



HAL
open science

Comparaison microstructurale et mécanique de polypropylènes-choc recyclés : suivi de l'endommagement et du vieillissement

L. Chocinski-Arnault, F. Touchard, M. Comyn, M. Taha, M.P. Buron

► To cite this version:

L. Chocinski-Arnault, F. Touchard, M. Comyn, M. Taha, M.P. Buron. Comparaison microstructurale et mécanique de polypropylènes-choc recyclés : suivi de l'endommagement et du vieillissement. 17èmes Journées Nationales sur les Composites (JNC17), Jun 2011, Poitiers-Futuroscope, France. pp.52. hal-00597920

HAL Id: hal-00597920

<https://hal.science/hal-00597920v1>

Submitted on 2 Jun 2011

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Comparaison microstructurale et mécanique de polypropylènes-choc recyclés : suivi de l'endommagement et du vieillissement

Microstructural and mechanical comparison of recycled impact modified polypropylenes: damage evolution and ageing

L. Chocinski-Arnault¹, F. Touchard¹, M. Comyn¹, M. Taha² et M.P. Buron³

1 : Institut Pprime, CNRS-ENSMA-Université de Poitiers, UPR 3346,
Département Physique et Mécanique des Matériaux
ENSMA, Téléport 2, 1 avenue Clément Ader - BP 40109 - F 86961 Futuroscope Chasseneuil Cedex
e-mail : laurence.chocinski@ensma.fr, fabienne.touchard@ensma.fr

2 : IMP, Université Jean Monnet
23, rue Paul Michelon - F 42023 Saint-Étienne

3 : FAURECIA Modules & Systems
rue de Verdun - F 25402 Audincourt

Résumé

Cette étude porte sur des polypropylènes (PP)-chocs provenant du recyclage de pare-chocs de véhicules hors d'usage. Deux voies sont étudiées pour l'utilisation du matériau recyclé : soit en mélange avec du matériau neuf, soit après un traitement spécifique (TR) visant à éliminer la peinture. Des différences microstructurales ont été identifiées par DSC et DMA entre les différents PP-chocs étudiés. Ces matériaux soumis à des essais de traction s'endommagent par cavitation ; cet endommagement a été suivi et quantifié à différents stades de déformation à partir des mesures de variation de volume. Le matériau résultant du mélange présente une meilleure ductilité et un endommagement très légèrement retardé par rapport au matériau recyclé seul. Le traitement TR semble plus prometteur au niveau du comportement mécanique car il conduit à des matériaux encore plus ductiles et présentant un endommagement nettement retardé. Par ailleurs, le vieillissement thermique à 80°C de ces matériaux n'entraîne pas, après six à dix-huit mois de suivi, de variation significative au niveau des caractéristiques mécaniques et de l'endommagement, ce qui témoigne d'une très bonne stabilité de ces PP-chocs recyclés.

Abstract

This study deals with impact modified polypropylenes issued from recycling of end-of-life vehicle bumpers. Two ways are studied for the use of recycled material: either by mixing with new material or after a specific treatment (TR) intended to eliminate paint particles. Microstructural differences have been identified by DSC and DMA between the different studied impact modified polypropylenes. When submitted to tensile tests these materials are damaged by cavitation. This damage has been tracked and quantified at different strain levels from measurements of volume variation. The material resulting from mixing has a better ductility and a slightly delayed damage compared with the recycled material alone. The treatment TR seems to be more promising with regard to mechanical behaviour because it leads to materials even more ductile with significantly delayed damage. Moreover, the thermal ageing at 80°C of these materials does not lead, after 6 to 18 months, to significant variation in mechanical characteristics and damage, which shows the very good stability of these recycled impact modified polypropylenes.

Mots Clés : polypropylène-choc, recyclage, microstructure, endommagement, vieillissement

Keywords : impact modified polypropylene, recycling, microstructure, damage, ageing

1. Introduction

Les véhicules hors d'usage (VHU) représentent une source importante de déchets : en Europe, chaque année, 9 à 10 millions de véhicules arrivent en fin de vie, ce qui représente plus de 700000 tonnes. La directive européenne 2000/53/CE, relative aux VHU, fixe un taux minimum de réutilisation et de recyclage de 85% en masse de VHU pour l'échéance de 2015 [1]. Dans le large panel des pièces de VHU, les pare-chocs, majoritairement fabriqués à base de polypropylène dit « choc », peuvent alimenter une filière de tri et le recyclage iso-fonction des matériaux de pare-

chocs intéresse les constructeurs et équipementiers automobiles [2, 3]. La présente étude s'inscrit dans ce contexte, et plus particulièrement, dans un large programme (BOREVE), piloté par FAURECIA et financé par l'ADEME ; il s'agit de développer une filière optimisée de recyclage de pare-chocs, conduisant à des matières de qualité réinjectable dans l'industrie automobile. Les premières études réalisées dans le cadre de ce projet ont mis en évidence des éléments importants concernant le recyclage des pare-chocs [4] : d'une part, la présence des résidus de peinture a un rôle néfaste sur la tenue en déformation des matériaux recyclés et, d'autre part, un tri très sélectif ne s'avère pas nécessaire au regard des caractéristiques mécaniques et de l'endommagement. Dans la présente étude, nous nous focalisons donc sur le matériau issu du recyclage de pare-chocs de VHU ayant subi un tri standard. Deux voies sont étudiées pour l'utilisation de ce matériau recyclé : soit en mélange avec le matériau neuf de base, soit après un traitement spécifique visant à éliminer la peinture. Nous nous intéressons plus particulièrement à la caractérisation et comparaison des différents matériaux, tant au niveau microstructural (par DSC, DMA et MEB), qu'au niveau mécanique en traction avec suivi de l'endommagement. Ces caractérisations sont réalisées à différents stades de vieillissement thermique à 80°C, jusqu'à des durées de six à dix-huit mois selon les matériaux.

2. Matériaux étudiés

Tous les matériaux étudiés sont à base de PP-choc : matrice de polypropylène semi-cristallin chargée d'une phase d'élastomère qui est un copolymère d'éthylène et de propylène. Le matériau C, issu de pare-chocs de VHU, a subi un tri standard chez un démanteleur puis différents traitements : démétallisation, lavage, broyage, filtrage et compoundage. Il est caractérisé par un taux massique d'élastomère de 29%, un taux massique de charge de 1,63% et contient des résidus de peinture. Le matériau C50 résulte du mélange de 50% en masse de matériau C avec le PP-choc de base, neuf, utilisé pour la fabrication actuelle des pare-chocs (matériau P). Les matériaux CTR1 et CTR2 sont tous les deux obtenus à partir du matériau C, selon le même procédé de traitement spécifique visant à éliminer la peinture, noté TR, mais avec des paramètres différents.

Les observations microscopiques, réalisées avec un MEB de type JEOL JSM 6400 après métallisation, permettent de mettre en évidence la présence de particules de peinture, sous forme de paillettes dans le matériau C (Fig. 1a) et dans le mélange C50. A plus fort grossissement, pour tous les matériaux étudiés, on peut noter la présence de petits nodules (d'environ 1µm de diamètre), qui correspondent à la phase élastomère des PP-chocs, et des particules de talc (Fig. 1b).

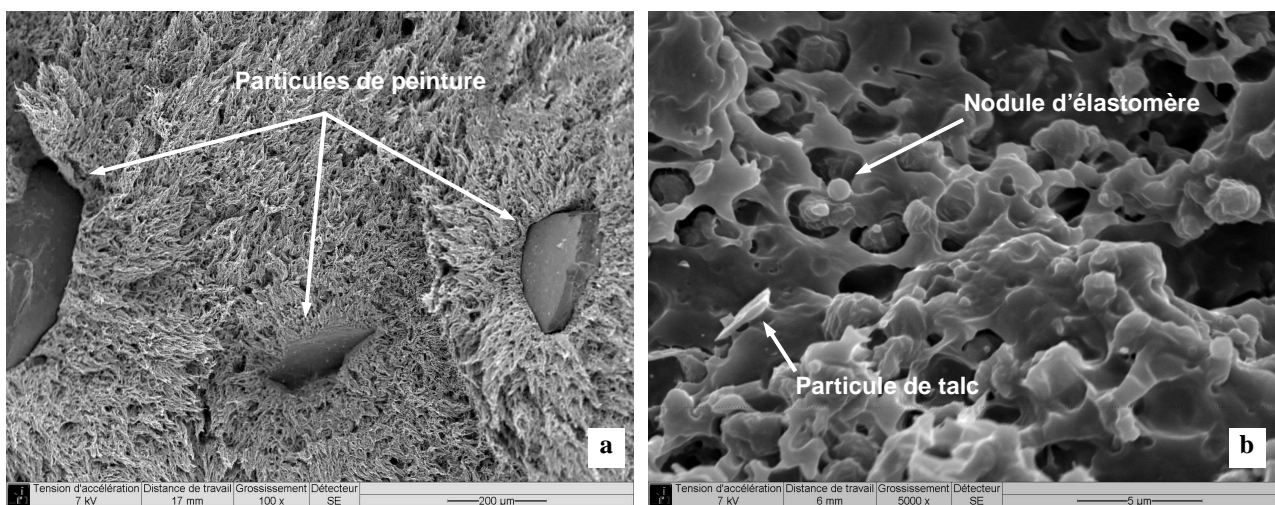


Fig. 1. Micrographies par MEB du faciès de rupture du matériau C.

3. Etudes microstructurale et mécanique des matériaux non vieillis

3.1 Analyse par DSC et DMA

Les cinq matériaux étudiés ont été caractérisés par analyse calorimétrique différentielle (DSC), au chauffage et au refroidissement, entre -100°C et 210°C , à $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ avec un calorimètre DSCM 2920 de TA Instrument.

Pour tous les matériaux étudiés, l'analyse calorimétrique révèle au chauffage un pic endothermique très prononcé vers 165°C qui correspond à la fusion du PP, comme on peut le voir par exemple sur la figure 2a. Un autre pic endothermique, peu intense, situé en dessous de la fusion du PP est attribué à la fusion du PE. En effet, les polypropylènes-chocs étudiés sont des copolymères à base de propylène et d'éthylène et le mode de synthèse peut conduire à la formation d'inclusions de polyéthylène semi-cristallin. La transition vitreuse de la phase élastomère est observable vers -55°C mais celle du PP n'est pas identifiable.

Les thermogrammes au refroidissement des cinq matériaux étudiés sont caractérisés par le pic de cristallisation du PP et un pic, peu intense, à plus basse température attribué à la cristallisation du PE, comme on peut le voir par exemple sur la figure 2b.

Les températures de fusion T_f et de cristallisation T_c des phases PE et PP, ainsi que les enthalpies de fusion ΔH_{PP} mesurées à partir de l'aire du pic de fusion du PP, sont données pour les cinq matériaux dans le tableau 1. Pour le matériau C, dont le taux d'élastomère est connu, il est possible de déterminer le taux de cristallinité massique X_m du PP qui est de 50,1%.

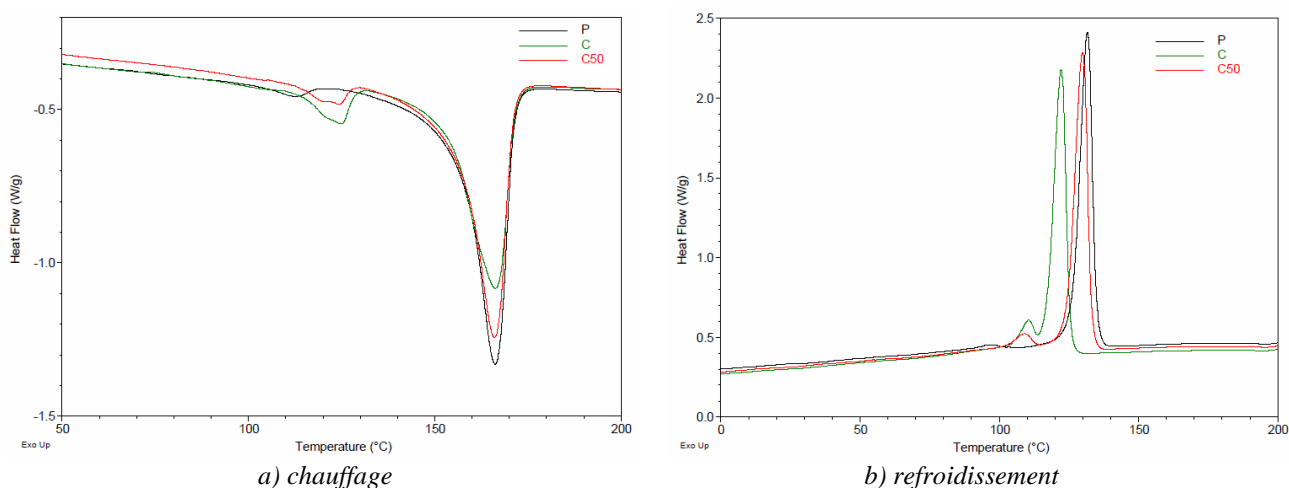


Fig. 2. Thermogrammes de DSC de P, C et C50, au chauffage (a) et au refroidissement (b).

matériau	$T_f(\text{PE}) (^{\circ}\text{C})$	$T_f(\text{PP}) (^{\circ}\text{C})$	$\Delta H_{PP} (\text{J/g})$	$T_c(\text{PP}) (^{\circ}\text{C})$	$T_c(\text{PE}) (^{\circ}\text{C})$
P	(petit pic) 112,8	166,2	65,1	131,7	(petit pic) 96,2
C	Pic principal (124°C) avec épaulement ($\sim 120^{\circ}\text{C}$)	166,3	51,8	122,2	110,5
C50	Pic à deux composantes (120°C et 124°C)	166,0	58,9	129,8	109
CTR1	Pic principal (124°C) avec épaulement ($\sim 120^{\circ}\text{C}$)	165,7	56,1	123,5	111,2
CTR2	Pic principal (124°C) avec épaulement ($\sim 120^{\circ}\text{C}$)	166,2	52,5	123,2	111,2

Tab. 1. Caractéristiques obtenues par DSC des phases PP et PE.

La figure 2 permet de comparer les thermogrammes des matériaux P, C et C50. Le matériau C présente une température de fusion de la phase PP analogue à celle du matériau P mais l'enthalpie de fusion de P est supérieure à celle de C (Tab. 1). D'autre part, la phase polypropylène de C cristallise à plus basse température que celle de P. Les pics de fusion et de cristallisation du PE pour

C sont plus intenses et situés à plus haute température que pour P ; de plus, pour C, le pic de fusion du PE présente un dédoublement (pic principal avec épaulement).

Quant au mélange C50, la fusion de la phase PE présente un pic à deux composantes, dont le profil est intermédiaire entre celui de P et de C (Fig. 2a). La température de fusion de la phase PP est identique à celle des matériaux P et C. L'enthalpie de fusion ΔH_{PP} est comprise entre celle de P et celle de C, et la valeur mesurée par DSC (58,9J/g) est en très bon accord avec celle calculée par la loi des mélanges (58,5J/g). Quant aux pics de cristallisation des phases PP et PE du mélange C50, leur position et leur intensité sont intermédiaires entre celles de P et de C (Fig. 2b).

Concernant les matériaux CTR1 et CTR2, leurs thermogrammes sont identiques, tant au niveau de la transition vitreuse de la phase élastomère qu'au niveau des pics de fusion et de cristallisation des phases PP et PE, et sont très proches de celui de C.

L'analyse mécanique dynamique (DMA), avec détermination de E' , E'' et $\tan\delta$, a été réalisée avec un appareil DMA Q800 TA Instrument, entre -130°C et 140°C à $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$, à la fréquence de 1Hz, en flexion à encastrement simple avec une déformation de 0,02%. Sur le spectre de DMA des cinq matériaux étudiés (Fig. 3, à titre d'exemple), les trois relaxations caractéristiques du PP [5, 6] sont identifiables : la relaxation α vers 90°C , la relaxation β vers 0°C , associée à la transition vitreuse du polypropylène, et la relaxation γ , en deçà de -80°C . Les spectres de DMA font aussi apparaître une relaxation vers -50°C qui correspond à la transition vitreuse de la phase élastomère. La DMA permet donc d'identifier clairement les transitions vitreuses du PP et de la phase élastomère, qui sont difficilement détectables par DSC.

La figure 3 montre les spectres de DMA (E'' et $\tan\delta$) des matériaux P, C et du mélange C50. Des différences sont à noter entre les matériaux C et P concernant :

- la relaxation α (Fig. 3b),
- la transition vitreuse de la phase PP, située à plus haute température pour C (Fig.3a),
- la transition vitreuse de la phase élastomère, située à plus basse température pour C (Fig. 3b), ce qui montre que la phase élastomère des pare-chocs de VHU est différente de celle des PP-chocs actuellement utilisés.

Il faut également préciser que le module de conservation E' de C est supérieur à celui de P (à 20°C , 1179MPa pour C contre 1003MPa pour P), ce qui est dû au fait que C est plus chargé.

Quant au mélange C50, il a des caractéristiques intermédiaires entre celles de C et de P. Les températures de transition vitreuse (T_g) de la phase élastomère et de la phase PP du C50 sont comprises entre celles de P et de C (Fig. 3), à savoir pour $T_g(\text{élastomère})$: $C < C50 < P$ et pour $T_g(\text{PP})$: $P < C50 < C$.

Concernant les matériaux CTR1 et CTR2, leurs spectres de DMA sont semblables et très proches de ceux du matériau C ; les températures de transition vitreuse de la phase élastomère et de la phase PP sont sensiblement les mêmes.

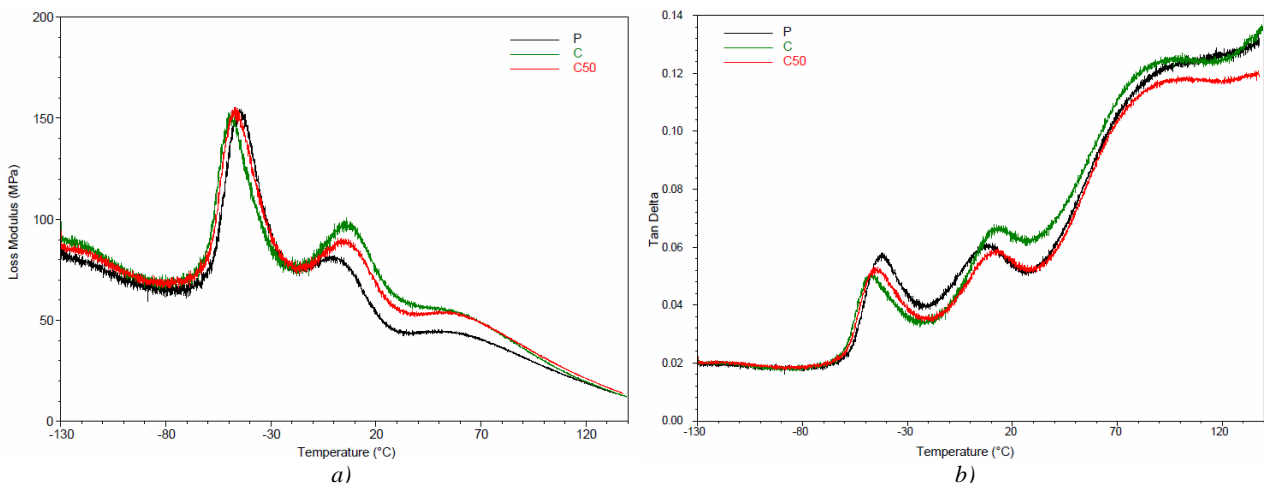


Fig. 3. Spectres de DMA de P, C et C50 : module de perte E'' (a) et $\tan\delta$ (b).

Les analyses par DSC et DMA se sont avérées complémentaires et ont permis de mettre en évidence les différentes transitions caractéristiques des matériaux étudiés. Les différences observées entre le matériau C, recyclé et issu de VHU, et le matériau P de base actuellement utilisé, montrent que les PP-chocs n'ont pas exactement les mêmes caractéristiques microstructurales, au niveau de la matrice PP, de la phase semi-cristalline PE et de la phase élastomère. Le matériau C50, mélange de C et de P, a des caractéristiques intermédiaires entre celles de P et de C. Quant aux matériaux CTR1 et CTR2, qui ont subi le même procédé de traitement mais avec des paramètres différents, leurs caractéristiques microstructurales, identifiées par DSC et DMA, sont semblables et très proches de celles du matériau C.

3.2 Comportement mécanique et endommagement

Les essais de traction uniaxiale ont été effectués sur une machine d'essais INSTRON 1195 à température ambiante et à vitesse de déformation de $1,7 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, avec ou sans extensomètre. Sont représentées les contraintes nominales en fonction des déformations dites « vraies » de Hencky définies par la relation :

$$\varepsilon_v = \ln(1 + \varepsilon_n) \text{ avec } \varepsilon_n = \frac{\Delta L}{L_0} \text{ où } \begin{cases} \varepsilon_n \text{ est la déformation nominale} \\ L_0 \text{ est la longueur initiale de la zone utile.} \\ \Delta L \text{ est le déplacement de la traverse} \end{cases}$$

Des exemples de courbes de traction des cinq matériaux étudiés sont donnés sur la figure 4. Ces PP-chocs ont tous un comportement ductile mais ne présentent pas, contrairement au PP pur, de striction.

Les valeurs du module d'Young (E), ainsi que de la contrainte seuil et de la déformation à la rupture sont données dans le tableau 2.

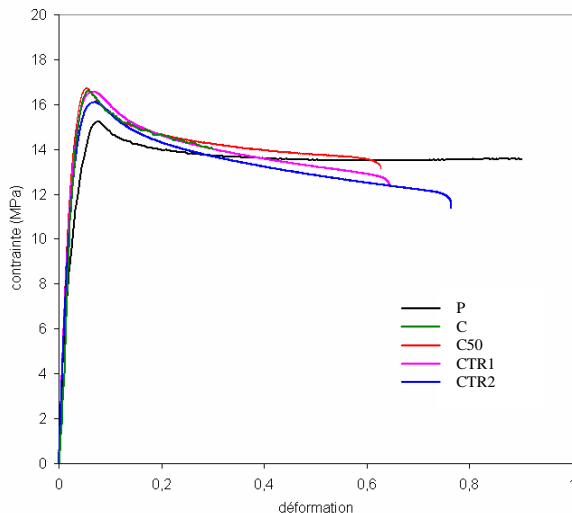


Fig. 4. Exemple de courbes de traction des matériaux étudiés.

matériau	E (MPa)	contrainte seuil (MPa)	déformation à rupture (%)
P	743±22	15,4±0,4	90±1
C	978±20	16,7±0,4	38±8
C50	1030±13	16,8±0,2	59±5
CTR1	978±33	16,6±0,2	65±7
CTR2	1028±35	16,5±0,3	77±6

Tab. 2. Caractéristiques mécaniques en traction.

Des différences notables apparaissent au niveau de la déformation à la rupture. Le matériau C, qui contient des résidus de peinture, a une déformation à la rupture bien inférieure à celle du matériau de base P, ce qui confirme l'effet néfaste de la peinture pour le recyclage de pare-chocs de VHU [4]. Le mélange C50 présente une déformation à la rupture comprise entre celles de C et de P. Ainsi le fait de mélanger le matériau recyclé avec du matériau neuf vierge permet d'augmenter significativement l'allongement à la rupture. Pour les matériaux CTR, provenant du matériau C traité, leur déformation à la rupture est bien supérieure à celle de C, et même plus grande que celle du mélange C50. La déformation à la rupture du CTR2 est supérieure à celle de CTR1. Ceci montre l'efficacité du traitement TR utilisé et notamment du traitement TR2 ; il réduit considérablement le problème lié à la présence des particules de peinture.

Les matériaux ont tous des modules proches (≈ 1000 MPa), excepté le matériau P qui a un module plus faible étant donné qu'il n'est que très faiblement chargé (Tab. 2). Leur contrainte seuil est sensiblement la même. Les deux voies envisagées pour l'utilisation des pare-chocs recyclés, mélange avec de la matière vierge ou traitement, n'ont donc pas d'influence sur le module et la contrainte seuil.

La déformation de ces cinq matériaux s'accompagne d'un blanchiment des éprouvettes, ce qui témoigne d'une forte cavitation, très visible par observations au MEB (Fig. 1b).

De manière à quantifier la cavitation se produisant au sein des matériaux au cours de la déformation, des mesures de densité ont été réalisées sur les matériaux déformés. La méthode de mesure de densité utilisée est basée sur le principe de la poussée d'Archimède [4]. Ces mesures de densité permettent de calculer la variation relative de volume ($\Delta V/V_0$) avec la relation :

$$\frac{\Delta V}{V_0} = \frac{d_0 - d}{d}$$

dans laquelle d_0 est la densité du matériau non déformé et d la densité mesurée pour

une déformation donnée. Le suivi de l'endommagement par cavitation a été réalisé en effectuant des mesures de densité sur des éprouvettes déformées jusqu'à différents niveaux de déformation puis déchargées, ainsi que sur des éprouvettes déformées jusqu'à rupture.

La variation relative de volume est représentée en fonction de la déformation pour chaque matériau sur la figure 5. Le matériau C est celui qui a le plus faible endommagement à la rupture, avec une variation relative de volume de seulement 20%, ce qui est imputable à sa rupture précoce, liée, comme on l'a déjà vu, à la présence des particules de peinture. Les matériaux CTR2 et P sont ceux qui présentent les plus forts endommagements à rupture ; ayant une déformation à la rupture bien supérieure à celle des autres matériaux, ils atteignent respectivement une variation relative de volume à la rupture de l'ordre de 70% et de 60%, ce qui témoigne d'un endommagement par cavitation très important. D'autre part, le matériau C est celui qui s'endommage le plus rapidement et P le moins rapidement lors de la déformation mécanique ; en effet, si l'on se place à une déformation donnée, jusqu'à environ 40%, les matériaux C et C50 ont une augmentation relative de volume proche, légèrement inférieure pour C50, et supérieure à celle des CTR et de P. A des déformations plus élevées, qui ne concernent que les matériaux CTR et P, les CTR s'endommagent plus que P.

Ces résultats montrent donc que le traitement TR permet de retarder de façon significative l'endommagement et ainsi de se rapprocher du comportement du matériau neuf P.

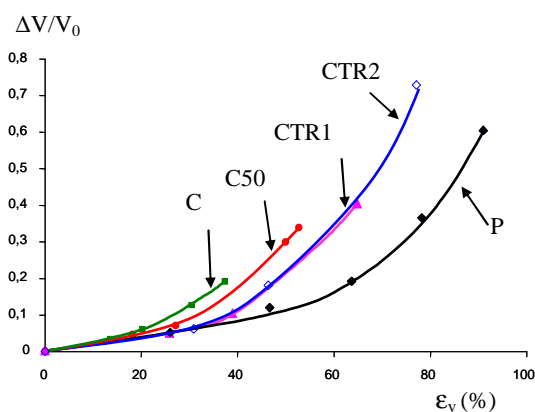


Fig. 5. Suivi de l'endommagement : variation relative de volume en fonction de la déformation.

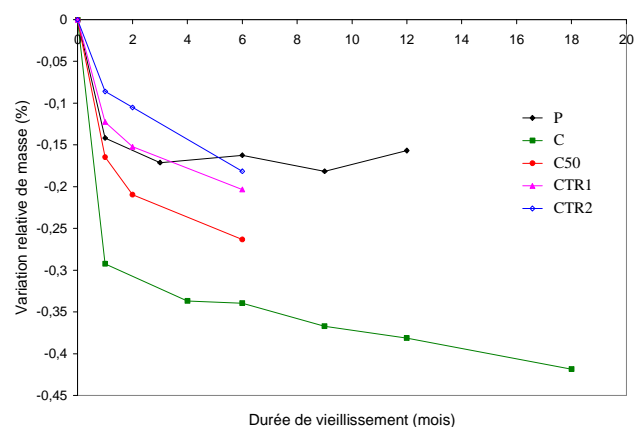


Fig. 6. Perte relative de masse des matériaux étudiés au cours du vieillissement.

4. Effet du vieillissement

Un vieillissement thermique à 80°C a été réalisé sur des durées de 18 mois pour C, de 12 mois pour P et de 6 mois pour les matériaux CTR et C50. Les mesures de masse, ainsi que les caractérisations microstructurales et mécaniques avec suivi de l'endommagement, ont été effectuées sur les cinq matériaux à différents stades de vieillissement.

4.1 Perte de masse

Le suivi de la masse d'éprouvettes a permis de déterminer la perte de masse relative des cinq matériaux au cours du vieillissement (Fig. 6). On constate une perte de masse très importante dès le début du vieillissement, jusqu'au deuxième mois, que l'on peut relier à la perte en eau. Puis on observe une diminution de masse plus faible, voire une quasi stabilisation, en fonction du temps. Le matériau P subit la perte de masse la plus faible et le matériau C, la plus importante et la plus rapide. Quant au mélange C50, l'évolution de sa perte de masse est intermédiaire entre celle de C et de P. Les matériaux CTR ont une perte de masse plus faible que celle de C50 et a fortiori de C ; leur perte de masse au bout de 6 mois est proche de celle de P, voire légèrement supérieure.

4.2 Analyse par DSC et DMA

Le vieillissement à 80°C engendre des modifications microstructurales identifiables par DSC, comme on peut le voir sur les thermogrammes du matériau CTR2 vieilli (Fig. 7). Le phénomène observable vers 90°C pour les cinq matériaux vieillis est une manifestation du vieillissement subi par le PP à 80°C, phénomène observé pour certains polymères semi-cristallins recuits au dessus de leur température de transition vitreuse [7]. D'autre part, on constate au cours du vieillissement une évolution du pic de fusion, à deux composantes, de la phase PE pour les matériaux C, C50 et CTR : la composante basse température initialement moins marquée s'intensifie. La température de fusion de la phase PP reste constante au cours du vieillissement. Quant à l'enthalpie de fusion de la phase PP, l'évolution diffère selon les matériaux. Pour le matériau C, il y a une augmentation de ΔH_{PP} et donc du taux de cristallinité jusqu'à six mois de vieillissement puis une stabilisation (Fig. 8). Pour le matériau P, il n'y a pas de variation et pour le mélange C50 et les matériaux CTR, il semblerait qu'il y ait une légère augmentation mais de façon moins marquée que pour C.

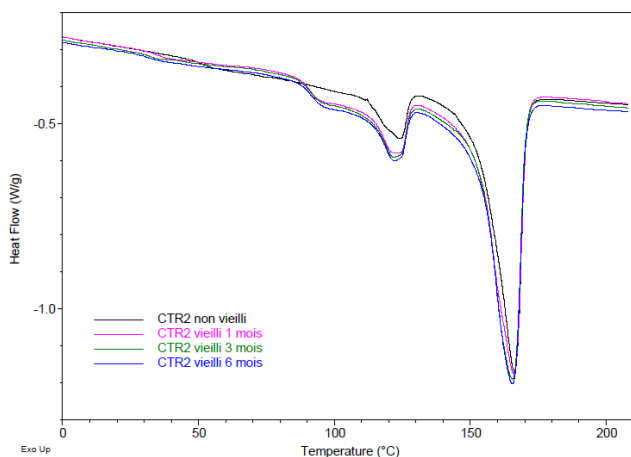


Fig. 7. Thermogrammes de DSC du matériau CTR2 pour différentes durées de vieillissement.

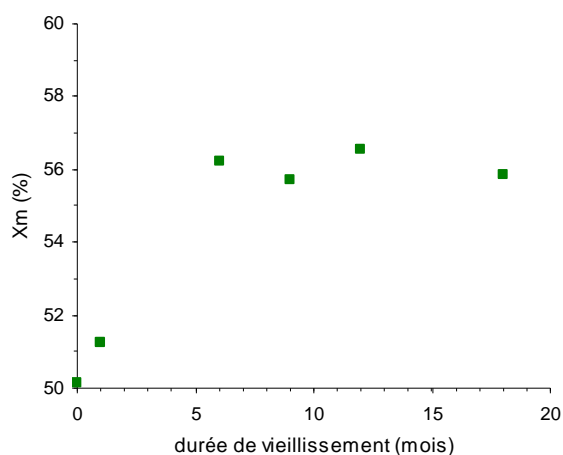


Fig. 8. Variation du taux de cristallinité du matériau C en fonction du temps de vieillissement.

Les analyses par DMA ont permis de suivre l'évolution, au cours du vieillissement, des différentes transitions et relaxations mécaniques. Le vieillissement à 80°C, dès un mois, entraîne une modification de l'allure de la relaxation α , comme on peut le voir sur le spectre de $\tan\delta$ avec l'apparition de deux composantes (Fig.9).

Pour les cinq matériaux, la température de la transition vitreuse de la phase élastomère est stable avec le vieillissement (Fig.10). De même, la température de la transition vitreuse de la phase PP ne présente pas de variation sensible au cours du vieillissement.

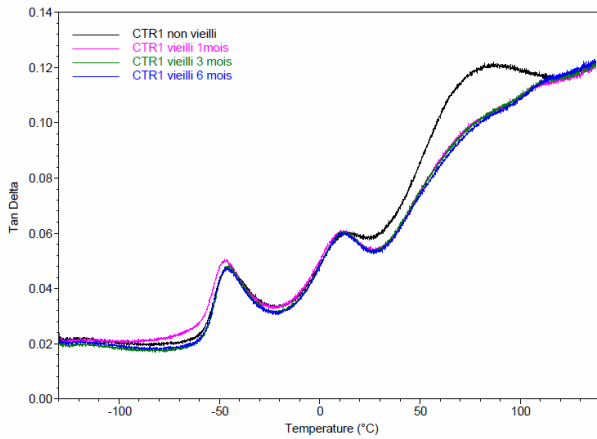


Fig. 9. Spectre de $\tan\delta$ du matériau CTR1 pour différentes durées de vieillissement.

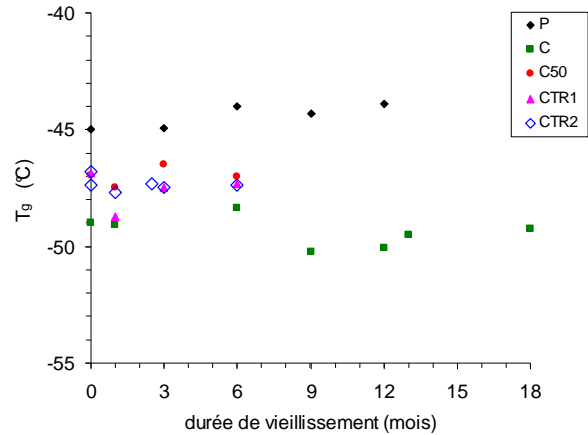


Fig. 10. Evolution de T_g de la phase élastomère avec la durée du vieillissement pour les matériaux étudiés.

4.3 Propriétés mécaniques et endommagement

Pour tous les matériaux étudiés, les essais de traction réalisés à différents stades de vieillissement à 80°C montrent qu'il n'y a pas de variation significative au cours du vieillissement des caractéristiques mécaniques : module d'Young (Fig. 11), contrainte seuil (Fig. 12) et déformation à la rupture (Fig. 13).

De même, les mesures de variation relative de volume réalisées à différents stades de déformation, sur les éprouvettes vieilles pendant différentes durées à 80°C, ne montrent pas d'évolution notable de l'endommagement avec le vieillissement, comme on peut le voir sur l'exemple du matériau C (Fig. 14).

Les caractéristiques mécaniques et l'évolution de l'endommagement ne sont donc pas impactées par le vieillissement à 80°C sur les durées étudiées.

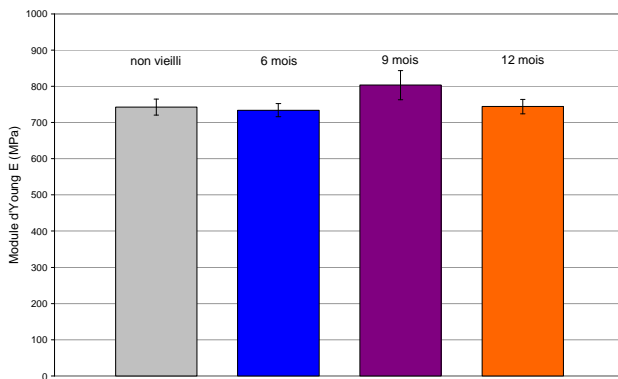


Fig. 11. Module d'Young du matériau P pour différents temps de vieillissement à 80°C.

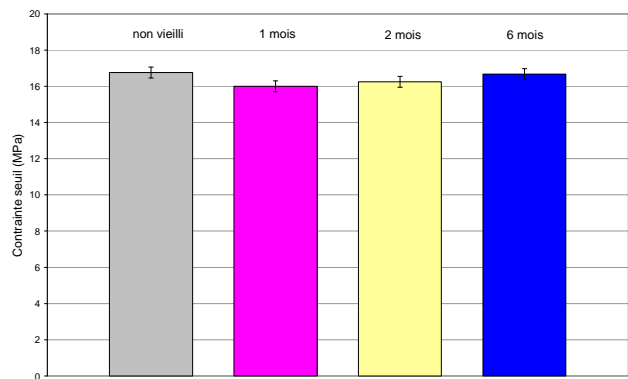


Fig.12. Contrainte seuil du matériau C50 pour différents temps de vieillissement à 80°C.

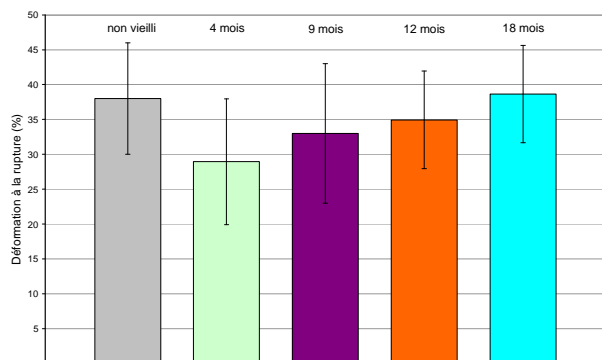


Fig.13. Déformation à la rupture du matériau C pour différents temps de vieillissement à 80°C.

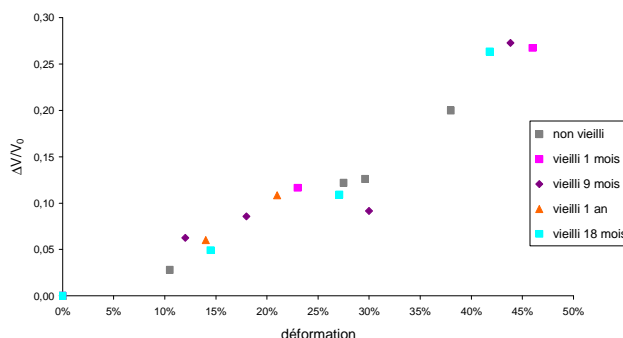


Fig.14. Suivi de l'endommagement par variation relative de volume du matériau C après différentes durées de vieillissement à 80°C.

5. Conclusion

Les cinq PP-chocs ont été caractérisés et comparés par DSC et DMA. La phase élastomère a une transition vitreuse autour de -50°C. La matrice PP a été identifiée par ses différentes relaxations mécaniques dont sa transition vitreuse, et par la fusion et la cristallisation de sa phase cristalline. La présence d'une phase de PE semi-cristallin, résultant du mode de synthèse des PP-chocs, a été identifiée et caractérisée par DSC. Les différences observées par DSC et DMA entre le matériau C, issu du recyclage de pare-chocs de VHU, et le matériau P, actuellement utilisé pour la fabrication des pare-chocs neufs, montrent que ces PP-chocs n'ont pas exactement les mêmes caractéristiques microstructurales, tant au niveau de la matrice PP, que de la phase semi-cristalline PE et de la phase élastomère. Quant au C50, mélange de C et de P, ses caractéristiques sont intermédiaires entre celles de P et de C. Les analyses par DSC et DMA ont permis de montrer que les matériaux traités CTR ont des caractéristiques très proches de celles de C et n'ont pas révélé de différences microstructurales entre CTR1 et CTR2, qui ont subi le même procédé de traitement mais avec des paramètres différents.

La caractérisation mécanique par essai de traction a montré que le matériau recyclé C a une faible déformation à la rupture, environ trois fois inférieure à celle du matériau neuf P, ce qui est dû à la présence de particules de peinture. Le matériau C50 a une déformation à la rupture supérieure à celle de C. Cependant les matériaux CTR sont encore plus ductiles, et plus particulièrement CTR2, dont la déformation à la rupture s'approche de celle du matériau P. D'autre part, ces PP-chocs subissent un endommagement par cavitation. Le suivi de cet endommagement en fonction du taux de déformation a montré que l'endommagement du matériau C50 est un peu retardé par rapport à celui de C, et surtout que les matériaux traités CTR s'endommagent beaucoup moins rapidement que C.

Ainsi, au vu de ces résultats, les deux voies explorées pour l'utilisation de pare-chocs issus de VHU, à savoir le mélange de pare-chocs recyclés avec de la matière neuve ou le traitement TR des pare-chocs visant à éliminer la peinture, sont intéressantes. La voie « mélange » permet d'augmenter la ductilité et de ralentir un peu l'endommagement par rapport au matériau simplement recyclé. Toutefois la voie « élimination des particules de peinture par le traitement TR », notamment avec le traitement TR2, semble plus prometteuse au niveau du comportement mécanique car elle conduit à des matériaux plus ductiles et présentant un endommagement très retardé. En effet, au regard de la déformation à la rupture et de l'endommagement, le traitement TR2 a réellement contrecarré l'effet néfaste des particules de peinture.

Quant au vieillissement à 80°C, d'une durée variant selon les matériaux de 6 à 18 mois, il n'entraîne pas de variation significative des caractéristiques microstructurales, si ce n'est une légère augmentation du taux de cristallinité. D'autre part, les caractéristiques mécaniques et l'évolution de l'endommagement ne sont pas impactées par le vieillissement, ce qui montre une très bonne stabilité de ces PP-chocs recyclés.

Références

- [1] P. FERRAO, J. AMARAL, « Assessing the economics of auto recycling activities in relation to European Union Directive on end of life vehicles ». *Technological Forecasting & Social Change*, Vol. 73, pp. 277-289, 2006.
- [2] D. FROELICH, E. MARIS, N. HAOUES, L. CHEMINEAU, H. RENARD, F. ABRAHAM, R. LASSARTESSSES, « State of the art of plastic sorting and recycling: Feedback to vehicle design ». *Minerals Engineering*, Vol. 20, pp. 902-912, 2007.
- [3] M. P. LUDA, G. RAGOSTA, P. MUSTO, D. ACIERNO, L. DI MAIO, G. CAMINO, V. NEPOTE, « Regenerative recycling of automotive polymer components: polypropylene based car bumpers ». *Macromolecular Materials and Engineering*, Vol. 288, pp. 613-620, 2003.
- [4] L. CHOCINSKI-ARNAULT, F. TOUCHARD, M.P. BURON, « Recyclage de pare-chocs automobiles : caractérisations microstructurale et mécanique avec suivi de l'endommagement ». *Proceedings Matériaux 2010*, 2010.
- [5] R.H. BOYD, « Relaxation processes in crystalline polymers: experimental behaviour- a review ». *Polymer*, Vol. 26, pp. 323-347, 1985.
- [6] R.H. BOYD, « Relaxation processes in crystalline polymers: Molecular interpretation- a review ». *Polymer*, Vol. 26, pp. 1123-1133, 1985.
- [7] M. NEIDHÖFER, F. BEAUME, L. IBOS, A. BERNÈS, C. LACABANNE, « Structural evolution of PVDF during storage or annealing ». *Polymer*, Vol. 45, pp.1679-1688, 2004.