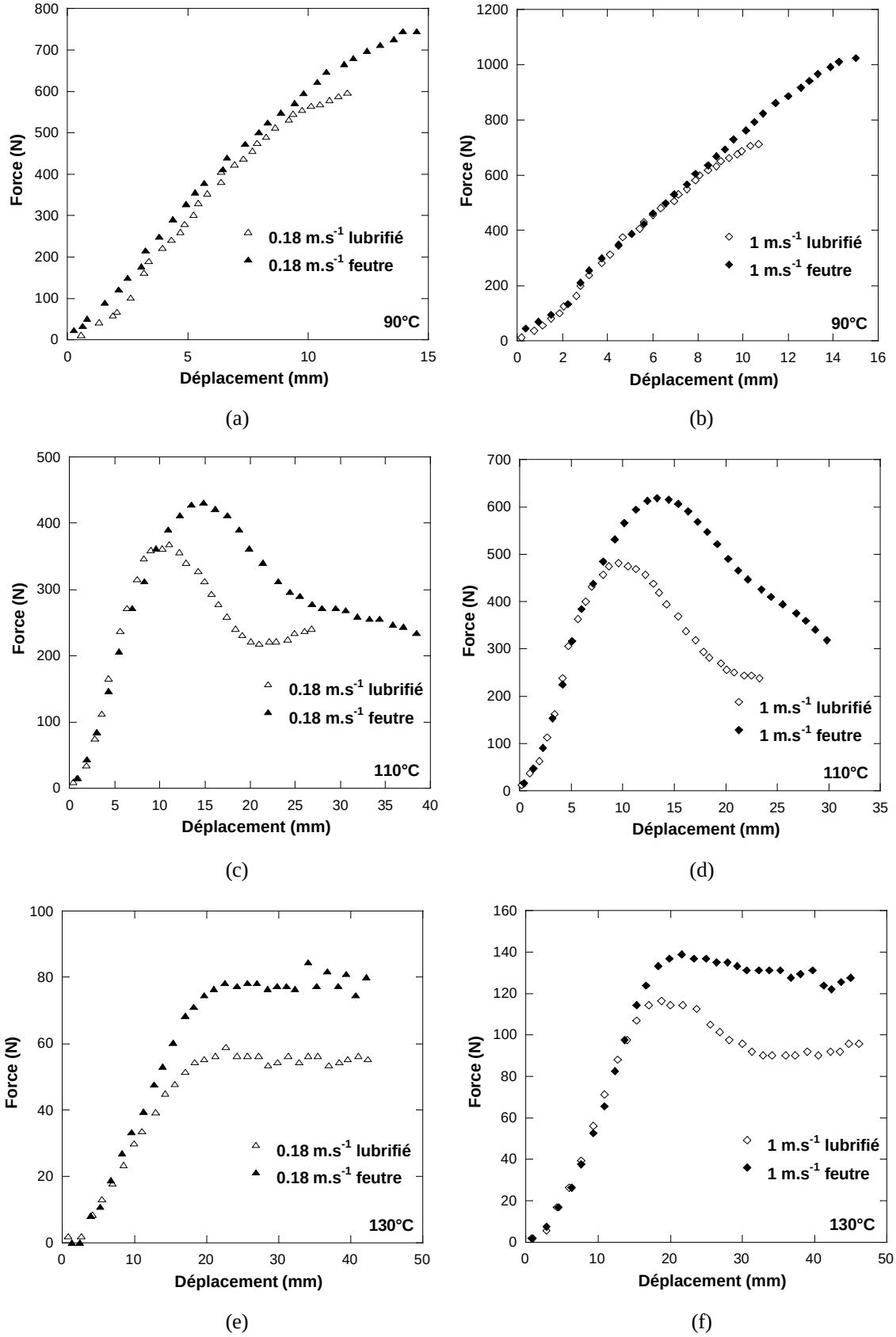


figure V-14 : Etude du frottement du poinçon feutre par comparaison des courbes force-déplacement obtenues en impact multi - axial avec un poinçon métallique lubrifié pour des vitesses d'impact de 0,18 et 1 m.s^{-1}à 90 ((a) et (b)), 110 ((c) et (d)) et 130 °C ((e) et (f)).

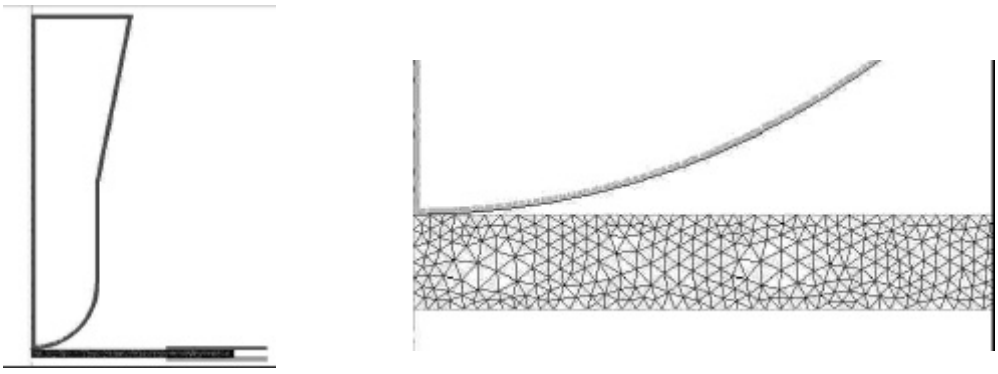


figure V-15 : Géométrie et maillage utilisés pour la simulation des essais d'impact multi-axial.

Nous choisissons donc une approche viscoplastique basée sur la loi de comportement de Norton-Hoff. Le matériau est supposé homogène, isotrope, incompressible et obéissant à la loi d'écoulement associée au critère de von Mises.

Il s'agit là bien sûr d'une forte approximation qui devrait toutefois être peu dangereuse dans le cas d'un chargement monotone. Le caractère incompressible est en accord avec l'expérience et nous avons déjà discuté de l'absence de dissipation mécanique. Le caractère isotrope a aussi été vérifié sur les essais de traction après chauffage au dessus de T_α (cf. chapitre IV). En dessous de T_α, nous conserverons cette hypothèse qui, de toute façon, ne saurait être levée dans une approche axisymétrique.

La loi phénoménolologique multiplicative de G'Sell-Jonas [29, 30] (équations V.5 et V.6), déjà utilisée dans le contexte du thermoformage [31, 32], est choisie.

Les paramètres de la loi (K, w, h et m) sont pré-identifiés pour les deux températures à partir des essais de traction uni-axiale réalisés pour différentes vitesses de sollicitation (tableau IV–5, Chapitre IV). Une optimisation automatique [27, 28] de ces paramètres est alors réalisée afin de reproduire les essais d'impact multi-axial lubrifiés correspondants. Il est en effet reconnu qu'un ajustement des paramètres est nécessaire lorsqu'on passe d'une sollicitation uni-axiale vers du multi-axial, en particulier en ce qui concerne le terme de durcissement structural [27].

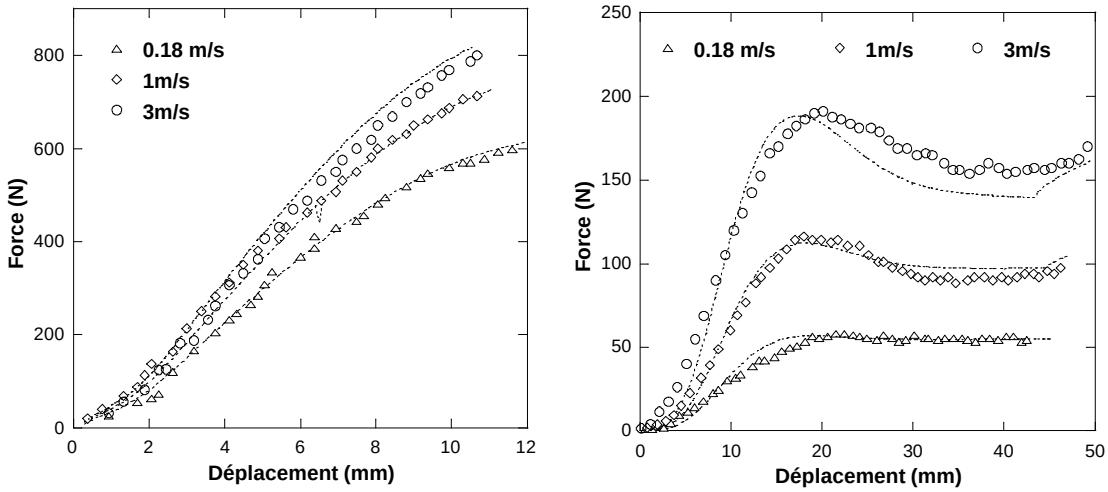
Le tableau V-2 regroupe les valeurs des différents paramètres de la loi optimisés qui conduisent à un accord raisonnable avec l'expérience (figure V-16), l'écart entre courbes simulées et expérimentales restant compris entre 2 et 10 %.

K (MPa.s^m)	K	m	w	h
90 °C	15.2	0,1	150	0,3
130 °C	0,54	0,4	10	0,3

tableau V-2 : Paramètres optimisés en impact multi-axial de la loi de G'Sell-Jonas.

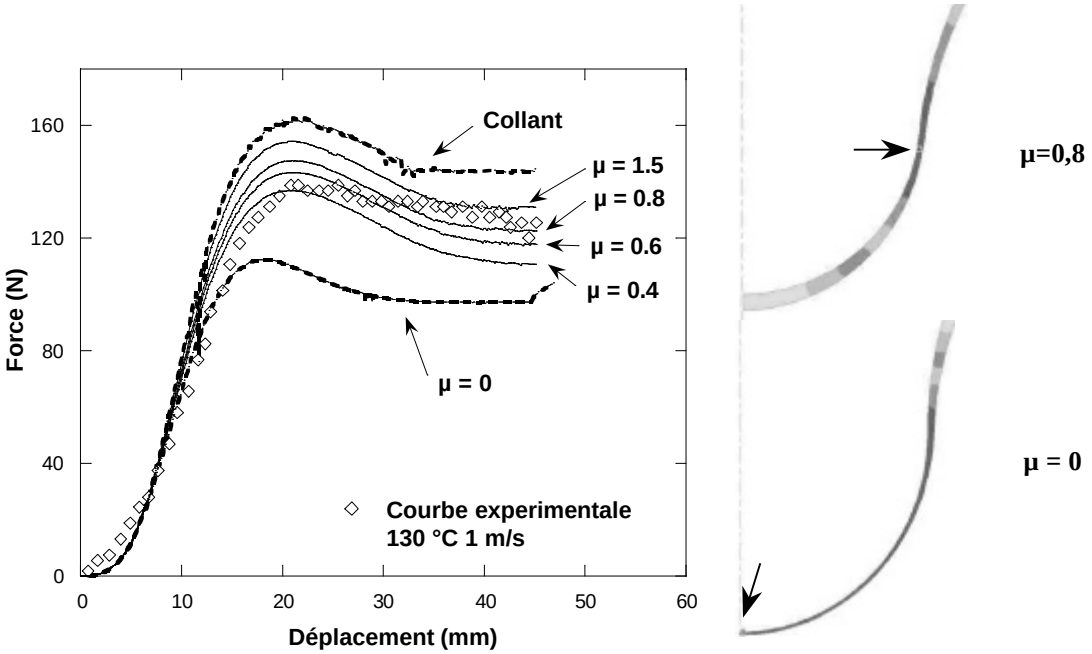
Les coefficients rhéologiques étant posés, l'effet du frottement peut être estimé numériquement. Dans tous les cas, les courbes expérimentales obtenues avec le poinçon feutre sont logiquement encadrées par les conditions limites correspondant à un contact sans frottement (μ=0) et un contact totalement collant (par exemple à 130 °C et 1 m.s^{-1} figure V-17 (a)).

L'influence du frottement sur la localisation des déformations est également illustrée figure V-17 (b) : annulaire en cas de contact frottant et déportée sous le poinçon en cas de contact sans frottement.



(a) : 90 °C (b) : 130 °C

figure V-16 : Reproduction des essais lubrifiés à 90 (a) et 130 °C (b) à partir de la loi de G'Sell-Jonas et des paramètres optimisés (tableau V-2) (μ=0).



(a) (b)

figure V-17 : Sensibilité numérique à la condition de contact imposée au niveau du poinçon dans le cas d'un essai à 130 °C pour une vitesse d'impact de 1 m.s^{-1} : force (a) et localisation de la déformation (b) (les flèches représentent la localisation de la déformation maximale pour un même déplacement du poinçon – 28 mm –).

La déformation sous le poinçon diminue donc lorsque le frottement augmente. Cela est clairement illustré figure V-18 (a) correspondant au suivi des épaisseurs de la feuille à proximité de l'axe de symétrie (1) et sur une zone plus latérale (2) pour plusieurs valeurs de μ dans le cas d'un impact à 130 °C et 1 m.s^{-1}.

Il apparaît, en outre, que la vitesse de glissement locale est partiellement contrôlée par le coefficient de frottement imposé, (figure V-18 (b)) : la vitesse de glissement diminue lorsque le

coefficient de frottement augmente, toutes choses étant égales par ailleurs. Elle est toujours plus faible pour le point le moins latéral (1) qui se déforme moins.

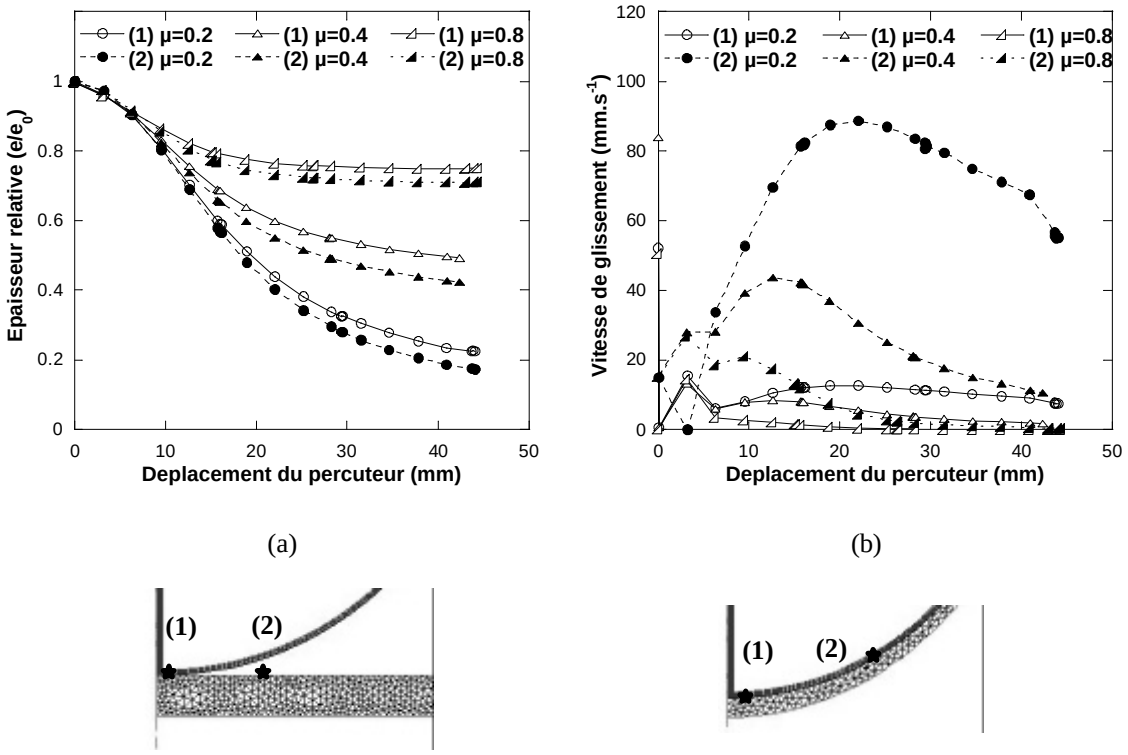


figure V-18 : Influence de la valeur de coefficient de frottement imposé au niveau du poinçon sur l'épaisseur de 2 points matériels (a) et la vitesse de glissement locale (b) en fonction du déplacement du poinçon dans le cas d'un essai à 130 °C pour une vitesse d'impact de 1 m.s^{-1} (représentation de leur situation sur la feuille initiale, à gauche, et en fin de poinçonnage à droite).

La vitesse de glissement varie donc au cours du temps et n'est pas homogène le long du contact. Ce paramètre est également contrôlé par la vitesse du poinçon puisqu'elle est définie comme la vitesse relative des deux corps (tableau V-3).

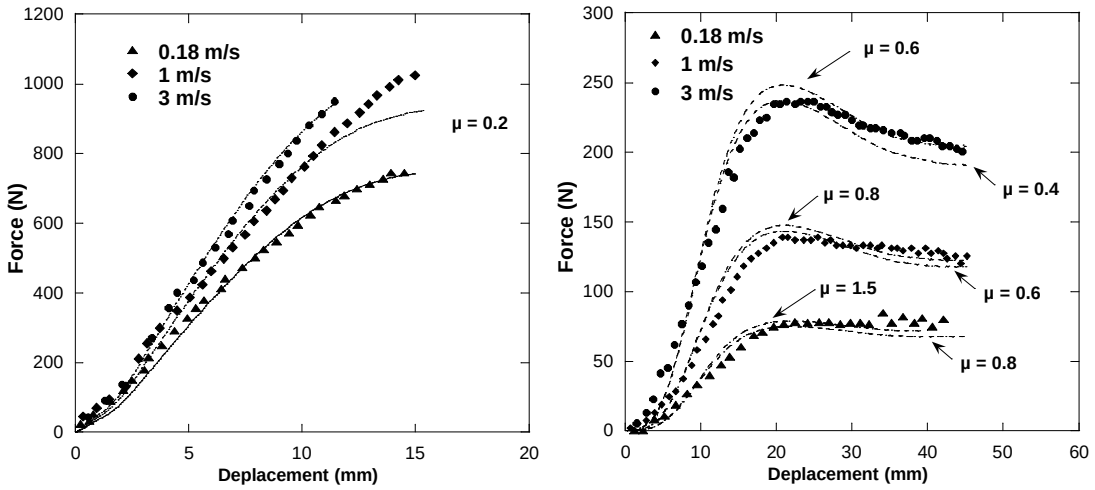
Vitesse impact (m.s^{-1})	μ=0,2	μ=0,4	μ=0,8
0,18		6 – 8 mm.s^{-1}	
1	7 – 89 mm.s^{-1}	2 – 43 mm.s^{-1}	0 – 20 mm.s^{-1}
3		20 –140 mm.s^{-1}	

tableau V-3 : Influence du coefficient de frottement et de la vitesse du poinçon sur la gamme de vitesse de glissement balayée par la matière sous le poinçon (points (1) et (2)) pour une température de 130 °C.

Ces simulations fournissent donc un ordre de grandeur de la gamme de vitesse de glissement balayée au cours du poinçonnage en fonction de la vitesse de l'outil. Elle peut varier d'une décade, les vitesses de glissement moyennes de nos essais de laboratoire les plus représentatives étant les deux plus hautes vitesses, 7,7 et 77 mm.s^{-1}.

Rappelons que, d'après nos mesures de laboratoire, ce paramètre pourrait influencer la valeur du frottement à l'interface poinçon/feuille. La vitesse de l'outil pourrait donc, en contrôlant pour partie la vitesse de glissement, jouer un rôle sur la déformation de la feuille sous le poinçon.

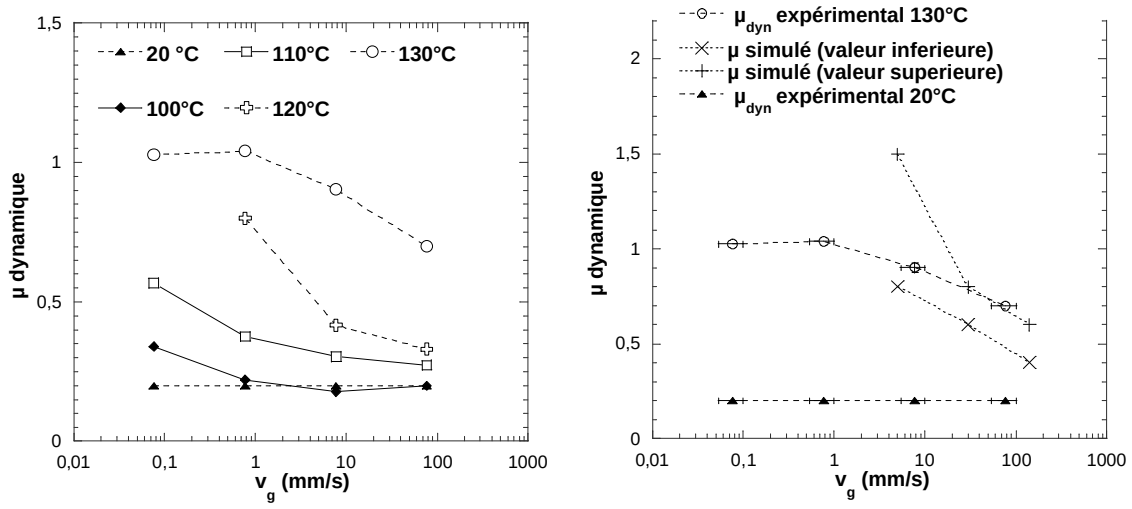
Les coefficients de frottement peuvent donc être estimés par une stratégie de type « essai-erreur » visant à reproduire au mieux les évolutions de force. De fait, nous proposons une gamme de coefficients qui reproduisent au mieux chacun de nos essais (figure V-19). Malgré l'imprécision de la technique, nous retrouvons la double sensibilité du frottement à la température et à la vitesse de glissement, partiellement imposée par l'outil, à savoir que le coefficient μ ne peut être considéré comme constant sur toute la gamme.



(a) (b)

figure V-19 : Identification numérique des coefficients de frottement permettant de reproduire les courbes force-déplacement expérimentales obtenues avec le poinçon feutre à 90 (a) et 130 °C (b) pour les 3 vitesses d'impact.

Les valeurs estimées sont en bon accord avec nos mesures de laboratoire, pour peu que l'on tienne compte de la vitesse de glissement observée dans la simulation (figure V-20).



(a) (b)

figure V-20 : Evolution des coefficients de frottement dynamiques mesurés sur tribomètre avec la vitesse de glissement pour différentes températures (a) et confrontation avec les coefficients de frottement ajustés numériquement (b).

A 90 °C (en dessous de T_α), un coefficient de 0,2 est satisfaisant pour les trois vitesses d'impact. Par contre, à 130 °C, le coefficient de frottement ajusté décroît lorsque la vitesse d'impact, et donc la vitesse de glissement, augmente.

V.1.4. Conclusions

L'étude sur tribomètre de laboratoire permet de chiffrer l'évolution du frottement feutre/polystyrène en fonction de différents paramètres du contact. La gamme de température et de vitesse de glissement explorée est en adéquation avec celle du procédé. Le coefficient de frottement est en outre apparu peu dépendant de la force normale en régime établi, ce qui justifie notre choix d'un modèle de Coulomb. La capacité de ce dispositif à fournir des coefficients de frottement représentatifs du contact en thermoformage assisté par poinçon a été vérifiée par l'analyse d'essais d'impact multi-axial à grande vitesse. L'extrapolation de nos mesures de laboratoire au procédé est donc justifiée.

Nous avons mis en évidence deux régimes de frottement, délimités par la température de transition α.

- En dessous de T_α, nous sommes en présence d'un frottement entre corps solides peu déformables. La contribution principale au frottement correspond alors au cisaillement des jonctions adhésives de l'interface (modèle adhésif de frottement). Le coefficient de frottement est constant (pas de transition statique/dynamique), de l'ordre de 0,2, et n'est pas sensible à une évolution de température ou de vitesse.
- Au delà de T_α, le polymère est un corps viscoélastique de bas module pouvant se déformer aux pressions de contact considérées. Un enfoncement des aspérités du feutre dans le polymère est observé, d'où une contribution supplémentaire au frottement par labourage viscoélastique (terme de déformation volumique du modèle de Tabor). Le glissement est donc plus difficile à amorcer (présence d'une transition statique/dynamique) mais aussi à maintenir (augmentation du coefficient). Ce phénomène est probablement responsable de la double sensibilité observée en température et en vitesse de glissement, qui semble être directement corrélée aux propriétés viscoélastiques du polystyrène dans notre cas.

Aux températures de mise en forme par thermoformage, le frottement feutre/polystyrène est donc fortement évolutif avec la température locale à l'interface mais aussi avec la vitesse relative entre les deux corps, en partie imposée par la vitesse du poinçon. Ces résultats, conformes à nos observations sur prototype de thermoformage (Chapitre III), soulignent donc la nécessité d'une bonne représentation des phénomènes thermiques à l'interface qui seront discutés ci-après. Une prise en compte de la dépendance avec la température est indispensable pour modéliser le frottement, point qui a déjà été relevé par d'autres travaux de la littérature. Nous montrons ici en addition que les effets de vitesse de glissement sont également importants et proposons une loi de frottement inspirée des travaux de la littérature et des approches de type WLF permettant de les représenter.

V.2. Thermique

V.2.1. Problématique de la thermique du contact

Nous montrons que les effets thermiques à l'interface poinçon/feuille conditionnent non seulement la rhéologie locale du matériau, soit sa capacité à se déformer, mais aussi le

frottement. Ils dépendent des propriétés thermiques des deux corps et de leurs températures initiales mais aussi de la durée et des conditions du contact.

Afin d'estimer de manière simple et rapide le refroidissement de la feuille après une mise en contact avec l'outil on utilise souvent l'hypothèse de contact parfait (sur la totalité de la surface) entre deux solides semi-infinis. L'équilibre des flux de chaleur en surface permet de définir une température d'interface θ_i comme une moyenne des températures initiales des deux corps, pondérée par leurs effusivités thermiques respectives *b* (équation III.2). Dans ce cas, les champs de température calculés dans les corps en contact évoluent au cours du temps mais gardent pour valeur commune cette température d'interface qui s'établit dès le début du contact (figure V-22 (a)). La question se pose de savoir si ce type de modèle est applicable pour représenter le transfert thermique en thermoformage.

En effet, du fait des irrégularités géométriques des surfaces, le contact entre les deux matériaux est en réalité imparfait et se localise uniquement au niveau de quelques points (aspérités des surfaces) séparés les uns des autres par un espace interstitiel (figure V-21 (a)). Le transfert de chaleur est ainsi perturbé du fait d'une constriction des lignes de flux (vers les zones de contact solide-solide) et de la résistance du milieu interstitiel, qui est généralement mauvais conducteur (passage solide-fluide-solide) [33]. Ce phénomène est généralement représenté par la notion de résistance thermique de contact (RTC).

En outre, l'hypothèse de milieu semi-infini semble pouvoir être mise en doute pour la feuille de polystyrène qui est fine (de l'ordre du mm). Dans le cas de deux corps finis (de longueur L) en contact parfait, Goizet [33] considère que cette hypothèse reste valable si le temps du phénomène étudié est inférieur au temps pour lequel, dans le cas du calcul semi-infini, la variation de température ressentie à l'abscisse L, ($T_L - T_L^{\,0}$), vaut 0,5 % de la température d'interface q_i (équation V.9) :

$$t < t' = \min\left(\frac{L^2}{16a}\right) \qquad \text{(V.9)}$$

avec a la diffusivité thermique ($a = \dfrac{k}{r \times C}$ en m².s^{-1}) du matériau, k sa conductivité thermique (W.K^{-1}.m^{-1}), r sa masse volumique (kg.m^{-3}) et C sa capacité calorifique (J.K^{-1}.kg^{-1}).

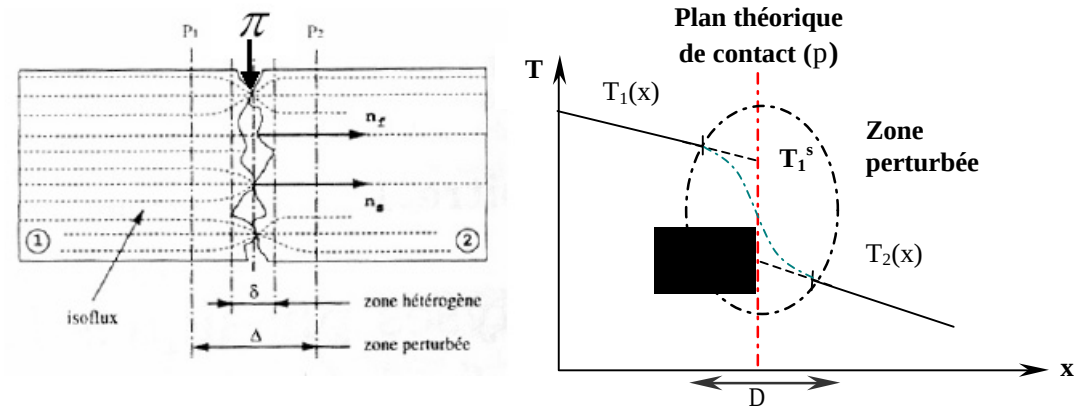
Dans notre cas (voir propriétés thermiques du polystyrène Annexe II), ce temps t' est supérieur à la seconde, ce qui indique que l'hypothèse de milieu semi-infini pourrait être valide pendant le poinçonnage (120 ms).

Nous présentons tout d'abord la notion de résistance thermique de contact pour ensuite estimer l'effet de ce paramètre sur la température d'interface du polystyrène dans l'échelle du temps du procédé (solution analytique et tests numériques de mise en contact). L'hypothèse de massif semi-infini sera également discutée sur la base de calculs numériques. Nous présentons enfin une tentative de détermination expérimentale de résistance de contact outil/polystyrène, conduite dans des conditions les plus proches possibles du thermoformage.

V.2.2. Contact non parfait : notion de RTC

Les transferts thermiques à l'interface réelle de contact sont complexes. Afin de simplifier leur modélisation, on introduit la notion de résistance thermique de contact (RTC) en remplaçant la

brusque variation de température dans la zone perturbée par une discontinuité de température ($T_1^S - T_2^S$) au plan théorique de contact (π), figure V-21 (b).



(a) (b)

figure V-21 : Transfert thermique à l'interface de contact de deux solides en régime thermique stationnaire : schéma du contact (a) d'après [33] et évolution des températures au sein des deux corps (b) (extrapolation des températures au plan théorique de contact P).

En régime thermique stationnaire, les températures fictives T_1^S et T_2^S sont obtenues par extrapolation, au plan théorique de contact, des températures au sein des deux corps (figure V-21). La résistance thermique de contact (RTC) s'exprime alors comme le rapport de la discontinuité de température au plan théorique de contact et du flux Φ qui le traverse (analogie électrique) (équation V.10) :

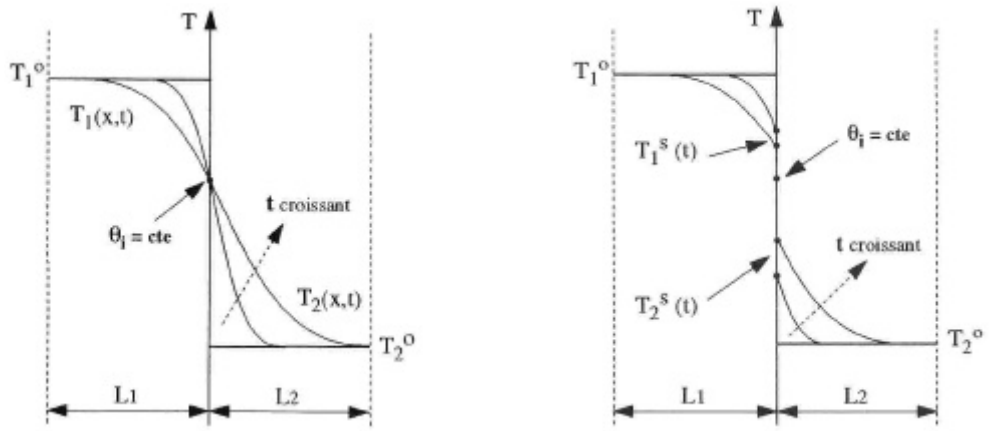
$$R = \frac{T_1^S - T_2^S}{\Phi} \text{ avec } \Phi = -k_1 \frac{dT_1}{dx} = -k_2 \frac{dT_2}{dx} \text{ (conservation du flux)} \qquad \text{(V.10)}$$

Notons que la notion de RTC peut également être utilisée en régime instationnaire si l'échelle de temps liée à son établissement reste faible devant le temps caractéristique du phénomène étudié [33]. On considère alors que le régime thermique au plan de contact est quasi stationnaire à chaque instant.

La résolution analytique du problème de brusque mise en contact de deux corps semi-infinis dans le cas d'un contact imparfait (caractérisé par une résistance thermique R que l'on suppose instantanément établie) permet de calculer les champs de température dans les deux milieux en fonction du temps [33]. Cette approche permet de représenter l'évolution du saut de température à l'interface en régime instationnaire ($T_1^S(t) - T_2^S(t)$) qui diminue au cours du temps pour tendre vers la température de contact parfait θ_i (figure V-22).

Le saut de température est supposé être réparti de part et d'autre de la température de contact dans le rapport inverse des effusivités thermiques (équation V.11) :

$$q_i = \frac{b_1 \times T_1^S + b_2 \times T_2^S}{b_1 + b_2} \qquad \text{(V.11)}$$



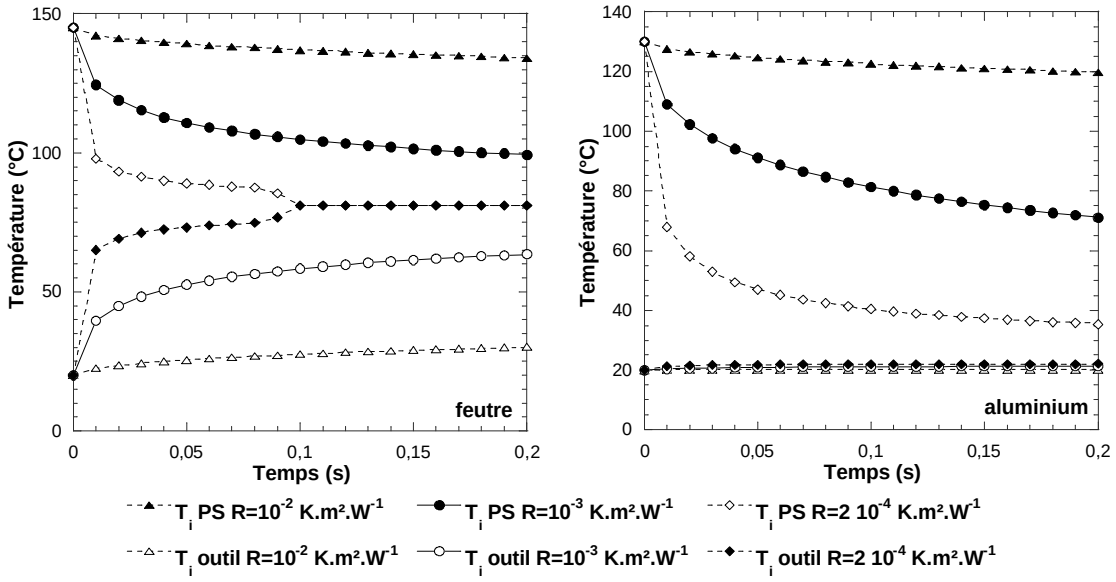
(a) (b)

figure V-22 : Cas de la brusque mise en contact de deux corps semi-infinis : évolution des champs de température au cours du temps au voisinage du plan de contact parfait (a) et imparfait (b)

La loi d'évolution temporelle du saut de température à l'interface est définie en fonction d'un temps caractéristique, τ, qui dépend de la valeur de la résistance thermique de contact, R, et des effusivités thermiques des deux corps (équation V.12) [33] :

$$\frac{T_1^{\,S}(t) - T_2^{\,S}(t)}{T_1^{\,0} - T_2^{\,0}} = \exp\left(\frac{t}{t}\right) \times erfc\left(\sqrt{\frac{t}{t}}\right) \text{ avec } t = \left(\frac{Rb_1b_2}{b_1 + b_2}\right)^2 \qquad \text{(V.12)}$$

Nous disposons ainsi d'une solution analytique permettant de tester la sensibilité du problème thermique particulier qui nous intéresse à la résistance thermique de contact. Nous considérons une température initiale de feuille de 145 °C et un outil (aluminium et feutre) à 20 °C et faisons varier la valeur de la RTC entre 10^{-2} et 10^{-5} m².K.W^{-1} (figure V-23).



(a) (b)

figure V-23 : Evolution des températures d'interface en fonction du temps de la feuille et de l'outil (feutre (a) et aluminium (b)) selon la valeur de la résistance thermique de contact d'après le calcul analytique d'une brusque mise en contact (imparfait) de deux corps semi-infinis d'après [33].

La température d'interface, θ_i, fournie dans le cas d'un contact parfait est de 81 °C dans le cas du feutre alors qu'elle est pratiquement imposée par la température du poinçon pour l'aluminium (22 °C). Pour la plus basse valeur de résistance thermique (10^{-5} m².K.W^{-1}), le contact peut être considéré comme parfait pour les deux natures de poinçon. Plus R augmente, moins le refroidissement de l'interface est efficace et le temps auquel la température d'interface est atteinte est retardée. Cette analyse montre que, pour des résistances thermiques de contact supérieures à 10^{-3} m².K.W^{-1} pour le feutre et à 2 10^{-4} m².K.W^{-1} pour l'aluminium, la température d'interface du contact parfait n'est probablement pas atteinte par la feuille pendant l'échelle de temps du poinçonnage (de l'ordre de 120 ms).

Notons que ce calcul analytique ne prend pas en compte le refroidissement supplémentaire de la feuille sur sa face externe (convection) et suppose que la feuille est semi-infinie. Afin d'estimer l'évolution de la température d'interface dans des conditions plus réalistes, des calculs numériques de mise en contact simple (pas de mouvement relatif) entre la feuille et l'outil ont été réalisés sous Forge2®.

Dans ce cas, le poinçon est assimilé à un cube de côté 10 mm indéformable appliqué contre une feuille. Les caractéristiques thermiques du feutre ou de l'aluminium sont, suivant les cas, affectées à ce cube. Sa température initiale est de 20 °C pour une température de feuille de 145 °C. Deux épaisseurs de feuille sont considérées (e_0 et 30 e_0). Les échanges sont convectifs sur la deuxième face avec un coefficient de convection de 17 W.K^{-1}.m^{-2} représentatif d'une convection libre dans de l'air [34]. Ces calculs permettent de retrouver les observations précédentes et confirment que la température d'interface du PS doit probablement évoluer au cours du temps pendant le poinçonnage pour les deux natures de poinçon (figure V-24).

Pour les deux poinçons, le refroidissement de l'interface apparaît plus rapide pour une feuille plus fine pour une même valeur de R, preuve que l'hypothèse de milieu semi-infini n'est pas valide (figure V-24). Le problème thermique doit donc être modélisé dans son ensemble en thermoformage (prise en compte de la convection).

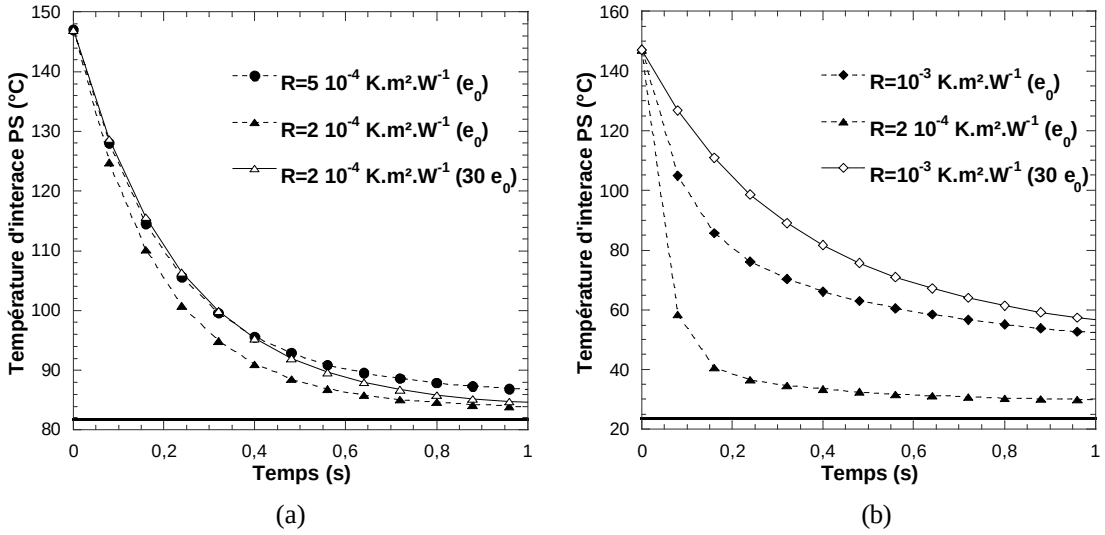


figure V-24 : Evolution de la température d'interface de la feuille de polystyrène (température initiale 145 °C) calculée (Forge 2Ò) au contact d'un poinçon feutre (a) et aluminium (b) de température initiale 21 °C selon la valeur de la RTC et de l'épaisseur de la feuille.

La valeur de la résistance thermique de contact semble avoir un effet plus significatif dans le cas de l'aluminium que du feutre. Cela peut s'interpréter en considérant les propriétés thermiques

différentes de ces matériaux. L'aluminium est un bon conducteur thermique et l'étape « lente » du transfert de chaleur entre l'outil et la feuille est donc le passage de l'interface. De ce fait, la résistance thermique de contact, qui conditionne ce transfert, est importante sur le refroidissement de la feuille. Par contre, pour le poinçon feutre, l'étape lente n'est pas au niveau de l'interface mais plutôt au niveau du transfert par conduction au sein de l'outil. De ce fait, l'importance relative du paramètre R sur la température d'interface s'en trouve amoindrie.

Les hypothèses de contact thermique parfait et de massif semi-infini semblent donc inappropriées en thermoformage. La résistance thermique de contact ne peut être a priori négligée et doit donc conditionner en partie le refroidissement imposé à la feuille. Elle jouera un rôle d'autant plus important que le poinçon est conducteur (aluminium).

Pour pouvoir représenter correctement les échanges poinçon/feuille, il est donc nécessaire de donner un ordre de grandeur réaliste à la résistance de contact. Dans cet objectif, nous avons adapté un dispositif expérimental, initialement conçu pour mesurer des RTC entre métaux [35, 36], afin de nous placer dans des conditions de contact les plus proches possibles du thermoformage.

V.2.3. Mesures expérimentales de RTC

Les mesures de résistance thermique de contact sont généralement basées sur une mesure de champs de température. Les travaux de la littérature concernant l'estimation de résistances thermiques de contact pièce/outil s'intéressent généralement à la mise en forme de pièces métalliques (par exemple le forgeage [33, 37] ou l'emboutissage [35, 38]) et donc à des couples métal/métal. Les montages expérimentaux consistent fréquemment à réaliser une brusque mise en contact de deux pièces métalliques censées représenter la pièce et l'outil de mise en forme. Les deux parties sont munies de thermocouples afin de mesurer l'évolution des champs de température en leur sein. Lorsque le dispositif expérimental favorise un transfert de chaleur unidirectionnel, l'évaluation de la RTC est directement déduite des champs de températures expérimentaux en régime permanent, conformément à sa définition (équation V.10).

Il est reconnu que la valeur de la RTC peut fortement dépendre des conditions du contact (pression, état de surface, lubrification) [33, 35, 37]. En particulier, la valeur de la RTC est diminuée sous haute pression, ce qui se conçoit aisément en considérant que l'aire réelle de contact augmente [35, 38]. Les conditions d'expérience doivent donc être choisies au plus proche des conditions réelles de mise en forme. La RTC dépend également de la durée du contact : le saut de température à l'interface diminue au cours du temps (figure V-22 (b)), soit une diminution de la valeur de la RTC apparente lorsque la durée du contact augmente [38]. Pour être significatives du contact en mise en forme, les mesures de RTC devraient donc être réalisées en régime transitoire, en correspondance avec la durée du contact du procédé.

Dans le cadre de ce travail, nous avons utilisé un dispositif expérimental développé au CEMEF pour l'identification de résistances thermiques de contact entre pièce et outils en emboutissage de tôles métalliques [35, 36]. La géométrie d'étude est telle que le transfert de chaleur est essentiellement conductif et uni-axial (figure V-25). Il a été adapté pour notre étude en utilisant des outils en aluminium et en feutre (diamètre 30 mm) pour représenter les poinçons que nous utilisons sur prototype de thermoformage. Son principe repose sur la mesure simultanée des champs de température au sein de deux outils enserrant la feuille de polystyrène, la force normale de serrage étant contrôlée.

La pression de contact (0,5 Mpa) et la température de feuille (entre 100 et 170 °C) sont représentatives du procédé. Par contre, la température des outils n'est pas celle du procédé, du

moins dans le cas du poinçon feutre non thermostaté en thermoformage. En effet, sur le dispositif présenté ici c'est l'outil inférieur, muni de cartouches chauffantes, qui permet de chauffer la feuille. L'outil supérieur n'est pas régulé en température.

Ce dispositif est équipé de thermoucouples de type K, implantés dans les outils y compris à proximité de l'interface (figure V-25). Notons que le temps de réponse de ces thermocouples (de l'ordre de la seconde), satisfaisant pour des mesures en régime permanent, ne permet pas d'étude en régime transitoire. Le réglage du parallélisme est effectué au montage des outils et validé à l'aide de papier pression.

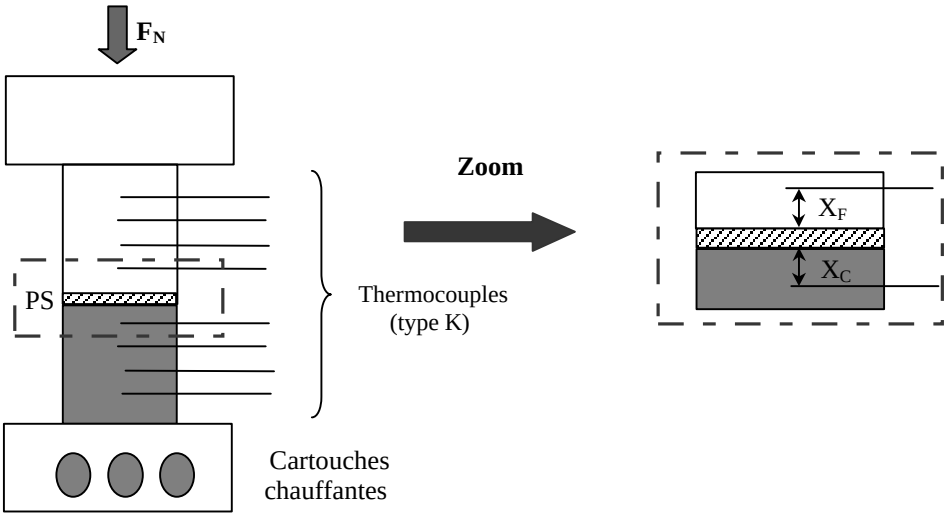


figure V-25 : Schéma du dispositif de mesure de résistance thermique de contact en régime thermique stationnaire (X_C=1.5 mm et X_F=4 mm).

Nos essais mettent en jeu un système à deux interfaces de contact. Le calcul de la résistance thermique de contact est basé sur une extrapolation au plan de contact des champs de température mesurés expérimentalement afin d'estimer le saut de température théorique, ΔT, ainsi que la valeur du flux, Φ, qui traverse l'interface de contact.

Lorsque le régime stationnaire est établi (conservation du flux thermique dans les deux outils), l'écart de température relevé entre les deux thermocouples aux distances X_F et X_C de part et d'autre de la surface de contact (figure V-25) s'exprime alors selon l'équation V.13, avec e_0 l'épaisseur de la feuille et k_{PS} sa conductivité, k_C et k_F étant respectivement les conductivités des outils chaud et froid.

$$\Delta T = (\frac{X_C}{k_C} + R_{outil_chaud/PS} + \frac{e_0}{k_{PS}} + R_{outil_froid/PS} + \frac{X_F}{k_F})\Phi \qquad \text{(V.13)}$$

Lorsque les deux outils sont de même nature, en considérant que la résistance thermique de contact polystyrène/outil est identique pour des températures d'outil, il vient (équation V.14) :

$$R = \frac{1}{2}(\frac{\Delta T}{\Phi} - \frac{X_C}{k_C} - \frac{e_0}{k_{PS}} - \frac{X_F}{k_F}) \qquad \text{(V.14)}$$

La connaissance de la conductivité thermique des matériaux en contact (Annexe II) permet alors d'en déduire la RTC. En réalité, les résistances de contact feuille/poinçon dépendent de la

température des deux corps et peuvent donc, à priori, être différentes pour les deux interfaces mises en jeu. Cependant, cet effet ne sera pas pris en compte.

Une telle exploitation en régime permanent fournit des valeurs de RTC probablement sous-estimées par rapport au procédé qui, compte-tenu de sa durée, devrait correspondre à un régime thermique transitoire. Ceci est d'autant plus vrai que, dans le cas du contact avec le polystyrène caoutchoutique, un certain enfoncement de l'outil en son sein pourrait conduire à une augmentation de l'aire réelle de contact pendant le temps nécessaire à l'établissement du régime thermique permanent.

Par ailleurs, compte-tenu des faibles conductivités thermiques des matériaux considérés (polystyrène et feutre), les temps de stabilisation nécessaires à l'établissement du régime thermique permanent se sont avérés très importants (plusieurs heures).

L'analyse en régime permanent a donc une validité limitée mais permet de donner un ordre de grandeur de RTC. Elle est complétée par une analyse en régime transitoire, la détermination d'une RTC étant possible en utilisant un flux moyen traversant l'interface, estimé à partir des flux traversant chacun des outils (équation V.14).

La détermination de RTC représentatives du thermoformage s'est finalement avéré difficile avec ce dispositif, non adapté à l'étude de matériaux peu conducteurs comme le polystyrène et le feutre. Outre une augmentation importante des temps de stabilisation, les imprécisions de mesures inhérentes à la méthode de détermination de RTC sont en fait accentuées dans le cas de matériaux peu conducteurs (Annexe IV). Les résultats qui ont pu être obtenus sont regroupés Annexe IV. L'incertitude sur nos mesures de RTC est finalement de l'ordre de 100 %.

Concernant le poinçon feutre, nos mesures indiquent que l'hypothèse de contact parfait est acceptable pour les longs temps de contact considérés (2 heures). Cela pourrait provenir de l'enfoncement probable du feutre dans le PS. Pendant le thermoformage, le contact est peut-être imparfait mais nous n'avons pas pu chiffrer la RTC dans ces conditions.

Pour le poinçon aluminium, nos mesures en régime permanent semblent indiquer que la RTC n'est peut être pas négligeable. Elle n'a toutefois pas pu être déterminée avec précision sur le dispositif étudié. Une gamme de variation, entre 1.1 10^{-2} et 10^{-3} °C.m².W^{-1}, est toutefois fournie.

V.2.4. Conclusions

Un ordre de grandeur de la température d'interface entre la feuille et le poinçon peut être fournie par un calcul rapide sous hypothèse de contact thermique parfait entre corps semi-infinis. Cependant il apparaît que, du fait de la faible durée du contact en thermoformage (de l'ordre de 120 ms), cette hypothèse n'est pas réaliste et que la résistance au transfert de chaleur ne peut être a priori négligée. En outre, l'hypothèse de milieu semi-infini apparaît inappropriée de part la finesse de la feuille mise en forme par thermoformage, malgré la courte durée du contact.

La température d'interface réelle de la feuille n'est donc probablement pas constante au cours du poinçonnage et est supérieure à la valeur calculée sous hypothèse de contact thermique parfait. Compte tenu de nos observations, la connaissance de son évolution au cours du poinçonnage apparaît indispensable si l'on souhaite représenter puis prédire les conditions du contact poinçon.

Se pose alors le problème de fournir un ordre de grandeur réaliste de la résistance thermique de contact qui dépend a priori de nombreux paramètres du contact (pression, température mais

aussi durée du contact). Nous avons dans ce but adapté un dispositif expérimental, initialement conçu pour mesurer des RTC entre métaux, en nous plaçant dans des conditions de contact les plus proches possibles du thermoformage. Ce dispositif s'est en fait avéré mal adapté à l'étude de matériaux peu conducteurs (feutre et PS), la méthode de détermination de RTC s'avérant alors trop imprécise.

Nous pouvons toutefois relever plusieurs observations de notre analyse.

- Concernant le poinçon feutre, la RTC apparaît négligeable pour les durées de contact mises en jeu par le dispositif expérimental utilisé. Ce résultat n'est pas nécessairement extrapolable en thermoformage. Il apparaît que l'étape limitante au transfert de chaleur n'est pas le passage de l'interface mais la dissipation dans la masse de l'outil, ce qui fait qu'une détermination précise de la RTC n'est peut-être pas fondamentale. Notons cependant que la prise en compte de l'évolution de la température d'interface au cours du poinçonnage est probablement importante puisque nous avons vu qu'elle modifie l'importance du frottement.
- Pour le poinçon aluminium, bon conducteur de chaleur, le transfert thermique à l'interface est par contre un phénomène du premier plan car limitant. La valeur de la RTC joue alors un rôle significatif. Nos résultats semblent indiquer que la résistance au transfert de chaleur dans le cas d'un contact aluminium/polystyrène n'est peut être pas négligeable. Elle n'a toutefois pas pu être déterminée avec précision sur le dispositif étudié. Une gamme est toutefois fournie.

La RTC en thermoformage reste donc un paramètre difficile à appréhender et nécessiterait une étude plus approfondie, sortant du cadre de ce travail. Nous testerons numériquement son influence au chapitre suivant en réalisant des simulations de l'étape de poinçonnage dans un code éléments finis. Une détermination plus précise nécessiterait en particulier la mise au point d'un dispositif spécifique et devrait, compte-tenu de la durée du poinçonnage, être réalisée en régime transitoire.

V.3. Conclusions

Cette étude des phénomènes intervenant au niveau du contact poinçon souligne l'existence d'un fort couplage entre la thermique du contact, le frottement et la rhéologie du polymère.

- Le poinçon refroidit la feuille ce qui modifie sa déformation via sa rhéologie locale mais aussi sa capacité à glisser sur le poinçon.
- Ce refroidissement est fortement conditionné par les propriétés thermiques du poinçon et sa température mais dépend aussi de l'intimité du contact (qui dépend de la capacité du polymère à épouser le poinçon) via la RTC et de l'importance du frottement qui pourrait contribuer à augmenter localement la température.
- Le frottement apparent poinçon/feuille est directement dépendant de la rhéologie locale du polymère, fixée par sa température. Nous avons en effet montré qu'il peut être corrélé aux propriétés viscoélastiques de volume du polystyrène.
- Si le polymère n'est que peu refroidi par le poinçon à l'interface (poinçon feutre), il glisse difficilement sur le poinçon. A contrario, si le refroidissement est tel que la température locale est inférieure à la transition α, le glissement est important mais nos observations sur prototype indiquent que la déformation est alors délocalisée vers des zones restées « plus chaudes ».

Une simulation pertinente du thermoformage assisté par poinçon passe donc par une modélisation correcte de ces différents aspects et de leur couplage pour pouvoir prédire la déformation de la feuille.

Nous proposons, à la suite de ce travail, des modèles phénoménologiques qui pourraient apporter une amélioration aux simulations existantes du thermoformage assisté par poinçon. Nous nous proposons au chapitre suivant d'utiliser un code éléments finis pour modéliser le thermoformage assisté par poinçon et plus particulièrement l'étape de poinçonnage qui fait intervenir les différents aspects du contact poinçon. Cela nous permettra de juger de l'apport de l'effort de modélisation physique réalisé dans ce travail dans un contexte numérique.

Références bibliographiques du chapitre V

[1] VANEL, L., *Le contact stator-rotor dans un moteur piézoélectrique : modélisation mécanique et étude du frottement métal-polymère en vue de l'optimisation du choix de la couche de frottement.* Thèse Doct. Sciences et Génie des Matériaux, Sophia-Antipolis : Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1996.

[2] MONTMITONNET, P., *Lois de frottement et mesure du frottement*, cours DEA « Science et génie des matériaux » de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2001.

[3] BRISCOE, B. J., TABOR, D., Friction and wear of polymers : the role of mechanical properties, *The british polymer journal*, 1978, 10, p. 74-78.

[4] LANCASTER, J. K., Basic mechanisms of friction and wear of polymers, *Plastics & polymers*, 1973, 41 (156), p. 297-306

[5] FELDER, E., *Dureté des corps, portance des aspérités et lois de frottement*, cours DEA « Science et génie des matériaux » de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2001.

[6] LAFAYE, S., *Propriétés mécaniques de friction et de déformation des surfaces de polymères solides*, Thèse Doct. Physique des Polymères, Strasbourg : Université louis Pasteur, 2002.

[7] GAUTHIER, C. and SCHIRRER, R., Time and temperature dependance of the scratch properties of poly(methylmethacrylate) surfaces, *J. Mater. Sci*., 2000, 35, p. 2121-2130.

[8] GAUTHIER, C, LAFAYE, S and SCHIRRER, R., Elastic recovery of a scratch in a polymeric surface: experiments and analysis, *Tribol. Int*., 2001, 34, p. 469-479.

[9] COLLINS, P., MARTIN, P.J., HARKIN-JONES E M. A and LAROCHE D., *Experimental investigation of slip in plug-assisted thermoforming*, In : SPE, ANTEC'2001 Conf. Proc., Dallas, USA (2001), p. 810-814.

[10] COLLINS, P., HARKIN-JONES E M. A.and MARTIN,P.J., The role of tool/sheet contact in plug-assisted thermoforming, *Int. Pol. Proc. XVII* , 2002, p. 361-369.

[11] HEGEMANN, B., EYERER, P., TESSIER, N., KOUBA K. and BUSH T., *Polymer-polymeric friction at temperatures and rates simulating the thermoforming process*, In : SPE, ANTEC'2003 Conf. Proc., Nashville, USA (2003), p. 791-795.

[12] BOWDEN, F. P., TABOR, D, *The friction and lubrification of solids, Part I*, Oxford : Clarendon press, 1958, 371 p.

[13] YAMAGUCHI, Y., Frottement des plastiques, *Techniques de l'ingénieur*, 1994, AM, AM3138.

[14] PASCOE, M. W., TABOR, D., The friction and deformation of polymers, *Proc. Roy. Soc. London A*, 1956, 235, p. 210-224.

[15] MAC LAREN and K. G., TABOR, D., Friction of polymers at engineering speeds : influence of speed, temperature and lubricants, *Wear*, 1965, 8, p. 79-83.

[16] LUDEMA, K.C. and TABOR, D., The friction and visco-elastic properties of polymeric solids, *Wear*, 1966, 9, p. 329-348

[17] LAFAYE, S, GAUTHIER, C and SCHIRRER, R., A surface flow line model of a scratching tip: apparent and true local friction coefficients, *Tribol. Int.*, 2004, 39, p. 113-127.

[18] ZAMBELLI, G et VNCENT, L., *Matériaux et contacts, Une approche tribologique*, 1e ed. Lausanne : Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, 1998, 337 p.

[19] BRISCOE, B., *The friction of polymers : a short review*, In : Proc. 7th Leeds-Lyon Symposium of tribology, N° 00682, Leeds (Engl.), 9-12 sept 1980, Westbury House, Guildford, 1981, p.81-92.

[20] YOSHIZAWA, H, CHEN, Y-L and ISRAELACHVILI, J., Fundamental mechanisms of interfacial friction:1. Relation between adhesion and friction, *J. Phys Chem*. 1993, 97, p. 4128-4140.

[21] ERNER A. and BILLON N., Thermal and friction effects during plug assisted thermoforming, Experimental approach, *Int. J. Forming. Processes*, 2005, (à paraître).

[22] LAROCHE, D., COLLINS P. and MARTIN P., *Modelling of the effect of slip in plug-assisted thermoforming*, In : SPE, ANTEC'2001 Conf. Proc., Dallas, USA (2001), p. 810-814.

[23] BILLON, N, *Inverse analysis of dart test, a tool for more efficient modelling of thermoforming.* In: PPS'17 Conf. Proc., Montréal, Canada (2001).

[24] BILLON, N., Comportement des polymères à grande vitesse - Application au choc. In : *La mise en forme des matériaux, 20 ans de recherche au CEMEF*, p.89-98.

[25] MAURER G., VON BERNSTORFF, B., RICHTER R. and BREUER, H., Charakterisieren von polymerwerkstoffen im instrumentierten durchstobversuch, *Kunststoffe*, 1989, 79,(12), p.1317-1322

[26] HEGEMANN, B. and EYERER P., *Various plug assist materials and their effect on the thermoforming characteristics of polymeric sheet*, In : SPE, ANTEC'2002 Conf. Proc., San Francisco, USA (2002).

[27] TILLIER, Y. *Identification par analyse inverse du comportement mécanique des polymères solides ; Applications aux sollicitations multiaxiales et rapides.* Thèse Doct. Sciences et Génie des Matériaux, Sophia-Antipolis : Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1998.

[28] TILLIER Y., MASSONI E., BILLON N., *Inverse method for the characterization of mechanical behavior of polymers under biaxial high velocity loading*, In : 4th World Congress on Computational Mechanics Conf. Proc., Buenos Aires, Argentine (1998).

[29] G'SELL, C. and JONAS, J. J., Determination of the plastic behaviour of solid polymers at constant true strain rate, *J. Mat.s Sci.*, 1979, 14, p. 583-591.

[30] G'SELL, Instabilité de déformation pendant l'étirage des polymères solides, *Rev. Phys. Appl*., 1988, 23, p. 1085-1101.

[31] VANTAL, M. H., *Etude numérique et expérimentale du thermoformage de polymères*. Thèse Doct. Sciences et Génie des Matériaux, Sophia-Antipolis : Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1995.

[32] BELLET, M., VANTAL, M.H. and MONASSE, B., Thermal effects in the numerical simulation of the thermoforming of multilayered polymer sheet, *International. Polymer Processing XIII*, 1998, 3, p. 299-308.

[33] GOIZET, V., *Etude expérimentale des mécanismes de transfert thermique à l'interface de contact pièce-outil lors d'une opération de forgeage à chaud*, Thèse Doct. Transferts thermiques, Nantes : Université de Nantes ISITEM, 1999.

[34] AGASSANT, J. F., AVENAS, P., SERGENT, J. P., VERGNES, B., VINCENT, M., Thermique et échange de chaleur dans les procédés. In : *La mise en forme des matières plastiques*, p.127-189, Paris : Technique & Documentation, Lavoisier, 1996, 3e ed.

[35] GARCIA ARANDA, L., *Etude thermo-mécanique et modélisation numérique de l'emboutissage à chaud de l'Usibor 1500.* Thèse Doct. Sciences et Génie des Matériaux, Sophia-Antipolis : Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2004.

[36] TRIOLET, N. Identification des résistances thermiques de contact entre pièce et outil, étude expérimentale. Rapport de stage, Mastère en Matériaux et Mise en Forme, Sophia-Antipolis : Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2001.

[37] MARCHAND, A.S., *Etude de la résistance thermique de contact à l'interface de solides déformables en frottement :application aux procédés de forgeage*, Thèse Doct. Thermique et Energétique, Lyon : INSA, 1998.

[38] NALEWAJK, V., NAUZIN, J.P. and CHASTEL, Y., *Importance of temperature control in warm deep drawing of aluminium*, In : Metal Forming 2004 Conf. Proc., Kraków, Poland (2004).

CHAPITRE VI : Validation numérique des résultats

Chapitre VI

Validation numérique des résultats

La simulation numérique est un outil important en contexte industriel. Elle doit permettre de prédire la déformation de la feuille et ainsi d'aider à la conception de nouveaux produits. Les codes actuels de thermoformage restent cependant peu satisfaisants dans le cas d'une assistance poinçon du fait de la difficulté à modéliser les conditions de frottement avec l'outil ainsi que la rhéologie de la feuille dans la gamme du procédé.

L'objectif de ce dernier chapitre est de juger de l'intérêt d'implémenter nos résultats dans un code de calcul. Nous ne développons pas de code à proprement parler mais nous utilisons nos résultats un à un dans un code existant pour évaluer leur impact sur la qualité de la simulation.

Nous avons acquis des informations rhéologiques illustrant le caractère fortement évolutif du comportement du polystyrène avec la température et la vitesse dans la fenêtre du procédé de thermoformage assisté par poinçon (Chapitre II et IV). Nous proposons une modélisation phénoménologique du comportement regroupant cette double évolution en un terme unique (Chapitre IV). Cette approche, bien que très imparfaite d'un point de vue physique, peut être plus pertinente que les modélisations précédentes et représente un intérêt à très court terme.

Par ailleurs, le frottement entre la feuille et le poinçon dans des conditions représentatives du thermoformage a été caractérisé (Chapitre V). Dans la plupart des codes ce frottement est représenté par un coefficient constant. Nous souhaitons ici juger de l'intérêt de la prise en compte de sa variation avec la température dans un contexte numérique.

Concernant la thermique du contact, il apparaît que les propriétés thermiques du poinçon sont primordiales à caractériser pour bien représenter le refroidissement de la feuille. Nous les avons donc mesurées pour le poinçon feutre (Annexe I), les données thermiques de l'aluminium étant fournies par la littérature. Une certaine résistance thermique de contact peut en outre exister et nous avons tenté d'en donner un ordre de grandeur expérimentalement (Chapitre V).

Cette meilleure caractérisation du matériau et du contact poinçon/matière devrait donc permettre d'améliorer les résultats des calculs numériques futurs.

Nous nous sommes principalement intéressés à l'étape de poinçonnage et aux conditions du contact poinçon [1]. Nos calculs montrent que les trois phénomènes intervenant au niveau du contact, rhéologie, thermique et frottement, ont une forte influence sur les résultats de la simulation numérique du poinçonnage. Notre effort de modélisation physique apparaît pleinement justifié, tant au niveau de la rhéologie que de la gestion du contact poinçon, les simulations étant améliorées en utilisant les modèles proposés identifiés au plus proche du procédé.

Sommaire

VI.1. Présentation du problème numérique 181
VI.1.1. Géométrie et maillage 181
VI.1.2. Thermique et gestion du contact poinçon 183
VI.1.3. Lois de comportement 184
a) Loi de G'Sell-Jonas [2, 3] 184
b) Loi phénoménologique en ($T-T_\alpha$) ou loi β 184

VI.2. Etude de sensibilité dans le cas d'un poinçon isotherme 187

VI.3. Introduction d'une thermique dans le poinçon 191
VI.3.1. Poinçon aluminium à 20 °C 191
VI.3.2. Poinçon feutre à 20 °C 192

VI.4. Conclusions 196

Nous avons choisi un code de calcul éléments finis volumique axisymétrique assez généraliste (Forge2®) (pot axisymétrique). Ce code a brièvement été décrit au Chapitre V et nous ne précisons ici que les conditions numériques des calculs réalisés. Nous choisissons tout d'abord un cas test pour tester la sensibilité du code aux différents paramètres : rhéologie, thermique et frottement.

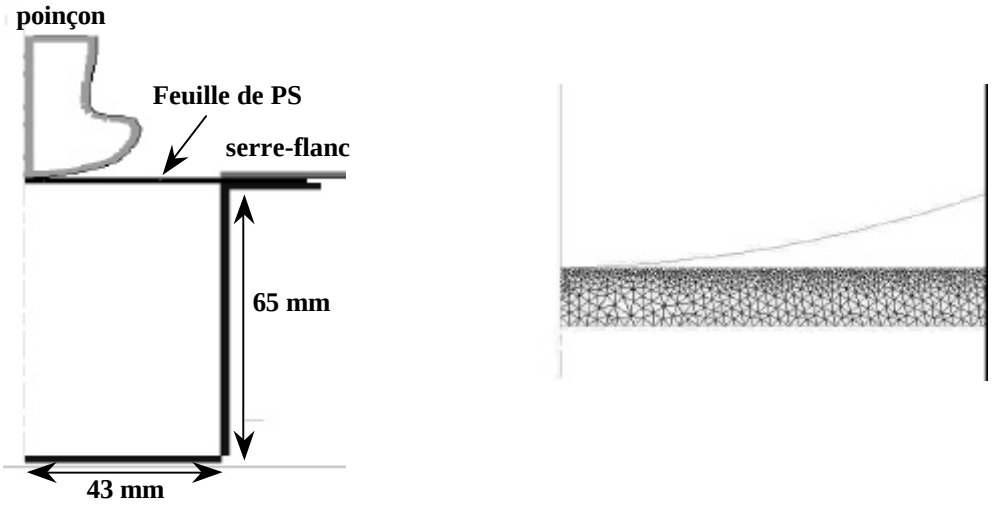
En ce qui concerne la rhéologie, nous testons l'apport de la loi phénoménologique proposée au Chapitre IV (loi β, équation IV–9 et IV–10) par rapport à la loi de G'Sell-Jonas [2, 3], pré-existante dans Forge2® et déjà utilisée pour la modélisation du thermoformage [4, 5]. Nous jugerons, dans les deux cas, de l'impact de la méthode de caractérisation des paramètres rhéologiques (traction seule ou optimisation à partir d'essais d'impact multi-axial).

Concernant les conditions du contact avec le poinçon, nous faisons varier la valeur du coefficient d'échange global (outil isotherme), qui gère le refroidissement de la feuille, ainsi que la valeur du coefficient de frottement. Nous avons ensuite pris en compte les évolutions de température dans le poinçon pour mieux rendre compte des différences entre le poinçon aluminium et le poinçon feutre. En fixant des ordres de grandeurs réalistes à tous les paramètres, nous jugerons alors de notre capacité à reproduire les résultats expérimentaux.

VI.1. Présentation du problème numérique

VI.1.1. Géométrie et maillage

La configuration employée pour nos simulations sous Forge2® est présentée figure VI-1. Nous reproduisons les conditions de thermoformage étudiées sur prototype afin de comparer nos résultats de simulation aux mesures expérimentales. La température initiale de la feuille est homogène, de 147 °C, et les deux natures de poinçon étudiées sur prototype ont été représentées : l'aluminium, pour des températures comprise entre 23 et 120 °C, et le poinçon industriel en feutre non thermostaté (23 °C).

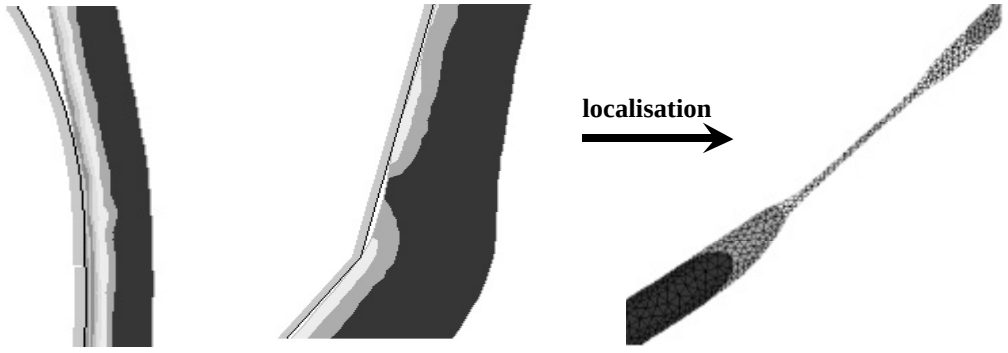


(a) (b)

figure VI-1 : Géométrie (a) et maillage (b) utilisés pour la simulation des essais de thermoformage assisté par poinçon sous Forge2®.

La géométrie du poinçon doit être modélisée avec le plus de précision possible. En effet, compte-tenu de l'importance du contact avec le poinçon et en particulier des effets thermiques, une géométrie grossière (peu de segments de droite) peut induire des artefacts au niveau du contact (i.e., perte de contact locale, cf. figure VI-2 (b)). Cela se traduit par des gradients thermiques non physiques qui conduisent à des localisations lors du soufflage. La précision des simulations apparaît donc directement dépendante de la précision avec laquelle sont représentées les conditions du contact poinçon et en particulier la forme du poinçon.

Le maillage de la feuille doit être suffisamment fin pour permettre de reproduire ses amincissements importants. Il est en particulier raffiné sur la surface supérieure de la feuille pour une meilleure précision au niveau du contact avec le poinçon (figure VI-1 (b)). Un remaillage automatique est effectué au cours du calcul.



(a) (b)

figure VI-2 : Influence de la géométrie du poinçon sur la thermique du contact : un poinçon lisse (a) refroidit uniformément la feuille alors qu'un poinçon reproduit avec peu de segments de droite (b) induit des phénomènes de localisation (striction) lors du soufflage.

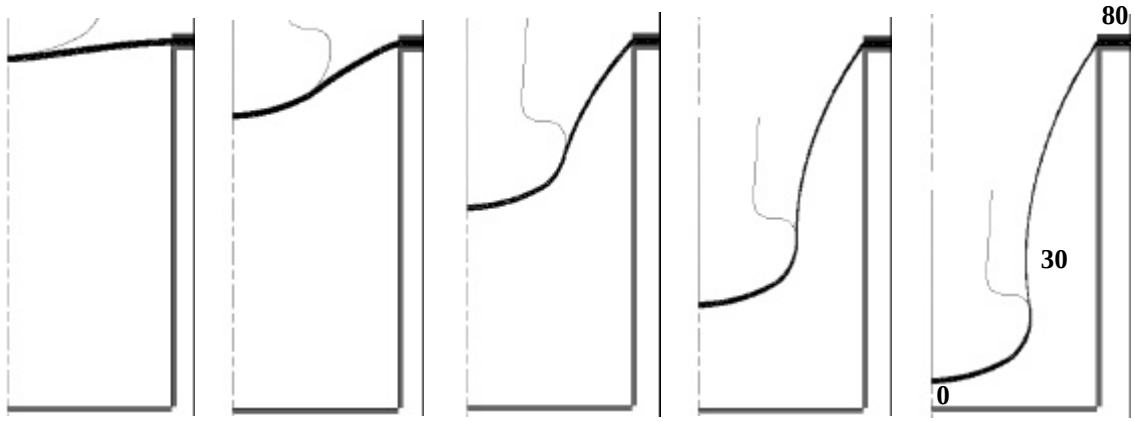
Les échanges thermiques avec l'air ambiant, supposé à 23 °C, sont pris en compte sur les surfaces libres via un coefficient de convection de 17 $W.K^{-1}.m^{-2}$ représentatif d'une convection libre [6]. Les parties du polymère en contact avec l'outillage (poinçon et serre-flanc) sont refroidies par conduction, éventuellement avec une résistance thermique. Seul le contact avec le poinçon est analysé. Concernant le serre-flanc, nous considèrerons un contact parfait et des outils toujours isothermes.

Concernant les frottements, l'emprise dans le serre-flanc est simulée par un contact collant bilatéral, c'est-à-dire interdisant tout mouvement relatif de la feuille par rapport au serre-flan, ce qui est conforme à nos observations expérimentales. Sous le poinçon, les conditions de contact sont modifiées en fonction de nos objectifs.

La simulation du procédé est réalisée en deux temps : poinçonnage puis soufflage. Concernant le poinçonnage, les paramètres cinématiques du poinçon correspondent aux conditions « standards » définies au Chapitre III, à savoir 0,5 $m.s^{-1}$ pour une course de 60 mm (92 % de la hauteur du moule). La cinématique de cette première étape est en bonne adéquation avec nos observations expérimentales (figure VI-3).

L'étape de soufflage peut techniquement être modélisée par Forge2®. Par contre elle reste délicate pour des raisons numériques. L'effort de simulation a donc principalement porté sur l'étape de poinçonnage, notre objectif étant de tester notre capacité à reproduire le contact poinçon/matière qui, comme nous l'avons souligné, est complexe et joue un rôle important sur les répartitions finales d'épaisseurs.

Les validations simulation/expérience se font principalement sur les répartitions d'épaisseurs en fin de poinçonnage selon l'abscisse curviligne de l'interrompu (figure VI-3 et Chapitre III). Il a également été vérifié que les ordres de grandeur numériques de force exercée sur le poinçon étaient réalistes par rapport aux forces expérimentales.



h=3 mm **h=15 mm** **h=30 mm** **h=45 mm** **h=60 mm**

figure VI-3 : Etape de poinçonnage simulée par Forge2® et abscisse curviligne (en mm) de l'interrompu après poinçonnage (h=60 mm).

VI.1.2. Thermique et gestion du contact poinçon

Une bonne simulation du thermoformage nécessite la prise en compte de l'évolution du champ de température dans la feuille thermoformée qui est rapide et importante [4, 5, 7, 8, 9].
Forge2® est un code thermomécanique qui résout l'équilibre mécanique et la conservation de l'énergie. Comme précédemment, nous négligeons pour ces calculs la puissance mécanique dissipée par le polymère en considérant le caractère hyper-élastique de la déformation et les auto-échauffements modérés effectivement mesurés au cours du poinçonnage (Chapitre III).
Un terme supplémentaire de dissipation thermique à l'interface entre le poinçon et la feuille est dû au frottement, modélisé par la loi de Coulomb. Cette dissipation est partagée entre les deux corps au prorata de leur effusivité respective.

Le poinçon est initialement considéré comme un outil isotherme, à la température T_0. Deux possibilités existent dans le calcul :

- le poinçon peut être considéré comme un volume maillé (à fort module afin de pouvoir négliger sa déformation) dans lequel l'équation de conservation de l'énergie est résolue. Dans ce cas, la température d'interface résulte directement de l'équilibre des flux par conduction dans le poinçon et la feuille avec, éventuellement, prise en compte d'une résistance thermique. Les propriétés thermiques du poinçon sont alors prises en compte explicitement et le poinçon n'est pas isotherme durant tout le processus.
- une deuxième solution simple consiste à ne représenter le poinçon que par sa surface externe et à le supposer isotherme pendant toute l'opération, ce qui est classiquement supposé en simulation [4, 5, 7, 8, 9]. Les propriétés thermiques du poinçon n'interviennent plus directement, mais un flux thermique, Φ, est imposé en surface (équation VI-1) :

$$\Phi = a_T \times (T - T_0) \qquad \text{(VI.1)}$$

Le refroidissement imposé à la feuille est alors géré par un coefficient d'échange global, α_T, qui doit rendre compte des échanges thermiques par conduction avec l'outil (qui n'est pas

réellement isotherme) mais aussi d'une éventuelle résistance au transfert thermique (RTC). Ce paramètre α_T, permettant de dimensionner l'importance de l'échange thermique, n'a que peu de sens physique. Son influence sera donc testée numériquement.

Dans ce cas, le poinçon reste isotherme ce qui revient à supposer sa conductivité thermique infinie. Cette hypothèse est forte mais admissible pour l'aluminium alors qu'elle ne l'est pas pour le poinçon en feutre qui est mauvais conducteur thermique. Toutefois, nous conserverons parfois cette hypothèse pour tester la sensibilité du code aux autres paramètres (rhéologie, thermique et frottement). Par la suite, nous réaliserons des simulations en considérant une thermique dans l'outil pour représenter de manière plus réaliste ses échanges thermiques avec la feuille.

Nous considérons initialement un coefficient de Coulomb constant pour les simulations, sa valeur étant dans tous les cas choisie à partir de nos mesures expérimentales pour le poinçon feutre et des résultats de la bibliographie pour l'aluminium [10]. Par la suite, la loi de frottement thermodépendante, identifiée au Chapitre V, sera testée.

VI.1.3. Lois de comportement

a) Loi de G'Sell-Jonas [2, 3]

Cette loi a été présentée au chapitre IV (équations IV.5 et IV.6). Ses paramètres ($K(T) = K_0 \exp(A/T)$, w, h et m) ont été identifiés température par température à partir des essais de traction uni-axiale isothermes (entre 90 et 130 °C) réalisés pour différentes vitesses de sollicitation (entre 5 10^{-4} et 30 s^{-1}, Chapitre IV). Ils évoluent de manière non simple, d'où une certaine difficulté à estimer les paramètres pour une température quelconque sans procéder à des expériences spécifiques.

Nos simulations ont été réalisées à 147 °C, mais nous ne disposons pas de données rhéologiques à cette température. Nous avons donc utilisés les paramètres m h et w déterminés en traction à 130 °C, les paramètres A et K_0 ayant été déterminés grâce à une courbe de tendance de l'évolution de K avec la température (tableau VI-1).

Ces paramètres rhéologiques sont ensuite optimisés par méthode inverse afin de reproduire les courbes force-déplacement expérimentales obtenues pour des essais d'impact multi-axial isothermes avec un poinçon métallique lubrifié (Chapitre IV). Comme précédemment, nous utilisons les paramètres m h et w optimisés pour une température de 130 °C (voir Chapitre V) et une estimation de l'évolution de la consistance avec la température pour identifier A et K_0 (tableau VI-1).

	K_0 (Mpa.s^m)	A (K)	m	w	h
Traction	7 10^{-8}	1.5 10^4	0,32	5.32	1.13
Impact	2 10^{-10}	8.7 10^3	0,4	10	0,3

tableau VI-1 : Paramètres de la loi de G'Sell-Jonas utilisés pour les simulations numériques : paramètres identifiés en traction uni-axiale et optimisés en impact multi-axial à 130 °C.

b) Loi phénoménologique en (T-T_a) ou loi b

La loi phénoménologique représentant les évolutions du comportement en fonction de l'écart à la transition α proposée au Chapitre IV a été implémentée via une routine utilisateur (équation

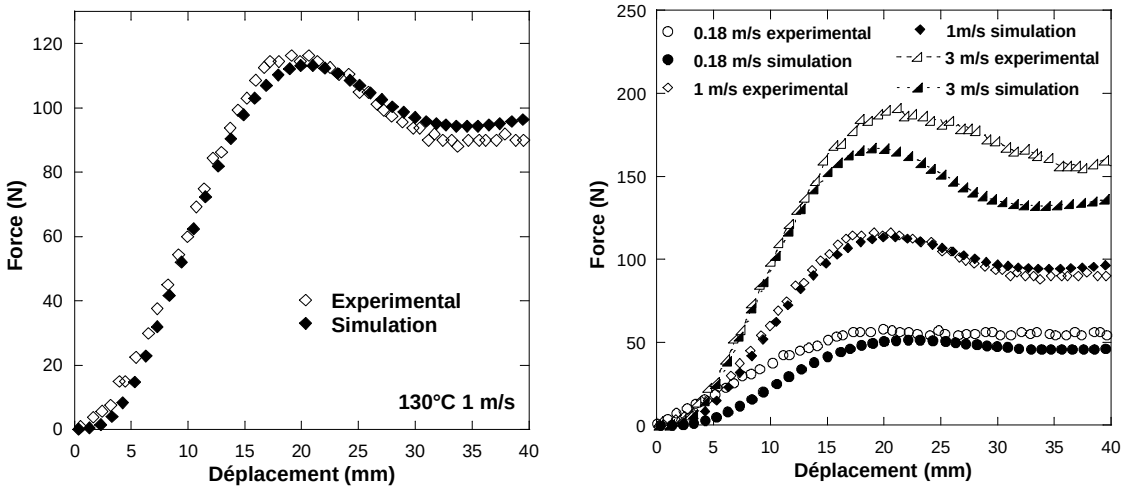
IV.11). Un unique jeu de 5 paramètres permet alors de décrire la double sensibilité du comportement à la température et à la vitesse de déformation (équations IV.9 et IV.10). Ces paramètres ont été identifiés sur la base d'essais de traction uni-axiale (Chapitre IV) et sont rappelés au tableau VI-2.

Tout comme pour l'approche initiale de G'Sell-Jonas, il est utile d'ajuster les coefficients obtenus en traction uni-axiale pour mieux modéliser le thermoformage. Nous utiliserons pour cela un test d'impact multi-axial réalisé à 130 °C pour une vitesse d'impact de 1 m.s^{-1} (figure figure VI-14 (a)).

Seuls les paramètres K_0, w et h sont ajustés, le terme β (paramètres a et b) regroupant les effets de la température et de la vitesse restant inchangé (tableau VI-2). La capacité de ce jeu de paramètre à reproduire d'autres essais d'impact multi-axial peut être jugée à 130 °C pour d'autres vitesses (figure VI-4 (b)), et à d'autres températures (figure VI-5).

	K_0 (Mpa)	w	h	a	b
Traction	2.78	42	0,7	-0,09	0,02
Impact	13.6	48	0,17	-0,09	0,02

tableau VI-2 : Paramètres de la loi phénoménologique en b(T-T$_a$) (équations IV.9 et IV.10) utilisés pour les simulations numériques : paramètres identifiés en traction uni-axiale à 130 °C et optimisés en impact multi-axial.



(a) (b)

figure VI-4 : Optimisation des paramètres rhéologiques de la loi b (équations IV.9 et IV.10) sur un essai d'impact multi-axial à 130 °C pour une vitesse de 1 m.s^{-1} (a) et validation sur des essais réalisés à d'autres vitesses pour une température de 130 °C.

Les résultats sont satisfaisants à 130 °C quelle que soit la vitesse. Par contre, nous sur-estimons les niveaux de force avec le calcul à 110 et plus encore à 90 °C par rapport aux résultats expérimentaux. Cela est peut être sans conséquence dans un contexte de calcul, l'important étant de reproduire le « durcissement thermique » du matériau refroidi. En effet, tant qu'une zone plus chaude existe, la déformation se localise dans cette zone. De ce fait, la zone froide mal simulée ne se déforme pas. Les paramètres sont par contre satisfaisants pour les températures les plus chaudes pour lesquelles la déformation a lieu.

Ce formalisme n'est donc pas totalement satisfaisant. Par contre, il représente un réel avantage par rapport au formalisme initial de G'Sell-Jonas en reproduisant mieux la forte dépendance au couple (température, vitesse) observée en impact avec un unique jeu de paramètre.

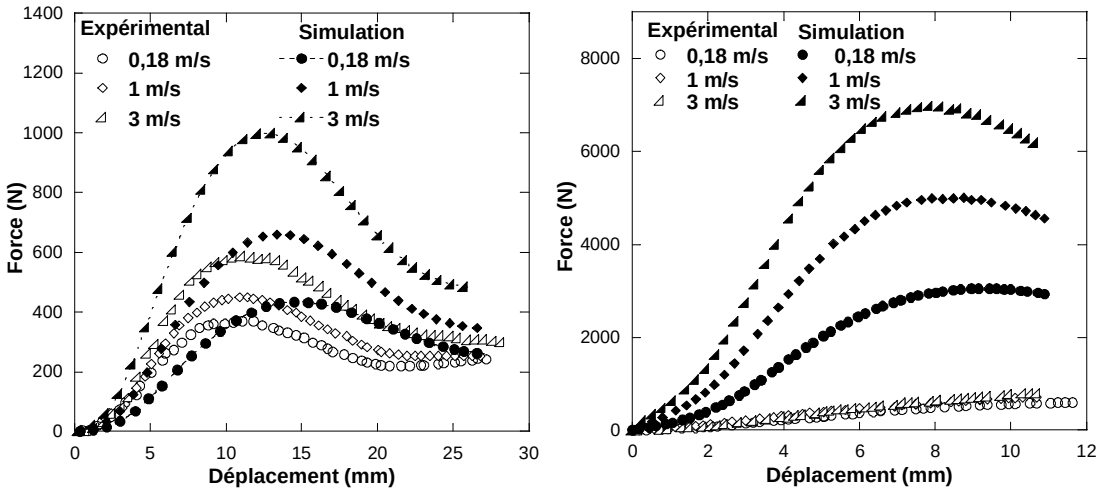


figure VI-5 : Validation de l'identification sur des essais d'impact multi-axial réalisés à 110 °C (a) et 90 °C (b) pour trois vitesses d'impact à partir des paramètres identifiés à 130 °C et 1 m.s^{-1}.

La validité de la loi implémentée a été testée (figure VI-6) sur un cas simple. Pour cela, un essai de traction sur un cylindre de longueur 12.5 mm et de diamètre 7.6 mm a été simulé, une condition de contact bilatéral glissant étant affectée aux deux interfaces outil-matière. Dans ce cas simple, la force de traction peut être calculée de manière analytique tant que la déformation du cylindre reste homogène sur toute la longueur. Les simulations sont réalisées avec la loi de G'Sell-Jonas et la « loi β », avec les paramètres identifiés en impact et présentés respectivement dans les tableaux VI–1 et 2. La comparaison de nos résultats simulés à cette estimation analytique permet de valider le code (figure VI-6).

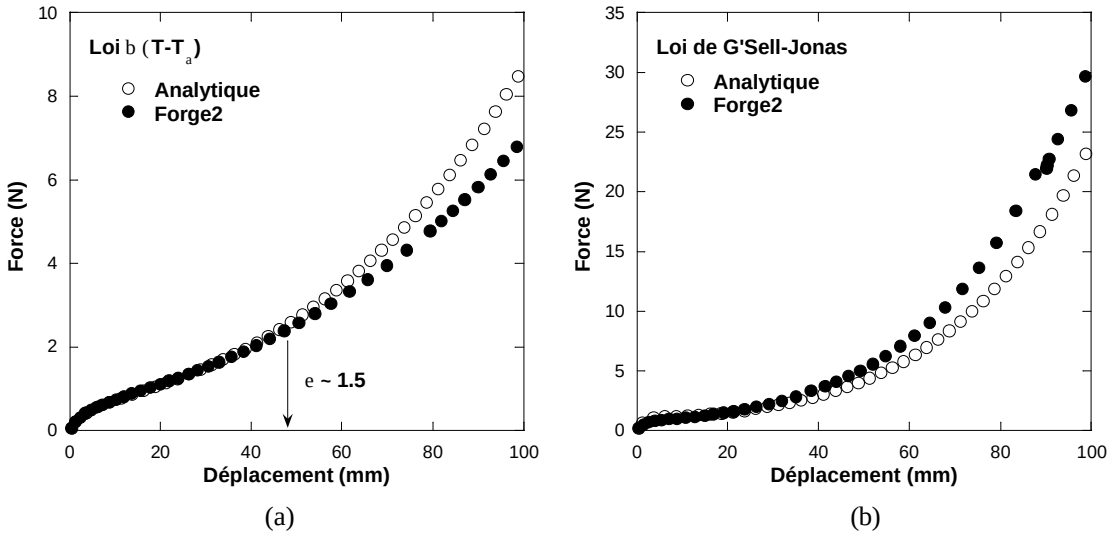


figure VI-6 : Comparaison entre les évolutions de force simulées sous Forge2®, dans le cas du formalisme phénoménologique en (T-T$_a$) (a) et de la loi de G'Sell-Jonas (b), et la solution analytique sur un cas simple de traction uni-axiale d'une éprouvette

On remarque que l'accord est très satisfaisant en début de sollicitation pour diverger au-delà d'une déformation cumulée de 1.5. Cette divergence est sans doute d'origine numérique, peut être liée au grandes déformations imposées. Retenons ici que nos validations numériques devront se faire dans une gamme de déformation inférieure à 1.5 par sécurité. Dans le cas du thermoformage ceci ne représente pas un obstacle car les déformations observées en fin de poinçonnage n'excèdent pas 1.6 (Chapitre III).

VI.2. Etude de sensibilité dans le cas d'un poinçon isotherme

Nous choisissons pour cette étude de sensibilité un cas test correspondant à un poinçon aluminium isotherme à 100 °C pour une feuille à 147 °C. Prenons tout d'abord la loi rhéologique proposée au chapitre IV ou loi β (équations IV.9 et IV.10).

Dans le cas d'outils isothermes, le refroidissement induit au niveau du contact est géré par un coefficient de transfert, α_T, qui contrôle la valeur de la température d'interface. Le deuxième facteur à fixer est le coefficient de frottement qui, nous le savons, dépend de la température. Nous devons donc adopter une démarche progressive. Posons le coefficient de frottement à 0,3 qui correspondrait aux valeurs de la littérature à la température d'interface « théorique » (hypothèse de contact parfait entre deux corps semi-infinis, équation III.2) [10].

Un fort échange thermique entre la feuille et le poinçon (grand α_T) se traduit par un refroidissement important de la matière en contact avec l'outil qui est moins déformée (figure VI-7 (a)). La déformation est alors reportée sur les flancs. Lorsque α_T diminue, le refroidissement de la feuille sous le poinçon devient moins sévère et cette zone se déforme plus, d'où une répartition d'épaisseur globalement plus homogène.

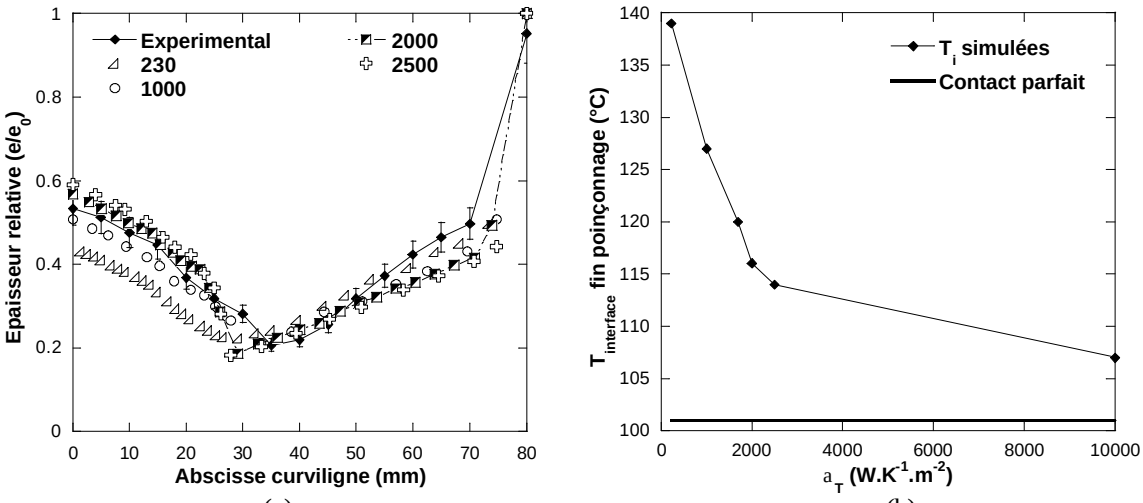
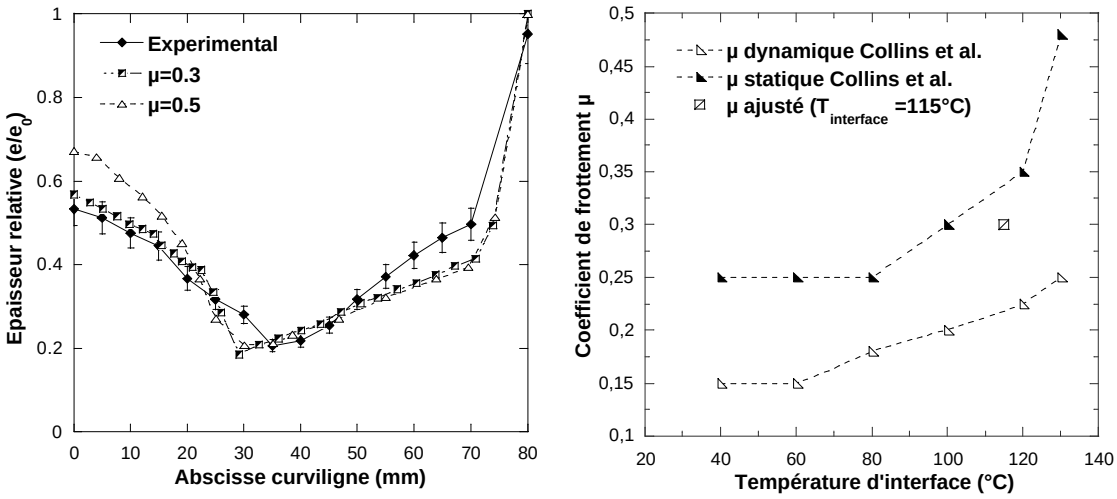


figure VI-7 : Influence du coefficient d'échange a_T sur les répartitions d'épaisseur des interrompus après poinçonnage (a) dans le cas d'une feuille à 147 °C et un poinçon aluminium isotherme de 100 °C (loi b avec des paramètres identifiés en impact ; μ=0,3) et sur la température d'interface en fin de poinçonnage (b)

Ces calculs confirment l'importance des effets thermiques. Ceux-ci doivent donc être pris en compte de manière réaliste pour pouvoir utiliser la simulation comme outil prédictif.

Dans le cas particulier d'un coefficient de frottement de 0,3 une valeur de α_T de 2000 $W.K^{-1}.m^{-2}$ permet de reproduire correctement les répartitions d'épaisseurs expérimentales (figure VI-7 (a)).Toutefois, dans la gamme de α_T testée (entre 230 et 10000 $W.K^{-1}.m^{-2}$), la température d'interface calculée (en fin de poinçonnage) reste toujours supérieure à la valeur fournie par hypothèse de contact parfait entre corps semi-infinis (figure VI-7 (b)).

Ceci pourrait être de nature à remettre en cause le choix du coefficient de frottement, celui-ci ayant également une influence sensible sur les répartitions d'épaisseur (figure VI-8 (a)). Cependant, la simulation numérique prédit une température d'interface en fin de poinçonnage de 115 °C, pour laquelle un coefficient de frottement de 0,3 reste admissible (figure VI-8 (b)). Un ajustement pour cette température de poinçon n'est donc pas nécessaire.



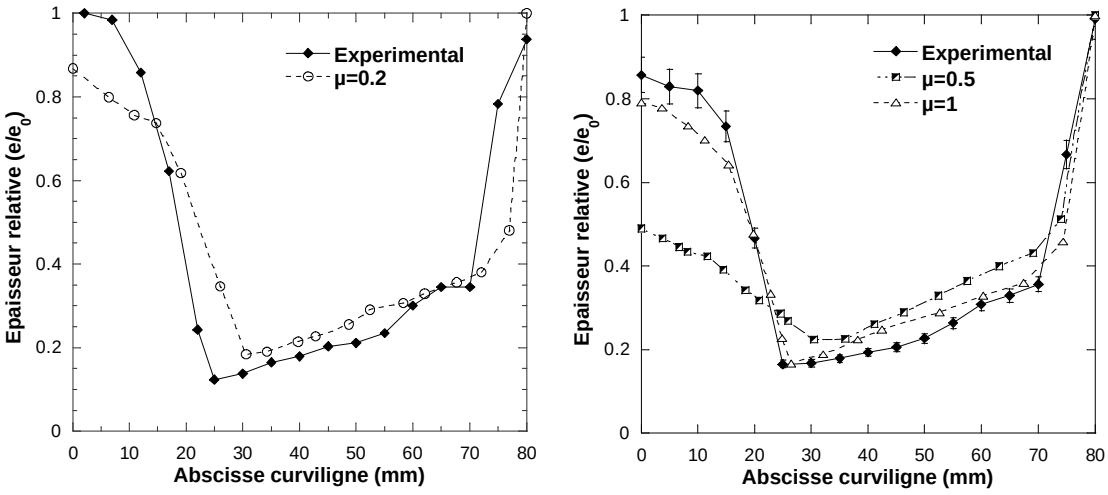
(a) (b)

figure VI-8 : Influence du frottement sur les répartitions d'épaisseur en fin de poinçonnage dans le cas d'une feuille à 147 °C et un poinçon aluminium isotherme de 100 °C (loi b **avec des paramètres identifiés en impact ;** a_T **= 2000 $W.K^{-1}.m^{-2}$) (a) et comparaison du coefficient de frottement utilisé aux mesures expérimentales de Collins et collaborateurs (essais isothermes) [10].**

Par contre, force est de constater que le coefficient de frottement doit être ajusté pour représenter d'autres essais. Il doit être augmenté lorsque la température du poinçon aluminium augmente (figure VI-9), ce qui est en bon accord qualitatif avec l'analyse de nos essais sur prototype (Chapitre III). A basse température d'interface, la faible déformation du matériau sous le poinçon est due au durcissement local du polymère refroidi (figure VI-10 (a)). Les effets thermiques sont alors prépondérants, le frottement étant faible (figure VI-8 (b)). Par contre, pour des températures d'interface supérieures à la température de transition α, les effets thermiques sont moins importants et c'est l'augmentation du frottement qui est responsable des sur-épaisseurs observées.

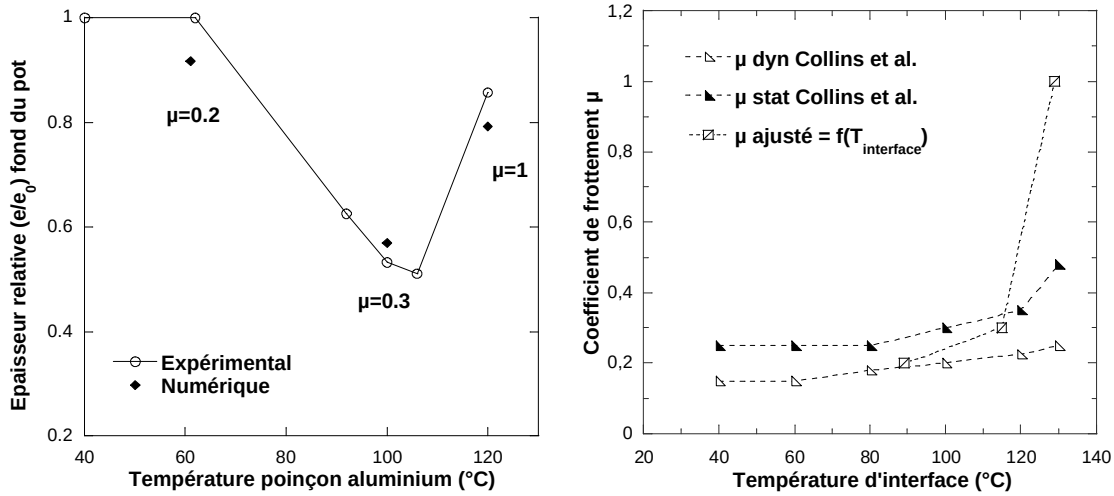
Nous retrouvons numériquement que le coefficient de frottement entre le polystyrène et l'outil doit être thermodépendant et augmente fortement pour des températures d'interface supérieures à la température de transition α. L'évolution du coefficient ajusté, $\mu_{ajusté}$, avec la température d'interface est en outre cohérente avec les mesures expérimentales de frottement de la littérature (figure VI-10 (b)).

Ainsi la prise en compte simultanée de la thermique et du frottement thermodépendant devrait permettre de reproduire les évolutions non monotones d'épaisseur avec la température (figure VI-10 (a)) sans ajustement arbitraire des coefficients de frottement mesurés.



(a) (b)

figure VI-9 : Répartitions d'épaisseur en fin de poinçonnage expérimentales et simulées dans le cas d'une feuille à 145 °C et d'un poinçon aluminium isotherme de 62 °C (a) et de 120 °C (b) (loi b **avec des paramètres identifiés en impact ;** a_T **= 2000 W.K^{-1}.m^{-2}).**



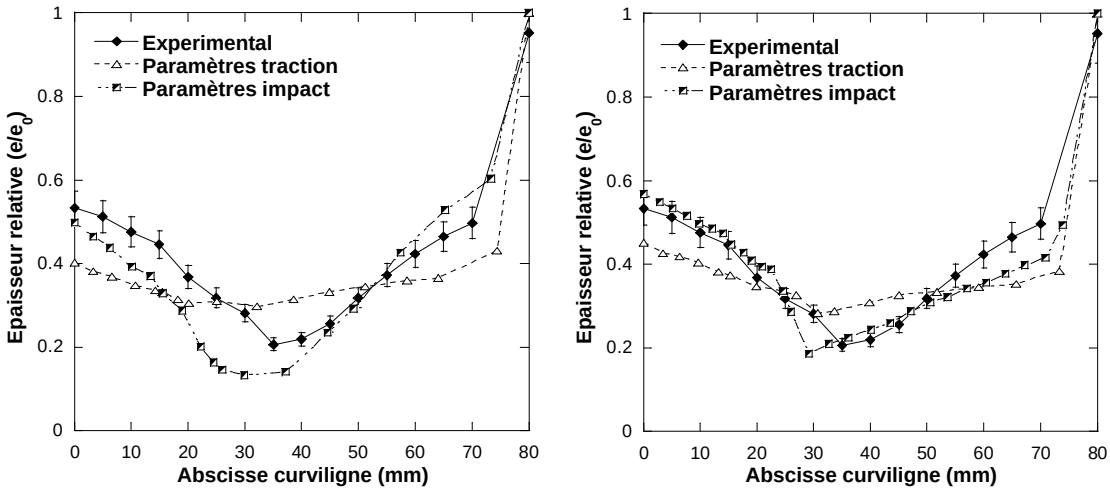
(a) (b)

figure VI-10 : Evolution de l'épaisseur en fond de pot expérimentale (interrompu après poinçonnage) en fonction de la température du poinçon comparée aux résultats numériques à 62, 100 et 120 °C en fonction de la valeur de coefficient de frottement ajusté (a) ; Positionnement de $\mu_{ajusté}$ **par rapport aux mesures expérimentales de frottement de [10] (b).**

Reste à juger de l'apport de la loi rhéologique proposée dans ce travail. Les résultats de simulation du cas test sont grandement améliorés par le formalisme proposé en $\beta(T-T_\alpha)$ par rapport à loi de G'Sell-Jonas, toutes choses étant égales par ailleurs (figure VI-11). Notre effort de modélisation rhéologique incorporant le principe d'équivalence temps-température est donc pleinement justifié. En outre, il apparaît que les résultats de simulation sont meilleurs avec les paramètres rhéologiques déterminés en impact qu'en traction, ce qui justifie la recherche de données « matériau » au plus proche du procédé.

La meilleure reproduction des épaisseurs expérimentales est obtenue avec le formalisme phénoménologique proposé, pour des paramètres identifiés en impact (écart entre 5 et 17 %).

Les écarts les plus importants sont obtenus au niveau de la striction (30 mm, figure VI-3) et en haut de flanc.



(a) (b)

figure VI-11 : Comparaison des répartitions d'épaisseur normalisées obtenues en fin de poinçonnage pour une température de feuille de 147 °C et un poinçon aluminium isotherme de 100 °C simulées avec la loi de G'Sell-Jonas (a) et le formalisme en exp(b(T-Ta) (b) pour des paramètres obtenus en traction et en impact.

L'importance de la striction périphérique au poinçon, et plus généralement la déformation des flancs, est contrôlée par le paramètre β (figure VI-12). De fait, il joue un rôle très important dans les zones de forts gradients de température et/ou de vitesse correspondant à des zones de forts gradients d'écart à la transition α.

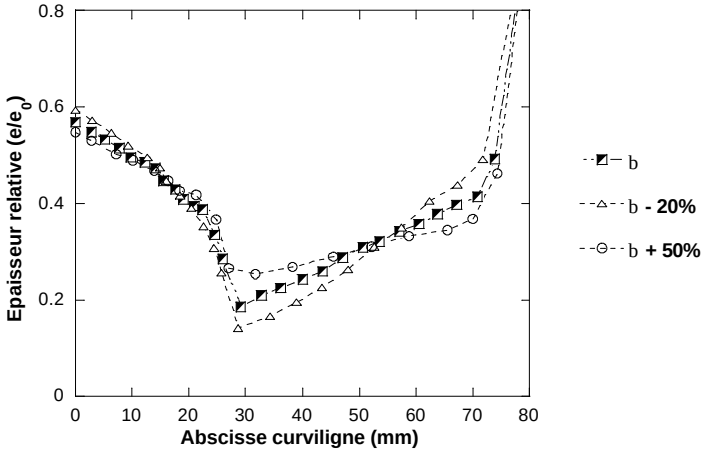


figure VI-12 : Evolution des répartitions d'épaisseur normalisées (e/e_0) obtenues en fin de poinçonnage pour une température de feuille de 147 °C et un poinçon aluminium isotherme de 100 °C simulées avec la loi b (paramètres identifiés en impact) pour différentes valeurs de b.

L'existence d'une zone de sous-épaisseur dépend donc des conditions du contact poinçon (thermique et frottement) mais son ampleur apparaît contrôlée par la sensibilité du comportement au couple (température, vitesse). Par la suite, nous avons conservé le paramètre β à sa valeur initiale, identifiée d'après notre étude rhéologique.

VI.3. Introduction d'une thermique dans le poinçon

Pour des raisons techniques, nous devons considérer l'outil comme un outil déformable pour tenir compte des gradients thermiques dans son sein. Son module d'Young est choisi élevé (2 10^5 MPa) pour assurer que sa déformation reste en fait négligeable. Ses caractéristiques thermiques sont, par contre, mesurées (Annexe I). Faisant cela nous éliminons un paramètre numérique ajustable, le coefficient α_T. Il représente désormais l'inverse de la résistance thermique de contact (équation VI.2) et retrouve son sens physique.

$$\Phi = a_T \times (q_{i\ PS} - q_{i\ poinçon}) \text{ avec } a_T = 1/RTC \qquad \text{(VI.2)}$$

Notre objectif est de voir si, dans cette configuration, le logiciel reproduit la différence entre les deux poinçons (aluminium et feutre) initialement à température ambiante. De plus, nous pouvons ainsi juger de l'opportunité de la prise en compte des résistance thermiques (RTC) estimées au chapitre V.

Rappelons que nos mesures indiquent qu'une certaine résistance au transfert de chaleur pourrait exister dans le cas de l'aluminium. Elle reste cependant difficile à chiffrer avec précision. Nous fournissons une gamme de variation à ce paramètre, de 90 à 1000 $W.K^{-1}.m^{-2}$, pour une température d'outil de l'ordre de 120 °C. Il est bien évident que cet ordre de grandeur n'est sans doute pas entièrement satisfaisant dans le cas d'un poinçon à 20 °C et rappelons en outre que ces mesures, réalisées en régime permanent, sur-estiment probablement la valeur de α_T par rapport au procédé.

Dans un souci de démarche progressive, nous adoptons pour le coefficient de frottement la même démarche que précédemment, en commençant par lui donner une valeur constante estimée à partir de nos mesures (feutre) ou de la littérature (aluminium).

VI.3.1. Poinçon aluminium à 20 °C

Conformément à ce qui précède le coefficient de frottement est posé constant égal à 0,3, ordre de grandeur réaliste d'après la littérature (figure VI-10 (b)).

Toute chose égale par ailleurs l'existence d'une résistance thermique est de nature à significativement influencer le thermoformage (figure VI-13). Pour reproduire le figeage thermique de la matière observé, un fort coefficient d'échange est nécessaire, peut être de l'ordre 100 000 $W.K^{-1}.m^{-2}$. Ce résultat conduirait à conclure qu'il n'y a pratiquement pas de résistance thermique et serait un peu contradictoire avec nos mesures expérimentales. Toutefois, n'oublions pas que le coefficient de frottement est ici posé arbitrairement à une valeur constante et que la rhéologie du matériau n'est pas totalement reproduite. Enfin, rappelons que nos mesures de RTC sont très délicates et assez imprécises. Retenons que, si il y a une RTC, elle doit être assez faible dans notre cas.

Un point important qu'indiquent nos simulations est que, bien que l'aluminium soit bon conducteur thermique, le transfert thermique dans sa masse ne peut être considéré comme instantané à l'échelle de temps du poinçonnage (figure VI-14). L'hypothèse de poinçon isotherme n'est donc pas physiquement satisfaisante. Elle conduit à un refroidissement plus important de la feuille et, par voie de conséquence, à des épaisseurs sous le poinçon plus importantes que lorsque la thermique de l'outil est modélisée (figure VI-14 (b)).

Retenons ici que la simplification du contact thermique entre le polymère et le poinçon est très dangereuse et qu'il semblerait opportun de prendre en compte la thermique de l'outil et les RTC dans tous les cas.

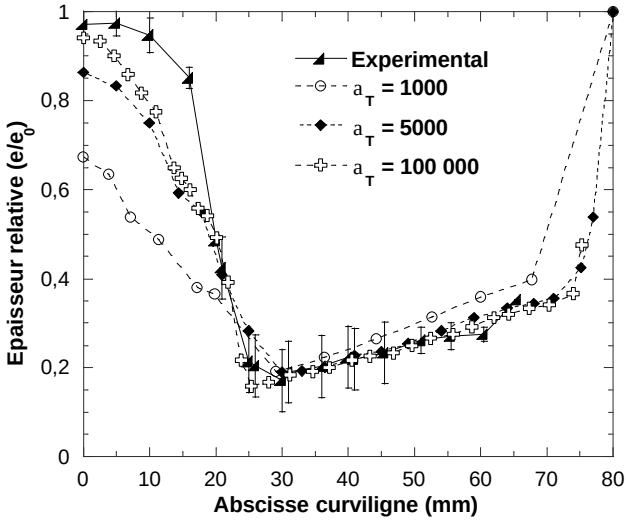
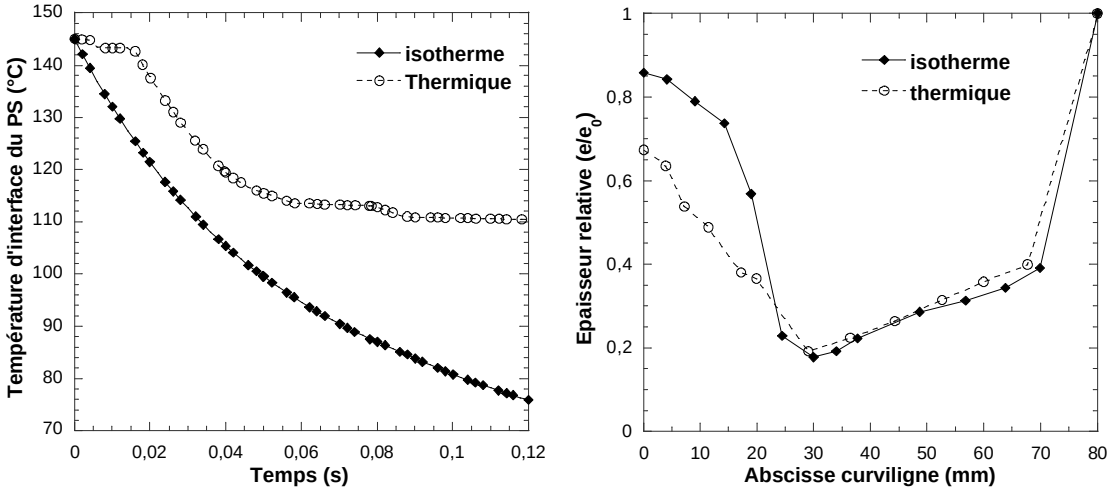


figure VI-13 : Influence de la RTC (a_T =1/RTC (W.K^{-1}.m^{-2})) sur les répartitions d'épaisseurs normalisées obtenues en fin de poinçonnage pour un poinçon aluminium à 20 °C avec thermique (température initiale de feuille de 147 °C, µ=0,3).



(a) (b)

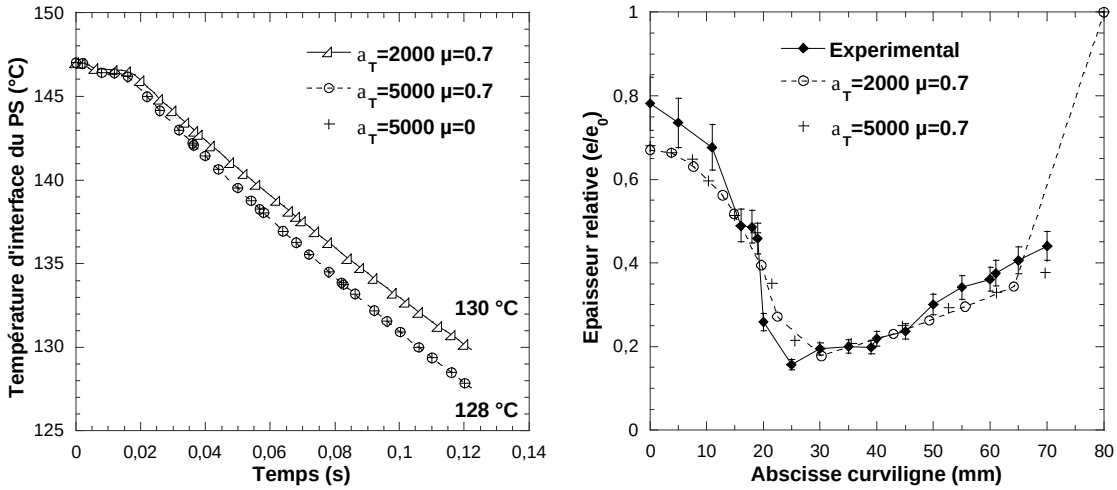
figure VI-14 : Comparaison des simulations du poinçonnage d'une feuille à 147 °C avec un poinçon aluminium à 20 °C isotherme ou avec une thermique pour des mêmes paramètres de contact (a_T = 1000 W.K^{-1}.m^{-2} et µ=0,3) : évolution de la température d'interface au cours du temps (a) et répartitions d'épaisseurs normalisées (b).

VI.3.2. Poinçon feutre à 20 °C

Du fait de son effusivité thermique, le poinçon feutre refroidit moins efficacement le polystyrène que l'aluminium. Compte tenu de nos mesures et de ce que nous pouvons imaginer de la température d'interface, un coefficient de frottement de 0,7 est admissible.

Concernant la RTC, il apparaît que ce paramètre a nettement moins d'influence pour le feutre que pour l'aluminium (figure VI-15). En effet, l'étape thermique limitante pour ce poinçon n'est pas le passage de l'interface mais la dissipation dans le volume du poinçon (mauvais conducteur thermique). La température d'interface de la feuille est légèrement plus faible en fin de poinçonnage lorsque le coefficient d'échange est augmenté mais cela n'a que peu d'influence sur les épaisseurs simulées (figure VI-15 (b)). Par la suite, nous avons donc conservé une valeur de coefficient de transfert de 2000 $W.K^{-1}.m^{-2}$.

On pourrait toutefois s'interroger sur l'influence de la dissipation thermique liée au frottement, qui est prise en compte dans le calcul, pour ces hauts niveaux de frottement. Une réponse est donnée dans la figure figure VI-15 (a) où est superposée l'évolution de température dans le cas où le frottement est inexistant (μ=0). Il est clair que cet effet peut être négligé au niveau des températures et que seules les caractéristiques thermiques du poinçon expliquent sa moindre efficacité thermique.



(a) (b)

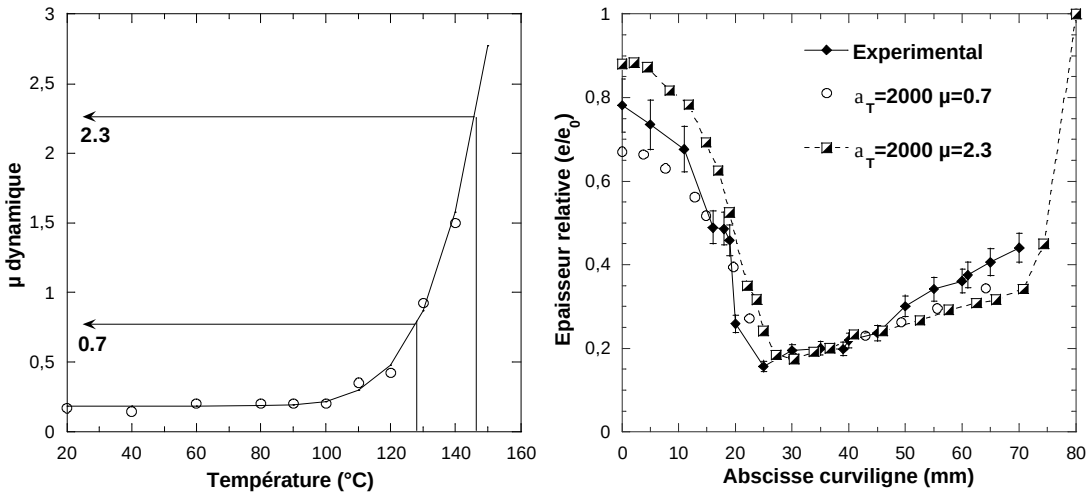
figure VI-15 : Influence du paramètre a_T (en $W.K^{-1}.m^{-2}$) sur l'évolution de la température d'interface au cours du temps (a) et sur les répartitions d'épaisseur en fin de poinçonnage (b) dans le cas du poinçonnage d'une feuille à 147 °C avec un poinçon feutre à 20 °C pour un coefficient de frottement de 0,7 ou pour un contact sans frottement (μ=0).

La température d'interface évolue au cours du poinçonnage entre 147 °C, correspondant à la température initiale de la feuille, et environ 130 °C.

Dans cette gamme de température, nos mesures expérimentales indiquent que le coefficient de frottement est important et fortement évolutif (figure VI-16 (a)). Durant le poinçonnage il passerait donc de 2,3 à 0,7 (figure VI-16 (a)). Une telle évolution du frottement est loin d'être négligeable. Les résultats des simulations réalisées avec un μ constant en témoignent (figure VI-16 (b)).

Un bonne représentation des épaisseurs expérimentales est fournie en choisissant un coefficient de frottement constant intermédiaire, μ=1,5 (écart entre 2 et 12 %, figure VI-17). Toutefois, ces résultats indiquent clairement qu'il reste difficile, voire dangereux, de représenter le frottement par une unique valeur moyenne.

La loi tribologique thermodépendante définie au Chapitre V prend ici tout son intérêt. Elle offre en outre l'intérêt de supprimer les derniers ajustements des paramètres.



(a) (b)

figure VI-16 : Evolution du coefficient de frottement dans la gamme de température d'interface balayée pendant le poinçonnage (a) et répartitions d'épaisseur calculées en fin de poinçonnage pour les deux valeurs extrêmes du coefficients de Coulomb (poinçonnage d'une feuille à 147 °C avec un poinçon feutre à 20 °C, a_T =2000 W.K^{-1}.m^{-2}).

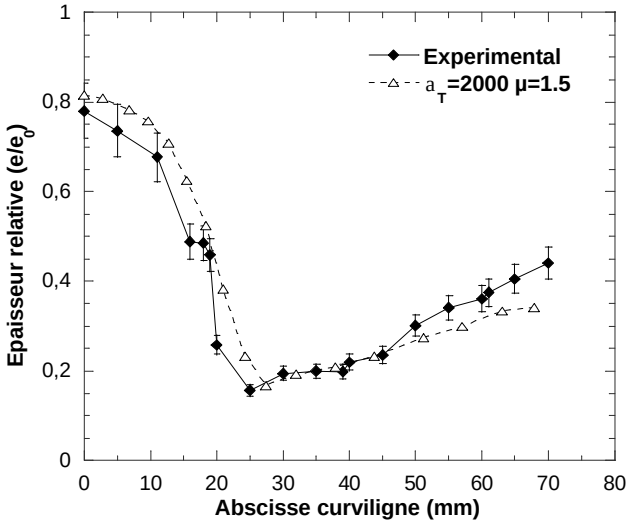
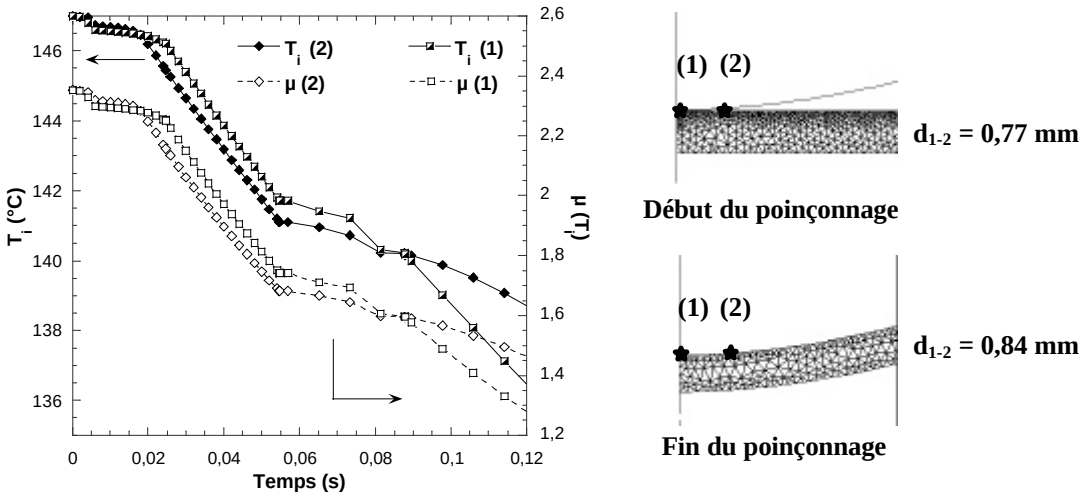


figure VI-17 : Répartitions d'épaisseur en fin de poinçonnage expérimentales et simulées d'une feuille à 147°C avec un poinçon feutre à 20 °C pour un coefficient de frottement de 1.5 (a_T =2000 W.K^{-1}.m^{-2}).

La loi a été implémentée dans sa version thermodépendante (équation V.7) en utilisant une routine utilisateur. Une régularisation numérique en vitesse est nécessaire pour éviter la discontinuité imposée lors de l'amorçage du glissement [11].

Bien que des effets de vitesses de glissement aient été démontrés au Chapitre V, ils ne sont pas pris en compte dans un premier temps. Cela se justifie en considérant que, pour une vitesse d'outil donnée, la variation de vitesse de glissement au cours du poinçonnage reste inférieure à une décade. Par contre, les paramètres de la loi de frottement thermodépendante sont identifiés pour une vitesse de glissement moyenne représentative des vitesses simulées au cours du poinçonnage (7 mm.s^{-1}, pour une vitesse d'impact de 0,5 m.s^{-1}).

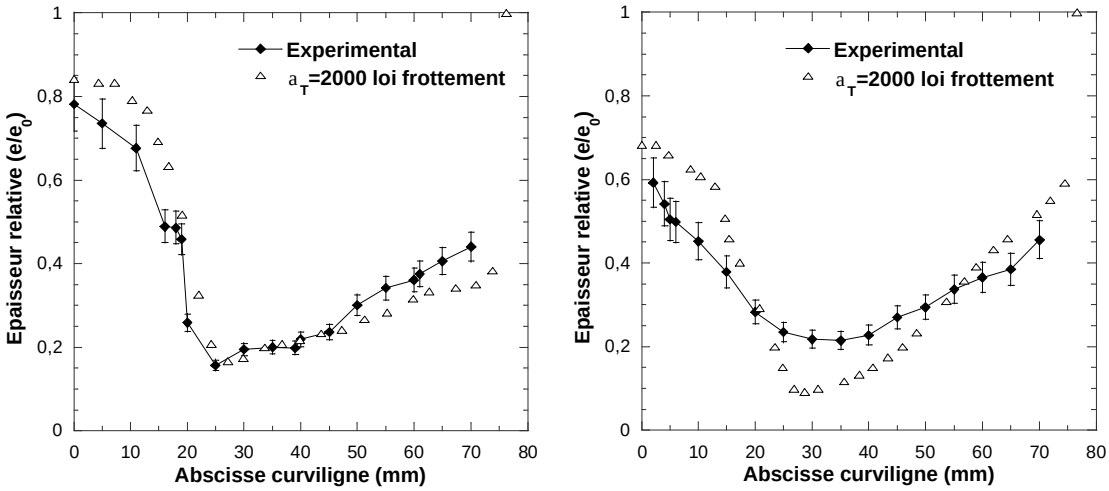
Le coefficient de frottement local (en chaque nœud) est recalculé à chaque incrément du calcul en fonction de la température d'interface (figure VI-18). Pour une feuille à 147 °C, il évolue numériquement entre 1,3 et 2,3 sous le poinçon. Il n'est pas homogène sur toute la surface de contact dans la mesure où tous les points de la feuille ne rencontrent pas le poinçon en même temps.



(a) (b)

figure VI-18 : Evolution de la température d'interface et du coefficient de frottement local au cours du temps pour deux points matériels situés sous le poinçon (a) et positions respectives des points suivis (b).

L'utilisation de la loi de frottement permet de reproduire de manière satisfaisante les répartitions d'épaisseurs obtenues en fin de poinçonnage (écart inférieur à 15 % sur tout le pot, figure VI-19 (a)). Ces résultats ont été obtenus directement, sans aucun calcul préliminaire ni ajustement des paramètres.



(a) (b)

figure VI-19 : Répartitions d'épaisseur en fin de poinçonnage expérimentales et simulées dans le cas d'un poinçon feutre à 20 °C selon la température de la feuille : 147 °C (a) et 125 °C (b) ; pour un coefficient de frottement évoluant avec la température d'interface locale (a_T=2000 W.K^{-1}.m^{-2})

Pour une autre température de feuille (125 °C, figure VI-19 (b)), l'accord est moins satisfaisant. L'écart reste inférieur à 30 % sous le poinçon mais atteint 55 % au niveau de la striction qui est mal représentée. Cela pourrait provenir des aspects rhéologiques. En effet, nous l'avons vu, notre rhéologie a été ajustée à une température de 130 °C et perd son efficacité à basse température.

En l'état la simulation n'est donc pas complètement satisfaisante. Par contre, une représentation plus physique des paramètres du contact – thermique et tribologique – et de leurs interactions permet d'ores et déjà de reproduire les tendances dégagées sur prototype. Cela valide donc pleinement l'effort de caractérisation physique sur lequel une bonne modélisation du procédé de thermoformage assisté par poinçon devrait s'appuyer pour améliorer la portée prédictive du calcul.

VI.4. Conclusions

Nous confirmons que les trois axes étudiés expérimentalement dans ce travail sont importants dans un contexte numérique de simulation du thermoformage : rhéologie, transferts thermiques et frottement. Ces phénomènes sont clairement couplés, ce qui doit nécessairement être modélisé pour une bonne simulation du procédé. La thermique du contact doit en particulier être correctement représentée puisqu'elle conditionne la rhéologie de la feuille mais aussi l'importance du frottement qui apparaît être thermodépendant.

Concernant la rhéologie, le formalisme phénoménologique en ($T-T_\alpha$) proposé permet de mieux reproduire la rigidification de la feuille au niveau du contact avec le poinçon et fournit de meilleurs résultats que la modélisation précédente. Cela justifie notre approche qui consiste à dire que l'écart à la transition α, tel qu'il est défini par le couple (vitesse de sollicitation/température) est le bon paramètre permettant de décrire la rhéologie du polystyrène dans la gamme de mise en forme par thermoformage assisté par poinçon. Notre analyse justifie donc la poursuite d'une réflexion visant à développer des modèles rhéologiques plus représentatifs de la physique impliquée (hyper-élasticité) incorporant le principe d'équivalence temps/température.

Les résultats de simulation sont meilleurs si les paramètres rhéologiques sont identifiés au plus près du procédé. Cela justifie la démarche d'optimisation rhéologique conduite à partir des essais de poinçonnement hautes vitesses et renforce le besoin de développer des essais multi-axiaux et des lois pertinentes.

La thermique du contact est primordiale. Il est évident à l'issue de nos calculs qu'une bonne modélisation du procédé devra tenir compte de la thermique du poinçon et d'éventuelles résistances thermiques. Cela veut dire que l'équation de conservation de l'énergie doit être résolue dans le poinçon, les temps de contact en thermoformage étant trop courts pour se « contenter » d'approximations trop simples.

Concernant le frottement, nous retrouvons numériquement nos observations expérimentales et l'évolution du coefficient de frottement de Coulomb, qui doit être augmenté avec la température d'interface afin de reproduire les épaisseurs expérimentales. Les effets de frottement apparaissent importants lorsque la température d'interface du polystyrène reste supérieure à T_α (aluminium chaud et feutre) puisqu'ils contrôlent l'apport de matière sous le poinçon. La cinétique de refroidissement de l'interface devient alors importante à représenter, ce qui exclut l'hypothèse de contact parfait. Nos simulations indiquent en outre que la température

d'interface, et donc le frottement, varient de manière importante au cours du poinçonnage et d'un point à l'autre. Ceci doit être pris en compte.

Nos calculs montrent donc que l'effort de modélisation physique du procédé et du matériau est justifié. Un certain nombre d'améliorations peuvent être apportées mais nous pouvons d'ores et déjà affirmer qu'une simulation robuste et prédictive du procédé passe par une meilleure caractérisation physique de la thermique du contact et du poinçon, du frottement et de sa thermodépendance et de la rhéologie de la feuille ainsi que de leurs couplages.

Références bibliographiques du chapitre VI

[1] MAHDAOUI, O, *Etude numérique du procédé de thermoformage assisté par poinçon*, Rapport de stage DEA Mécanique Numérique, Sophia-Antipolis : Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2004.

[2] G'SELL, C. and JONAS, J. J., Determination of the plastic behaviour of solid polymers at constant true strain rate, *J. Mat.s Sci.*, 1979, 14, p. 583-591.

[3] G'SELL, Instabilité de déformation pendant l'étirage des polymères solides, *Rev. Phys. Appl*., 1988, 23, p. 1085-1101.

[4] VANTAL, M. H., *Etude numérique et expérimentale du thermoformage de polymères*. Thèse Doct. Sciences et Génie des Matériaux, Sophia-Antipolis : Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1995.

[5] BELLET, M., VANTAL, M.H. and MONASSE, B., Thermal effects in the numerical simulation of the thermoforming of multilayered polymer sheet, *International. Polymer Processing XIII*, 1998, 3, p. 299-308.

[6] AGASSANT, J. F., AVENAS, P., SERGENT, J. P., VERGNES, B., VINCENT, M., Thermique et échange de chaleur dans les procédés. In : *La mise en forme des matières plastiques*, p.127-189, Paris : Technique & Documentation, Lavoisier, 1996, 3e ed.

[7] SAINT-MARTIN, T., *Comportement élongationnel de polymères à l'état caoutchoutique. Etude réalisée en vue de la simulation numérique du procédé de thermoformage*. Thèse Doct., Strasbourg, Sciences Physiques, Université Louis Pasteur, 1995.

[8] LAROCHE, D., COLLINS P. and MARTIN P., *Modelling of the effect of slip in plug-assisted thermoforming*, In : SPE, ANTEC'2001 Conf. Proc., Dallas, USA (2001), p. 810-814.

[9] LAPPIN, J. F, HARKIN-JONES, E.M.A. and MARTIN, P.J., Finite modelling of the plug-assisted thermoforming process, In : SPE, ANTEC'99 Conf. Proc., New York, USA (1999), p. 826-830.

[10] COLLINS, P., HARKIN-JONES E M. A.and MARTIN,P.J., The role of tool/sheet contact in plug-assisted thermoforming, *Int. Pol. Proc. XVII* , 2002, p. 361-369.

[11] MONTMITONNET, P., *Lois de frottement et mesure du frottement*, cours DEA « Science et génie des matériaux » de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2001.

CHAPITRE VII : Conclusions et perspectives

Chapitre VII

Conclusions et perspectives

VII.1. Conclusions

Nous avons étudié le procédé de thermoformage assisté par poinçon d'un mélange de polystyrènes. Le but général de ce travail était de progresser dans la compréhension des phénomènes physiques impliqués dans ce procédé de mise en forme complexe et de hiérarchiser leurs effets. Il doit permettre à terme d'aider à un meilleur contrôle du procédé. L'objectif industriel est d'améliorer la portée prédictive des codes de calcul par une meilleure modélisation des processus physiques impliqués. Notre objectif a donc été d'identifier les données physiques clés contrôlant la mise en forme par thermoformage assisté par poinçon et de fournir une méthodologie permettant de les obtenir expérimentalement.

Deux aspects principaux contrôlant la mise en forme ont été identifiés : la rhéologie du polymère et les interactions poinçon/matière (thermique et tribologie). La caractérisation de ces phénomènes, de leurs effets respectifs et de leurs éventuels couplages a été réalisée par une étude expérimentale s'articulant autour de trois axes principaux :

- l'analyse du procédé sur prototype instrumenté, qui permet d'accéder aux conditions réelles de sollicitation de la matière et aux cinématiques de mise en forme. Elle permet en outre de préciser l'influence des paramètres de mise en œuvre sur la déformation du polymère, et souligne le rôle majeur du contact avec le poinçon.
- la caractérisation rhéologique du matériau, qui est fortement évolutive dans la gamme de mise en forme du fait de la proximité de la transition α. Notre analyse associe plusieurs techniques expérimentales nous permettant d'identifier la rhéologie sur une large gamme de température, vitesse et mode de chargement (spectroscopie mécanique, essais de traction uni-axiale et poinçonnements à grandes vitesses).
- la caractérisation des interactions poinçon/matière qui nous a permis de préciser l'importance relative de la thermique et du frottement sur la répartition d'épaisseur des pots. Le frottement a en particulier été quantifié en fonction des conditions du contact sur un dispositif tribologique de laboratoire. Ces mesures ont en outre été validées par des essais de poinçonnement hautes vitesses.

L'analyse du procédé indique que la feuille est sollicitée de manière rapide (jusqu'à 100 s^{-1}), séquentielle et inhomogène. Les chemins de déformation varient selon l'élément de matière considéré, et en particulier entre la zone située sous le poinçon – qui constituera en partie le fond du pot – et les flancs.
Une part importante de la déformation est réalisée pendant le poinçonnage qui constitue donc une étape clé de la mise en forme. Il doit être suffisamment profond pour nourrir le fond du pot. Les paramètres technologiques reliés au poinçon (nature, température, course, vitesse) sont de ce fait du premier ordre sur les épaisseurs finales et occultent même en partie l'effet de la température de la feuille dans certains cas. La déformation sous le poinçon est bi-axiale pendant le poinçonnage et est fortement conditionnée par les conditions du contact poinçon. Elle contraint en partie la déformation des flancs qui est longitudinale planaire.

Le soufflage intervient en fin de poinçonnage et a pour rôle de finir la déformation et de figer la forme en plaquant la feuille contre le moule froid. Il est extrêmement rapide (jusqu'à 100 s^{-1} contre 20 s^{-1} durant le poinçonnage) et concerne principalement le fond du pot, les flancs étant majoritairement déformés durant le poinçonnage. Il débute par un étirage orthoradial des flancs et se poursuit, après décollement de la feuille du poinçon, par un bi-étirage du fond du pot.

La feuille subit donc des modes de chargement complexes s'accompagnant de variations importantes de température (principalement au contact avec le poinçon), de taux d'élongation et de vitesse d'élongation sur sa surface.

La déformation du polystyrène apparaît être majoritairement réversible aux températures de mise en œuvre et la dissipation visqueuse du matériau reste limitée.

L'analyse rhéologique indique en outre que son comportement est fortement évolutif dans la plage du thermoformage du fait de la proximité de la transition α : son comportement varie progressivement du caoutchoutique au vitreux et nous montrons que c'est l'écart à la transition α, tel qu'il est défini par le couple vitesse de sollicitation-température, qui conditionne son comportement. Le polystyrène mis en forme par thermoformage est donc un solide caoutchoutique fortement viscoélastique.

Bien que la majorité de la déformation s'effectue dans le domaine caoutchoutique, le passage vers un comportement vitreux (pied de T_α) apparaît important à représenter puisqu'il contrôle les phénomènes de localisation des déformations. Tout refroidissement de la feuille ou augmentation de la vitesse le « rigidifie » localement ce qui tendra à localiser la déformation dans les zones présentant un écart à la transition α plus important.

Nous proposons un modèle phénoménologique permettant de représenter les effets couplés de la température et de la vitesse en intégrant le principe d'équivalence temps-température. Ce modèle constitue une solution à court terme opérationnelle, directement utilisable dans un contexte numérique, dont nous avons validé l'apport pour décrire le thermoformage. Nous montrons qu'une telle description couplée en température et en vitesse doit effectivement permettre d'améliorer la modélisation du procédé. Nos résultats justifient donc pleinement les efforts futurs d'une modélisation plus physique de la rhéologie, incorporant ce principe, dans cette gamme particulière de comportement.

Concernant les interactions poinçon/matière il est clair que le refroidissement local imposé à la feuille contribue à l'établissement de la répartition d'épaisseurs. Cet effet est similaire à celui d'un fort frottement pendant le poinçonnage mais leurs effets sont différents lors du soufflage. La matière figée thermiquement sous le poinçon ne peut plus se déformer même lorsque le contact poinçon/feuille cesse. Une accentuation des hétérogénéités d'épaisseurs induites pendant le poinçonnage est donc observée lors du soufflage. A contrario, lorsque le blocage de la matière sous le poinçon a pour origine un fort frottement sans refroidissement sévère, la déformation de ces zones pendant le soufflage conduit à une homogénéisation importante des épaisseurs. Ces deux phénomènes coexistent toujours au niveau du contact. En effet, le poinçon est généralement plus froid que la feuille, et la refroidit donc en partie, et celle-ci ne glisse jamais parfaitement sur l'outil.

Nous montrons que l'importance relative des effets de frottement est dépendante de la température du contact, deux régimes se dégageant en fonction de la température de transition α du polymère :

- lorsque le polymère est refroidi en dessous de sa transition α au niveau du contact, sa déformation est bloquée thermiquement et les effets du frottement ne peuvent s'exprimer.

Le frottement est en effet faible mais n'aide pas à redistribuer la matière sur les flancs, les effets thermiques étant prédominants. Cette configuration, obtenue dans le cas de poinçons métalliques froids, est défavorable du fait de l'existence de zones de fortes sous-épaisseurs à l'issue du soufflage et souligne la nécessité de thermostater de tels poinçons.

- a contrario, lorsque le refroidissement de l'interface est moins sévère et que la température du polymère reste suffisante pour permettre sa déformation (poinçon chaud ou à faible effusivité thermique), c'est le frottement qui contrôle la déformation sous le poinçon.

Dans les conditions usuelles de thermoformage, le frottement est donc le paramètre qui gouverne l'apport de matière sous le poinçon. Il augmente fortement avec la température d'interface dans la plage de mise en œuvre. Le paramètre température de feuille a de ce fait une influence significative. Le frottement est également sensible à la vitesse de glissement, partiellement imposée par la vitesse du poinçon. Cette double sensibilité température/vitesse est probablement reliée aux propriétés viscoélastiques du polymère, et s'expliquerait par une contribution supplémentaire au frottement par labourage du polymère par les aspérités du poinçon. Une modélisation de ces évolutions du frottement en fonction de la température d'interface et de la vitesse a été proposée.

Les effets thermiques sont donc importants à prendre en compte puisqu'ils conditionnent à la fois la rhéologie locale de la feuille et son frottement contre l'outil. Pour les représenter, la caractérisation des propriétés thermiques du poinçon et de la feuille apparaît indispensable ainsi qu'une estimation de leur température d'usage. En outre, une certaine résistance au transfert de chaleur existe probablement au niveau de l'interface mais reste difficile à caractériser expérimentalement. L'hypothèse classique de contact parfait entre corps semi-infinis fournit un ordre de grandeur réaliste mais maximal du refroidissement de l'interface. Par contre, elle ne permet pas de représenter le caractère transitoire de ce phénomène. Elle peut donc s'avérer insuffisante en contexte numérique, une modélisation complète du problème thermique étant préférable.

Cette étude nous a donc permis d'identifier les données physiques pertinentes pour une bonne compréhension du procédé et une méthodologie expérimentale pour les caractériser. Nous proposons des modélisations phénoménologiques de ces phénomènes et un protocole d'identification des paramètres de ces modèles.

Leur apport dans un contexte numérique a été testé. Cette analyse numérique nous permet de vérifier que les résultats de simulations sont effectivement améliorés lorsque la physique est mieux représentée, sans ajustement supplémentaire des paramètres du calcul. Ainsi nous confirmons bien que la portée prédictive des codes de calculs est directement reliée à leur capacité à modéliser la physique impliquée.

VII.2. Perspectives

Un certain nombre de perspectives s'ouvrent à l'issue de ce travail.

Une première perspective immédiate est d'étendre la méthodologie expérimentale de caractérisation du procédé et du matériau dégagée dans ce travail à d'autres polymères et/ou d'autres poinçons. D'autres mélanges de polystyrène pourraient ainsi être étudiés dans l'objectif de préciser l'influence de la composition de la feuille sur son comportement en thermoformage (ratio choc/cristal). Il serait également intéressant d'étudier d'autres amorphes, pour juger de la capacité de notre analyse rhéologique à décrire d'autres matériaux que le polystyrène qui est

rhéologiquement simple. En outre, son adaptation aux polymères semi-cristallins, mis en forme au voisinage de leur température de fusion, pourrait également être envisagée.

La seconde grande perspective à ce travail est de poursuivre l'effort de modélisation physique de la rhéologie des polymères amorphes dans la gamme de mise en œuvre du thermoformage assisté par poinçon qui reste un problème ouvert. Nos travaux indiquent que les modélisations futures devraient intégrer le principe d'équivalence temps/température. Pour permettre cette analyse rhéologique, il serait intéressant de compléter la caractérisation rhéologique du matériau par des essais bi-axiaux bien instrumentés donnant accès au comportement intrinsèque.

Concernant l'analyse du procédé, notre étude a montré que les paramètres associés au poinçon contrôlent les répartitions d'épaisseurs. La géométrie du poinçon a donc probablement un effet important que nous n'avons pas étudié. En outre, nous avons montré que, dans le cas des poinçons couramment utilisés en contexte industriel, ce sont les aspects frottement qui contrôlent l'apport de matière sous le poinçon. Il serait donc pertinent de quantifier les effets de l'usure du poinçon, qui sont observés en contexte industriel.

En ce qui concerne le produit formé, il serait intéressant de pouvoir relier plus précisément ses propriétés d'usage et en particulier sa tenue à la compression verticale, aux répartitions d'épaisseurs, en fonction de la géométrie du pot. Cela permettrait sans doute d'aider à la définition de répartitions d'épaisseurs cibles lors de la conception de nouveaux produits.

L'apport de la loi de frottement prenant en compte les effets de vitesse de glissement pourrait également être testé en contexte numérique.

ANNEXES

Annexe I

Principe de mesure par thermographie infra-rouge

L'agitation moléculaire au sein d'un corps à une température donnée se traduit par l'émission d'un flux de rayonnement électromagnétique qui est fonction de la température du corps : le rayonnement thermique (gamme de longueur d'onde s'étendant approximativement de 0,1 à 1000 µm) [1].

La thermographie permet d'obtenir l'image thermique d'une scène par mesure du flux de rayonnement émis dans un domaine spectral limité. Le système de mesure se compose d'une caméra thermique et d'une station permettant la transcription des flux de rayonnement en températures. Cette transcription suppose un étalonnage préalable, généralement réalisé sur un corps noir ($\varepsilon = 1$).

Dans la situation générale de mesure sur corps réel, il faut prendre en compte les diverses composantes du flux : le flux émis par l'objet Φ_{le}, le flux réfléchi sur l'objet Φ_{lr} et dépendant de son environnement et le flux transmis au travers de l'objet Φ_{lt} (équation AI.1) :

$$\Phi_l = \Phi_{le} + \Phi_{lr} + \Phi_{lt} \qquad \text{(AI.1)}$$

C'est le flux émis Φ_{le} qui nous intéresse en thermographie car il est directement lié à la température du matériau. Son estimation à partir de la réponse de la caméra nécessite la connaissance de l'émissivité du corps sujet à l'analyse. Cependant, avant de transcrire les mesures de flux en température, l'expérimentateur doit chercher à maîtriser au mieux l'environnement pour limiter ou du moins connaître l'influence de tous les flux sur la mesure. On limitera ainsi la contribution du terme de réflexion en vérifiant que la température de l'environnement est uniforme et en évitant au mieux les réflexions multiples.

Le cas de mesure idéal par thermographie infra-rouge est donc le cas d'un corps observé opaque (pas de flux transmis) et d'émissivité constante et connue dans la bande spectrale de l'appareil (corps gris).

Propriétés radiatives du mélange de polystyrène étudié [2]

L'étude des propriétés radiatives de la feuille de polystyrène a été réalisée sur un spectrophotomètre infra-rouge (PERKIN ELMER 883) au Laboratoire de ThermoPhysique (LTP) de la Faculté des Sciences de Reims par J.F. Henry. Elle permet de déduire des spectres de réflexion et de transmission de la feuille, étudiée sous plusieurs épaisseurs, la valeur de son émissivité, cette donnée étant nécessaire à la mesure par thermographie infra-rouge.

En toute généralité l'émissivité d'un corps dépend de sa température, de l'angle d'observation q, de la longueur d'onde l et, puisque dans notre cas la feuille est semi-transparente, de son épaisseur e (équation AI.1) [3, 4]:

$$e = e(T, q, l, e) \qquad \text{(AI.2)}$$

Principe de la mesure par spectrophotométrie IR

La mesure spectrophotométrique repose sur l'émision d'un flux surfacique sur une des faces de la feuille, assimilée à une lame semi-transparente à faces parallèles composée d'un milieu absorbant (coefficient d'absorption K) mais non diffusant.

Une partie de ce flux est réfléchie sur le dioptre avant (interface polymère-air), que l'on caractérise par la réflectivité du dioptre r, l'autre partie traversant le matériau en subissant une atténuation de forme exponentielle. Cela est caractérisé par la transmittivité intrinsèque de la lame $t = -\exp(-KL)$. Le flux parvenant au second dioptre est lui aussi décomposé en deux parties, l'une franchissant le dioptre, l'autre réfléchie retraversant la lame.

On montre que l'émissivité équivalente de la feuille peut être décrite à partir de ces grandeurs par l'équation AI.3 [5] :

$$e = \frac{(1 - \mathrm{t}) \times (1 - \mathrm{r})}{(1 - \mathrm{rt})} \qquad \text{(AI.3)}$$

Les mesures spectrophotométriques fournissent la réflectivité r et la transmittivité t de la lame, qui sont reliées à r et t par l'équation AI.4, ce qui permet de calculer la valeur de l'émissivité apparente pour différentes épaisseurs de feuille.

$$t = \frac{(1 - \mathrm{r})^2 . \mathrm{t}}{(1 - \mathrm{r}^2 . \mathrm{t}^2)} \qquad \text{(AI.4)}$$

$$r = r(1 + t)$$

Propriétés radiatives de la feuille initiale

Sous son épaisseur initiale, la feuille est opaque ($t \leq 1$ %) dans la gamme spectrale de la caméra infra-rouge utilisée (7,7 à 9,5µm). De ce fait, la valeur de la réflectivité r du dioptre polymère-air est directement déduite du spectre de réflexion réalisé sur la feuille initiale opaque puisque dans ce cas r = r (équation AI.4). Elle peut être considérée comme constante dans la gamme spectrale qui nous intéresse soit r = 0,04 (figure AI-1). On aboutit donc à une valeur d'émissivité apparente de 0,96, indépendante de la longueur d'onde. Sous son épaisseur initiale, la feuille est donc un corps gris dans la gamme spectrale de la caméra.

Des mesures d'émissivité de la feuille initiale on été réalisées pour différentes températures (50, 75, 100 et 125 °C). Aucune dépendance de l'émissivité à la température n'a été observée. Des mesures ont également été réalisées avec un angle d'incidence d'environ 45 degrés et comparées avec les résultats obtenus en incidence normale, ce qui a permis de conclure à la non-dépendance de l'émissivité avec l'angle d'inclinaison.

Nos mesures de thermographie IR ne sont donc perturbées ni par la température de la feuille ni par la géométrie non planaire du pot.

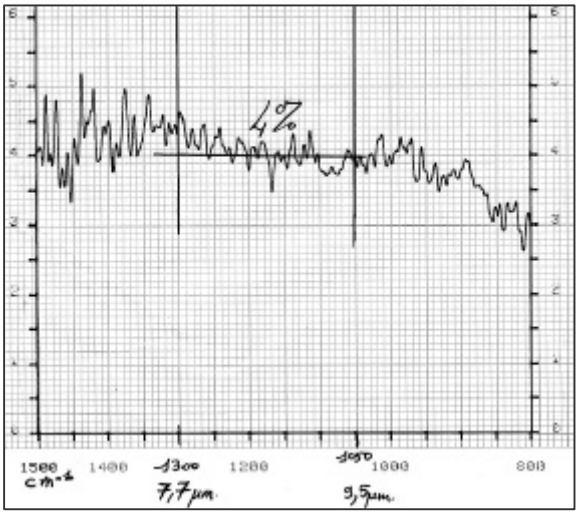


figure AI-1: Spectre de réflexion de la feuille de polystyrène initiale (feuille opaque) [5].

Etude de l'émissivité en fonction de l'épaisseur de la feuille

La valeur de r étant connue il faut, pour le calcul de l'émissivité (l'équation AI.3), déterminer t à partir des mesures de transmittivités *t*. La figure AI-2 présente un exemple de spectrogramme obtenu pour trois épaisseurs différentes de feuille. Ces mesures sont effectuées sur les pots thermoformés qui présentent une forte variation d'épaisseur à température ambiante. La taille de l'échantillon est d'environ 8 mm aussi les résultats obtenus ne caractérisent-ils qu'une épaisseur moyenne de feuille.

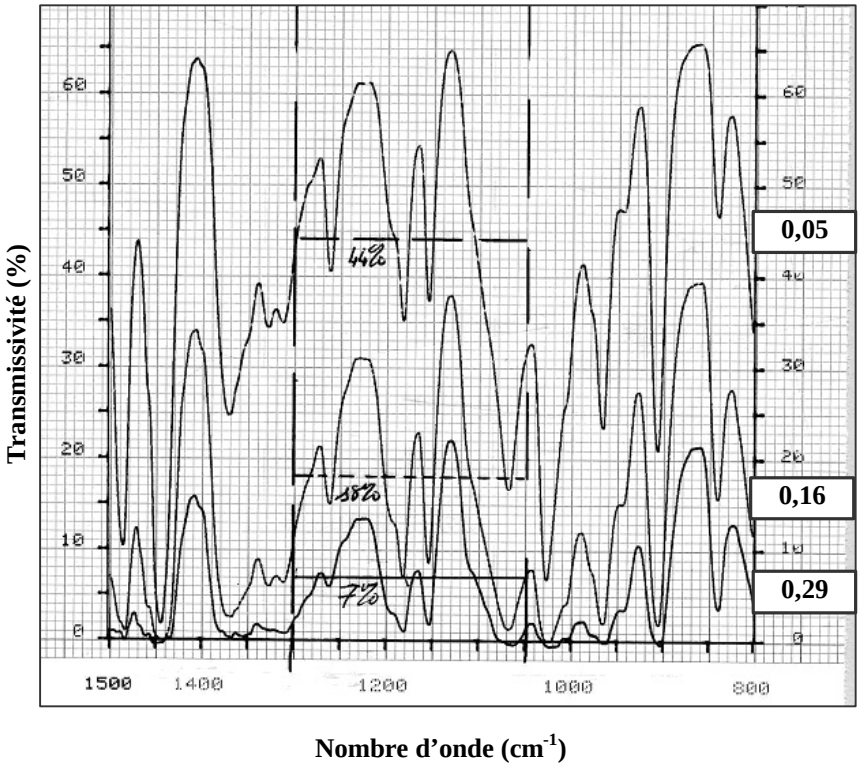


figure AI-2 : Spectres de transmissions du mélange de PS étudié sur spectromètre infra-rouge PERKIN ELMER 883 pour trois épaisseurs de feuille, correspondant à des e/e_0 de 0,05, 0,16 et 0,29 [5].

L'hypothèse de corps gris n'est plus vérifiée dans la gamme spectrale de la caméra, seule une valeur moyenne de transmissivité ayant été relevée (entre 1300 et 1050 cm^{-1} en nombre d'onde).

Les mesures de transmissivité et les émissivités apparentes calculées sont regroupées tableau AI-1. La feuille devient donc de plus en plus transparente au fur et à mesure de son amincissement ce qui a une incidence notable sur la valeur de l'émissivité équivalente, qui varie entre 0,96 et 0,45 (figure AI-3). L'amincissement de la feuille durant le thermoformage devra donc être prise en compte pour la mesure par thermographie IR.

Epaisseur relative e/e_0 moyenne	Transmittivité sur la bande spectrale utile	Emissivité calculée calculée
0,052 ± 0,020	0,50	0,448
0,032 ± 0,013	0,50	0,448
0,046 ± 0,018	0,49	0,459
0,054 ± 0,008	0,44	0,511
0,050 ± 0,007	0,34	0,615
0,068 ± 0,012	0,30	0,656
0,097 ± 0,018	0,20	0,758
0,133 ± 0,023	0,27	0,687
0,164 ± 0,023	0,18	0,779
0,190 ± 0,086	0,11	0,849
0,201 ± 0,008	0,15	0,809
0,298 ± 0,027	0,07	0,890
0,307 ± 0,043	0,02	0,940

tableau AI-1: Transmittivités et émissivités équivalentes calculées en fonction de l'épaisseur relative e/e_0.

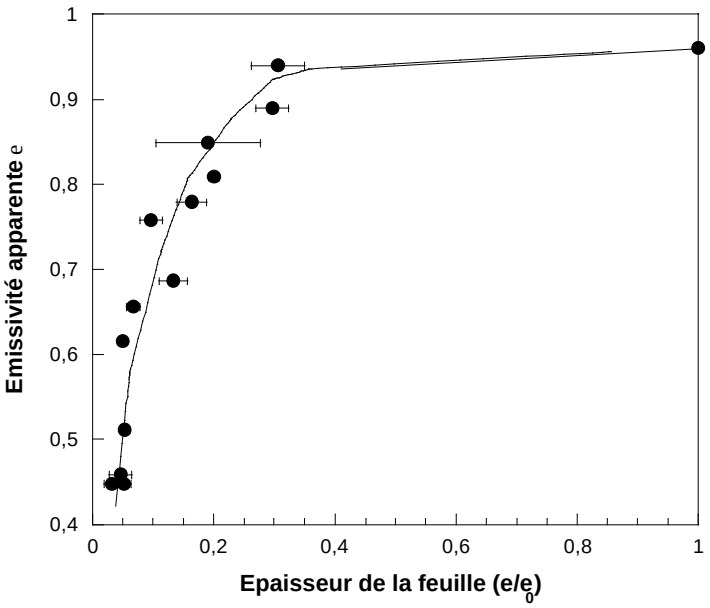


figure AI-3 : Evolution de l'émissivité apparente de la feuille en fonction de son épaisseur relative.

Références bibliographiques de l'Annexe I

[1] PAJANI, D., Thermographie, Principe et Mesure, *Techniques de l'ingénieur*, 2001, RAB, R2740.

[2] ERNER A., HENRY J.F. and BILLON N., *Mechanical dissipation during plug assisted thermoforming of polystyrene as mesured by infrared thermography* In: ESAFORM'2004 Conf. Proc., Trondheim, Norway (2004).

[3] X. Maldague, Infrared and thermal testing, Nondestructive testing handbook 3th ed., ASNDT (2001).

[4] X. Maldague, Infrared methodology and technology, Gordon and Breach Science Publishers, Amsterdam (1994).

[5] HENRY, J. F., *Caractérisation thermique des matériaux d'emballage (PET,PS) mis en œuvre lors des procédés de mise en forme (soufflage bi – étirage, thermoformage) par thermographie IR, Session n°3 : Serquigny, 19 et 20 juin 2003*, LTP, Université de Reims.

Annexe II

Propriétés thermiques des matériaux

Les données thermiques du polystyrène et des matériaux des moules et poinçons utilisés dans ce travail sont regroupés dans le tableau AII-1. Les propriétés de l'aluminium, du polycarbonate et du polystyrène sont celles de la littérature, les propriétés du feutre ont été caractérisés au Centre d'Energétique de l'Ecole des Mines de Paris (CENERG) à Sophia-Antipolis.

	k ($W.m^{-1}.°C^{-1}$)	$\rho \times C$ ($J.K^{-1}.\ m^{-3}$)	effusivité b ($J.K^{-1}.\ m^{-2}.s^{-1/2}$)
Polystyrène [1]	0,125	$1,92\ 10^6$	$5,02\ 10^2$
Feutre	0,16	$1,74\ 10^6$	$5,3\ 10^2$
Aluminium [2]	238	$2,48\ 10^6$	$2,4\ 10^4$
Polycarbonate [3]	0,21	$1,44\ 10^6$	$5,3\ 10^2$
Syntactic foam [4]	0,12	$1,13\ 10^6$	$3,68\ 10^2$

tableau AII-1 : Propriétés thermiques des matériaux d'après la littérature et nos mesures.

La masse volumique du feutre a été mesurée par pycnométrie au mercure (ρ = 0,86 $g.cm^3$).

Ses propriétés thermiques (conductivité et capacité calorifique) ont été évalués expérimentalement en régime transitoire à partir d'un CT-mètre dont le principe est basé sur la méthode de la sonde à choc thermique. Un créneau de puissance électrique est imposée à une sonde située entre deux plaques de l'échantillon (monolithes en feutre réalisés spécialement) et l'évolution de la température au niveau de l'interface est suivie à l'aide d'un thermocouple situé au centre de la sonde. Cette technique est couramment utilisé pour l'étude de matériaux isolants ; Pour plus de détails il est possible de se reporter, par exemple, aux travaux de Rigacci [5].

Des mesures ont également été réalisées sur des blocs de polystyrène, obtenus à partir de nos plaques par pressage à chaud, ce qui permet de valider la méthode. Nos mesures indiquent en effet une conductivité de 0,18 $W.m^{-1}.°C^{-1}$ pour le mélange de polystyrènes étudié, ce qui est proche des valeurs de la littérature (tableau AII-1). La reproductibilité des mesures a systématiquement été vérifiée sur 5 mesures.

Notons, pour finir, que les résultats obtenus pour le feutre sont cohérents avec les ordres de grandeur relevés dans la littérature pour une mousse polymère (syntactic foam) couramment utilisée comme matériau de poinçons en thermoformage (tableau AII-1).

Références bibliographiques de l'Annexe II

[1] AGASSANT, J. F., AVENAS, P., SERGENT, J. P., VERGNES, B., VINCENT, M., Thermique et échange de chaleur dans les procédés. In : *La mise en forme des matières plastiques*, p.127-189, Paris : Technique & Documentation, Lavoisier, 1996, 3e ed.

[2] COLIN J. SMITHELLS, General physical properties. In : *Metals reference book*, London : Butterworth & Co Publishers, 1976, 5e ed.

[3] LANGLAIS, C. et KLARSFELD, S. Isolation thermique à température ambiante. Propriétés, *Techniques de l'ingénieur*, 2004, BE, BE9860.

[4] COLLINS, P., LAPPIN J.F., HARKIN-JONES E.M. A and MARTIN,P.J *Investigation of heat transfert in the plug assisted thermoforming process*, In : SPE, ANTEC'2000 Conf. Proc., Orlando, USA (2000), p. 788-8791.

[5] RIGACCI, A., *Elaboration d'aérogels de silice monolithiques et étude des relations entre leur structure et leur conductivité thermique équivalente*, Thèse Doct. Energétique, Sophia – Antipolis : Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1998.

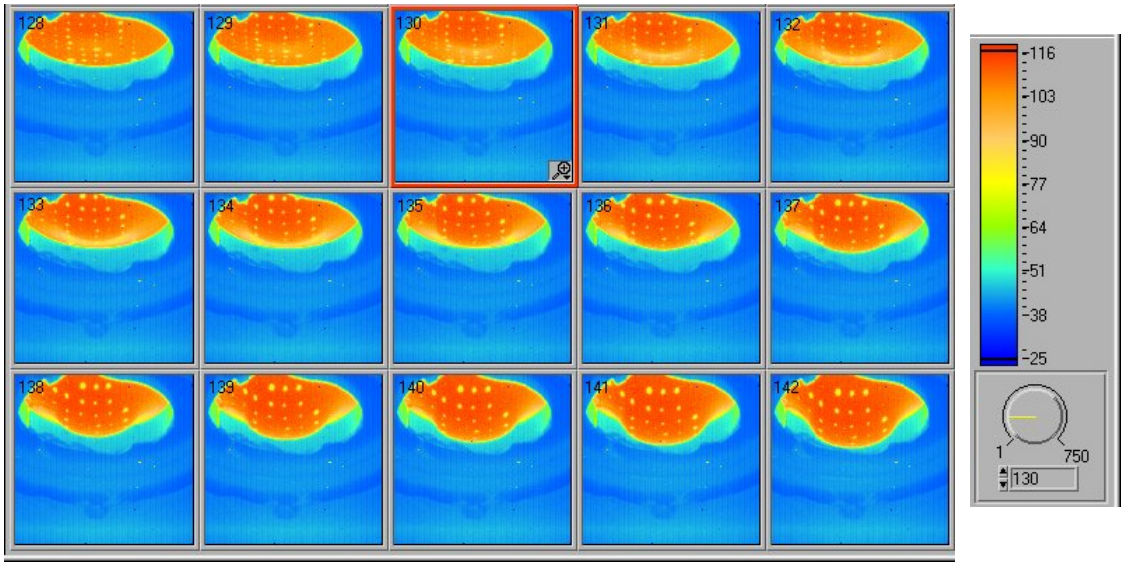
Annexe III

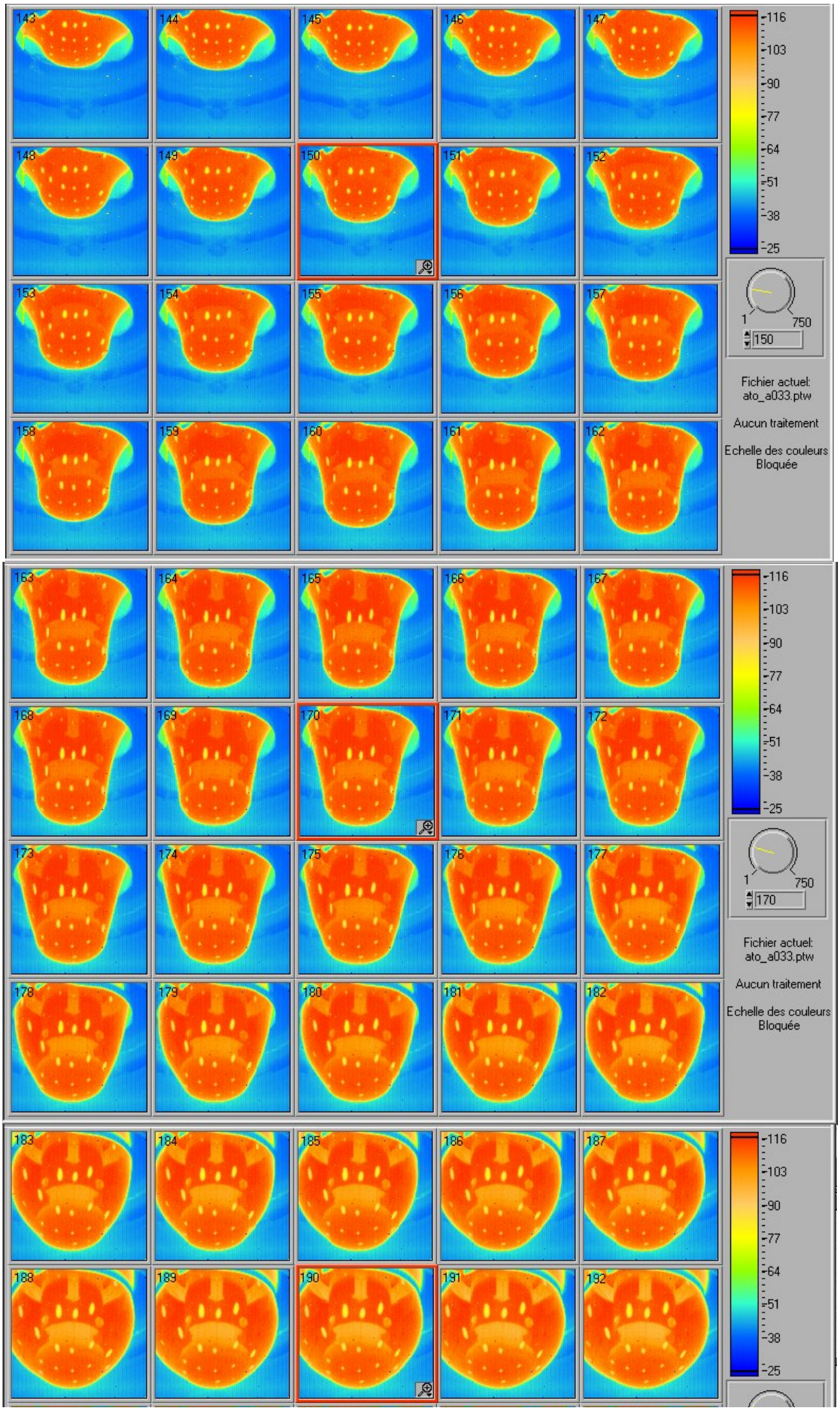
Thermoformage assisté par poinçon feutre d'une feuille de température initiale 116 °C avec soufflage « libre » (sans moule)

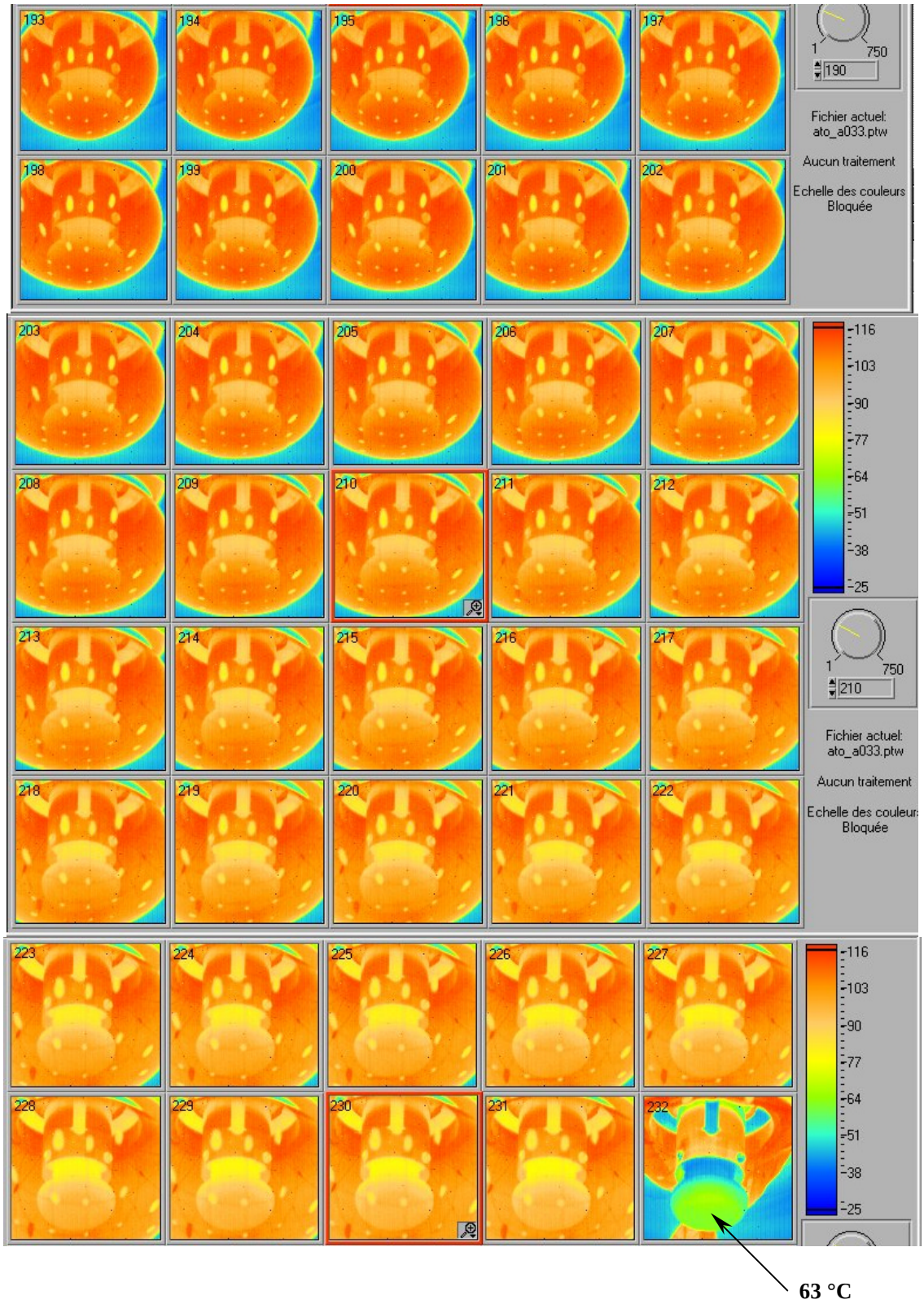
Nous présentons dans cette annexe les images thermiques obtenues lors d'un thermoformage « libre » (sans moule) réalisés avec un poinçon feutre et une feuille de température initiale 133 °C. Ces essais sont réalisés à très faible pression de soufflage (inférieure à 0,001 MPa) pour retarder l'éclatement de la bulle et étudier la cinématique de soufflage. La feuille est marquée à l'aide d'une peinture opaque sur les nœuds d'un quadrillage initial de 5×5 mm², visible sur les images thermiques, obtenues à l'aide d'une caméra ondes longues (CEDIP JADE IRC 320-4 LW – 7.7 à 9.5 µm) à haute fréquence d'acquisition (300 images.s^{-1}).

La transcription en température est réalisée en supposant l'émissivité constante et égale à 0.96 (émissivité de la feuille initiale). Cette hypothèse n'étant acceptable que pour une feuille suffisamment épaisse (voir Annexe III), les valeurs de températures ne sont donc qu'indicatives. Les numéros inscrits en haut à gauche de chaque image correspondent au numéro de l'image.

Le poinçonnage correspond aux images 128 à 165 (soit environ 120 ms). Le soufflage débute à l'image 165 et se traduit par une expansion de la bulle dans la partie supérieure du flanc, la feuille étant contrainte au niveau du poinçon. Cette bulle, toujours contrainte, gonfle de manière latérale jusqu'à adopter une géométrie quasi sphérique (image 197) puis se propage vers le bas jusqu'au décollement du poinçon (image 203). La bulle continue à s'étendre de manière importante jusqu'à son éclatement (image 232).




143
144
145
146
147
148
149
150
151
152
153
154
155
156
157
158
159
160
161
162
163
164
165
166
167
168
169
170
171
172
173
174
175
176
177
178
179
180
181
182
183
184
185
186
187
188
189
190
191
192
116
103
90
77
64
51
38
25
1
750
150
170
Fichier actuel:
ato_a033.ptw
Aucun traitement
Echelle des couleurs
Bloquée



Après éclatement de la feuille, la température de surface du poinçon feutre est mesurable. Elle est de l'ordre de 63 °C. Celui-ci s'est donc échauffé en extrême surface dans la zone de contact avec la feuille. La valeur mesurée ici donne un ordre de grandeur de cet échauffement en le sous-estimant puisque le soufflage d'air comprimé (210 ms environ) doit probablement contribuer à refroidir le poinçon.

Annexe IV

Détermination expérimentale de résistance thermique de contact feuille/outil en régime permanent

Nous avons tenté de fournir un ordre de grandeur de la RTC poinçon/feuille en thermoformage en adaptant un dispositif expérimental, initialement développé pour l'étude de couples métal/métal, décrit au Chapitre V (figure V–25). Son principe repose sur la mesure de champs de température au sein de deux outils encadrant une feuille de PS. L'évaluation de la RTC est déduite en régime permanent de l'écart de température relevé entre les thermocouples les plus proches de la surface (équations V–13 et V–14).

Nous présentons ici les résultats qui ont pu être obtenus.

Estimation de la RTC feutre/polystyrène

Les deux outils encadrant la feuille de PS sont en feutre. Du fait des faibles conductivités du feutre et du polystyrène, les temps de stabilisation nécessaires à l'établissement d'un régime permanent de transfert thermique sont très importants (plusieurs heures). Il est de plus nécessaire de bien isoler le dispositif pour limiter les pertes par convection et s'assurer au mieux de la conservation du flux conductif entre les deux outils en feutre. Nous n'avons donc pas réalisé une brusque mise en contact au sens propre du terme, la chauffe de l'outil inférieur n'étant enclenchée qu'une fois le système (outils encadrant la feuille en contact) bien calorifugé.

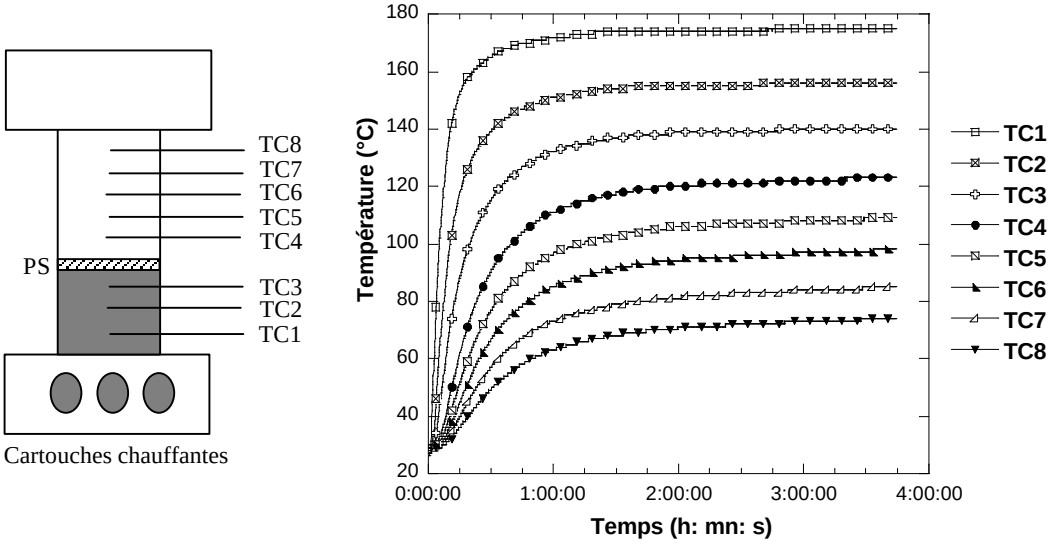
La figure IV-1 représente les évolutions de température enregistrées au cours d'un essai avec le schéma du montage indiquant l'implantation des thermocouples au sein des outils chaud et froid. La feuille est amenée à une température représentative du procédé soit ici entre 120 et 140 °C (températures limites données par les thermocouples notés 3 et 4 de la figure IV-1).

On observe qu'un régime permanent, pour lequel les températures des deux échantillons sont stabilisées, n'est atteint qu'au bout de 2 heures. Il est bien évident qu'à l'issu de ce laps de temps, nous risquons de mesurer expérimentalement une valeur de RTC sous-estimée par rapport au procédé, pour lequel les durées de contact sont très faibles. Nous suivrons donc l'évolution de la RTC, calculée à partir l'équation IV.14. à partir du flux moyen, pendant toute la durée de l'essai et garderons ce point en mémoire pour l'analyse de nos résultats.

Les évolutions des flux dans les outils froid et chaud, ainsi que du flux moyen, calculé à partir des précédents, sont présentés (figure IV-2 (a)). Le régime stationnaire, atteint au bout de deux heures, doit se traduire par une conservation du flux de chaleur dans les outils (figure IV-2 (b)). Nous avons cependant observé que le flux dans l'outil froid est toujours inférieur à celui observé dans l'outil chaud. Une valeur moyenne des flux mesurés dans les deux outils est donc utilisée pour le calcul, soit une imprécision de 8 % sur la valeur du flux.

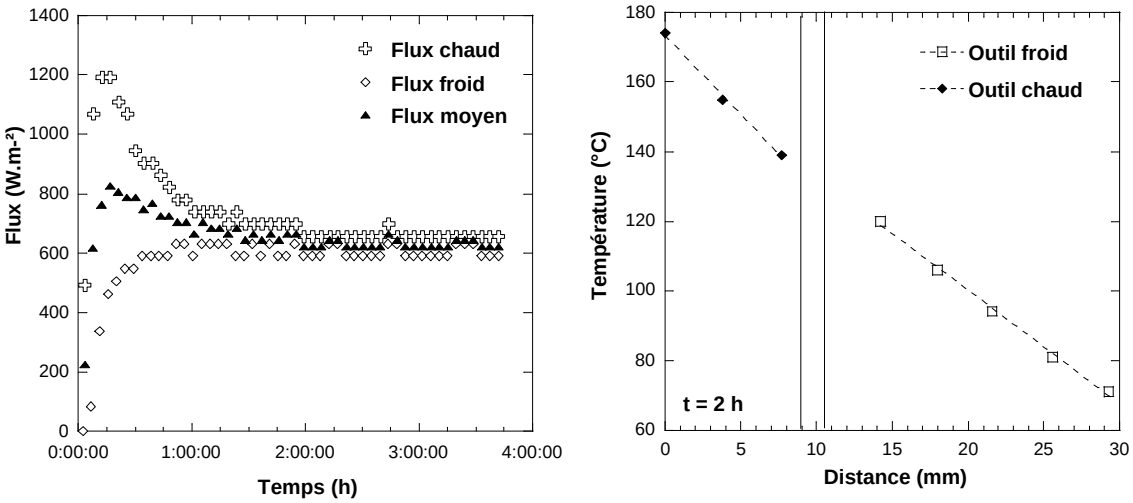
Ces différences de flux proviennent sans doute de pertes de chaleur latérales mais restent d'un ordre de grandeur acceptable pour ce dispositif. En effet, dans le cas d'une mise en contact

d'outils et de pièces métalliques, l'erreur commise sur le flux est chiffrée entre 10 à 14 % d'après [1]. Ces auteurs ont montré que bien que l'hypothèse de flux constant ne soit pas parfaitement valide, les calculs analytiques fournissent des valeurs de RTC peu différentes de celles obtenues par analyse inverse via une modélisation numérique par éléments finis de l'essai.



(a) (b)

figure IV-1 : Dispositif expérimental de mesure de RTC feutre/polystyrène : schéma du montage (a) et évolution des températures au sein des outils (tous deux en feutre) pendant l'essai (X_{TC3} = 1,5 mm et X_{TC4} = 4 mm) (b).



(a) (b)

figure IV-2 : Evolution des flux mesurés dans les outils chaud et froid au cours du temps ainsi que du flux moyen traversant l'interface (a) ; Mesure des gradients thermiques au sein des outils chaud et froid en régime stationnaire au bout de deux heures d'essai (b).

Nos mesures expérimentales sont donc entachées d'incertitudes, ce qui se ressent sur la précision de la détermination de la résistance de contact. Ces erreurs proviennent principalement de l'incertitude de mesure des températures par les thermocouples (ΔT est mesuré à +/- 2 °C) et

du calcul du flux. Ces imprécisions de mesure sont inhérentes à la méthode. Dans le cadre de l'emboutissage à chaud, l'erreur entachant la détermination de la RTC a pu être quantifiée entre 10 et 60 % [1].

Dans notre cas, l'utilisation de cette méthode s'avère être encore plus imprécise du fait des faibles conductivités du polystyrène et du feutre (comparées à celles de métaux) qui rendent les termes en e/k du même ordre de grandeur que le terme fourni par l'expérience $\Delta T/\phi$ (équation V–14). Un calcul d'incertitude nous conduit à une incertitude de 130 % sur la résistance de thermique de contact.

L'évolution de la RTC au cours de l'essai, calculée d'après l'équation en considérant le flux moyen, est malgré tout présentée figure IV-3, avec son enveloppe d'incertitude.

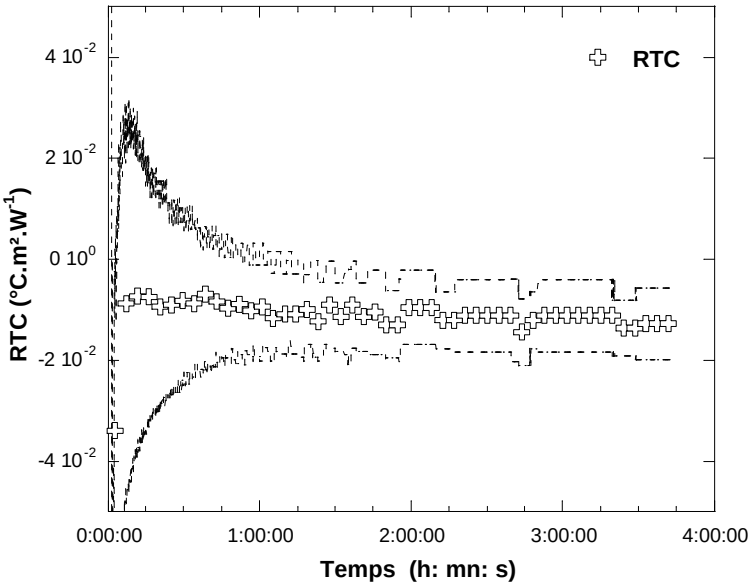


figure IV-3 : Evolution de la résistance thermique de contact feutre/polystyrène en fonction du temps avec son enveloppe d'incertitude.

La faible valeur négative obtenue pour la RTC en régime permanent n'a aucun sens physique. Compte-tenu de la forte imprécision de la technique, on peut considérer que la résistance thermique feutre/polystyrène peut être assimilée à une RTC nulle.

Estimation de la RTC aluminium/polystyrène

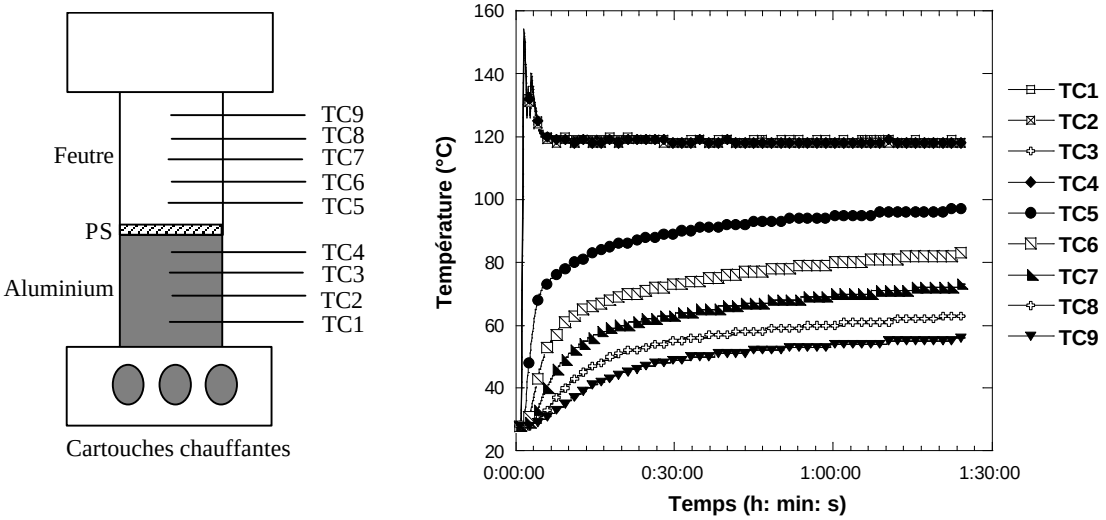
Dans le cas du contact aluminium/polystyrène, nous n'avons pu réaliser de mesure directe en enserrant la feuille de polymère par deux outils en aluminium. En effet, du fait des différences importantes de conductivité thermique entre l'aluminium et le polystyrène, celui-ci se comporte comme un isolant et ne permet le passage que d'une faible quantité de chaleur, qui est immédiatement répartie dans la masse de l'outil supérieur. Les deux outils métalliques restent donc à une température uniforme au cours du temps et la mesure des gradients thermiques est impossible.

Pour estimer malgré tout un ordre de grandeur de résistance de contact, nous avons utilisé un système mixte avec un outil chaud en aluminium et un outil froid en feutre (figure IV-4).

La température dans l'outil aluminium devient très vite homogène et reste constante au cours du temps, ce qui empêche toute mesure de gradient dans cet outil. En supposant que la résistance thermique de contact feutre/polystyrène peut être négligée d'après nos observations, on peut écrire (équation IV.1) :

$$R = \frac{\Delta T}{\Phi} - \frac{X_C}{k_C} - \frac{e_{PS}}{k_{PS}} - \frac{X_F}{k_F} \qquad \text{(IV.1)}$$

A partir de cette équation, l'évolution de la résistance de thermique de contact aluminium/polystyrène R peut être calculée au cours de l'essai (figure IV-5 (b)) en utilisant les évolutions de l'écart ΔT mesuré (figure IV-5 (a)) et du flux mesuré dans l'outil en feutre au cours du temps.



(a) (b)

figure IV-4 : Dispositif expérimental de mesure de RTC aluminium/polystyrène : schéma du montage (a) et évolution des températures au sein des outils inférieur (chaud) et supérieur (froid) respectivement en aluminium et en feutre (b).

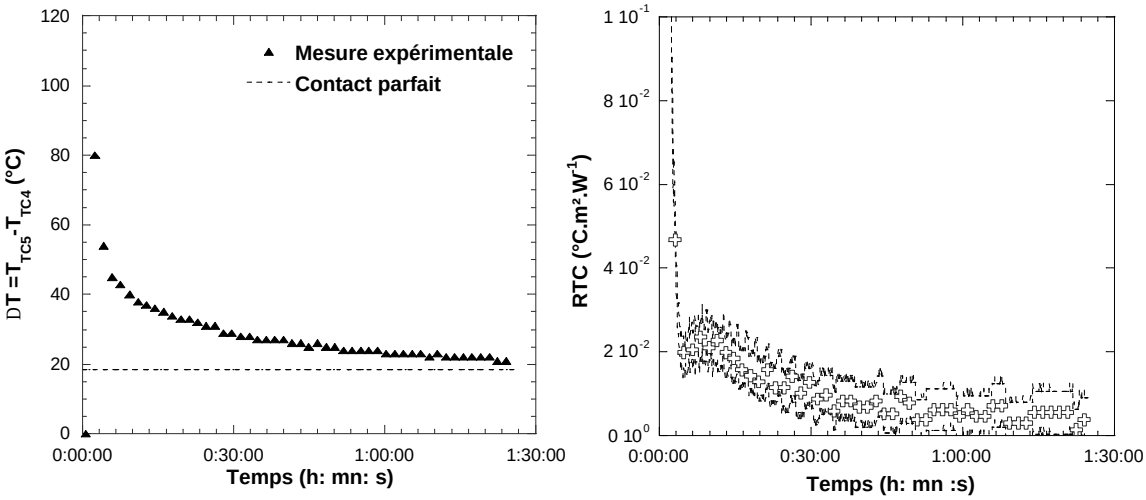
Nous observons qu'elle diminue au cours du temps jusqu'à l'établissement d'un régime permanent (1h 20) pour lequel la valeur de résistance thermique est de 6 10^{-3} +/- 5 10^{-3} °C.m2.W-1 (incertitude de 84 %). Dans ces conditions, un contact thermique parfait aurait abouti à un écart de température ΔT de 18,5 °C, contre 21 °C mesuré expérimentalement (figure IV-5 (a)).

Ces résultats doivent être considérés avec précaution en raison des hypothèses supplémentaires dues à l'utilisation d'un système mixte. En effet, on suppose que la RTC est nulle pour l'interface feutre/polystyrène et aucune vérification de l'établissement du régime permanent n'est effectuée puisque le flux thermique n'est mesuré que dans l'outil froid.

Ce dispositif ne permet donc pas de mesures précises et les résultats ne sont que qualitatifs. Ils semblent toutefois indiquer que la résistance au transfert de chaleur dans le cas d'un contact aluminium/polystyrène n'est peut être pas totalement négligeable, du moins lorsque la température de l'interface se situe aux alentours de 120 °C.

Pour les températures d'interfaces inférieures qui interviennent dans le cas de la mise en contact rapide du poinçonnage, la résistance au transfert thermique pourrait être supérieure. En effet, la

feuille est notablement plus rigide localement (car refroidie), ce qui favorise la présence de vides interstitiels au niveau du contact. Toutefois, il est difficile de pousser plus avant l'analyse compte tenu de la forte imprécision de ces mesures.



(a) (b)

figure IV-5 : Détermination de la RTC aluminium/polystyrène : Evolution de l'écart de température DT entre les thermocouples les plus proches de la surface en fonction du temps (a) ; Evolution de la résistance thermique de contact en fonction du temps avec son enveloppe d'incertitude (b).

Retenons que la résistance thermique de contact n'est peut-être pas négligeable pour l'aluminium et que le refroidissement de la feuille au niveau de ce poinçon n'est sans doute pas aussi sévère que ne le laisse supposer un calcul sous hypothèse de contact thermique parfait.

Références bibliographiques de l'Annexe II

[1] GARCIA ARANDA, L., *Etude thermo-mécanique et modélisation numérique de l'emboutissage à chaud de l'Usibor 1500.* Thèse Doct. Sciences et Génie des Matériaux, Sophia-Antipolis : Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2004.

RESUME

Nous étudions le thermoformage assisté par poinçon d'un mélange de polystyrènes, afin de progresser dans la compréhension des phénomènes physiques impliqués et de permettre un meilleur contrôle du procédé. Nous nous appuyons pour cela sur une étude expérimentale associant des essais de thermoformage sur prototype instrumenté, une étude rhéologique, conduite sur une large gamme de température, vitesse et mode de chargement, et la caractérisation des interactions poinçon/matière tant du point de vue tribologique que thermique. L'analyse des cinématiques de mise en forme (grâce à une caméra rapide) permet de décrire les conditions réelles de sollicitation de la matière, qui sont rapides (jusqu'à 100 s^{-1}), séquencées, inhomogènes et non isothermes. L'influence des paramètres de mise en œuvre est précisée et, en particulier, le rôle majeur du contact avec le poinçon, qui est le siège d'un fort couplage entre thermique du contact, frottement et rhéologie.
Le comportement du polystyrène en thermoformage est fortement évolutif avec la température et la vitesse de sollicitation, du fait de la proximité de la transition α. Il est majoritairement réversible et peu dissipatif. Il évolue continûment d'un comportement hyper-viscoélastique vers un comportement elasto-viscoplastique et nous montrons que c'est l'écart à la transition α, tel qu'il est défini par le couple température/vitesse, qui gouverne ces évolutions. Le principe d'équivalence temps-température peut être étendu aux grandes déformations. La thermique du contact, qui définit la température locale du polymère au niveau de l'interface, θ_i, est primordiale. Elle dépend de la température et des propriétés thermiques des deux corps, mais aussi de la résistance de contact qui reste cependant difficile à estimer. Elle influence aussi le frottement, dont les effets ne peuvent s'exprimer que lorsque le refroidissement local du polymère n'est pas trop sévère ($\theta_i > T_\alpha$). En outre, le frottement entre le poinçon et la feuille est thermodépendant et sensible à la vitesse de glissement. Des modélisations phénoménologiques de ces phénomènes et de leurs couplages ont été proposées, ainsi qu'une méthodologie permettant d'identifier expérimentalement les paramètres des modèles. Leur apport a été validé dans un contexte numérique .

Mots clés :
Thermoformage assisté par poinçon, polystyrène, comportement caoutchoutique, écart à la transition α, frottement, thermique du contact, température d'interface.

ABSTRACT

The plug-assisted thermoforming of a polystyrenes blend is experimentally studied to better understand the physical phenomena involved and to better control the process. This is done on the basis of an experimental approach, including thermoforming tests, rheological studies over a wide range of temperatures, strain rates and loading histories and plug-sheet contact characterisation, including friction and thermal contact resistance measurements. The analysis of the kinematics of the thermoforming process (using a rapid video-camera) leads to the characterisation of the actual loading features, which are rapid (strain-rates up to 100 s^{-1}), sequenced, inhomogeneous and non-isothermal. The influence of the processing parameters is investigated, in particular the importance of the tool-sheet contact where thermal exchanges, friction and rheology interact. The behaviour of the blend within the thermoforming range drastically depends on temperature and strain-rate, due to the proximity of the glass transition. It is mainly reversible and poorly dissipative. The polymer exhibits a progressive change from a hyper-viscoelastic behaviour to an elastic-viscoplastic behaviour, where the α transition temperature deviation, as defined by the couple temperature/strain-rate, appears to be the main driving parameter. The time-temperature principle is extended to large strains. The thermal conditions of the contact, which defines the local temperature close to the plug-sheet interface, θ_i, are of prime importance. They depend on the plug and sheet temperatures and on the thermal properties of the two materials. Additionally some thermal contact resistance, which remains nevertheless difficult to estimate, can exist. The thermal contact also influences friction, whose effects is significant only when the local cooling of the sheet remains reasonable ($\theta_i > T_\alpha$). Finally, the friction coefficient between the plug and the sheet appears to depend on the local temperature and on the relative velocity. Phenomenological models are proposed and experimental identification protocols are proposed for each parameter. Their asset are demonstrated within the frame of a numerical simulation.

Key words :
Plug-assisted thermoforming, polystyrene, rubber-like behaviour, α transition temperature deviation, friction, thermal contact, interface temperature.