



HAL
open science

Identification des contraintes de rupture et de cisaillement à l'interface polymère injecté-moule métallique à l'aide du test couronne

Maelle Guichon, Christine Boher, Bouchra Hassoune Rhabbour, Fabrice Schmidt, Yves Baziard

► **To cite this version:**

Maelle Guichon, Christine Boher, Bouchra Hassoune Rhabbour, Fabrice Schmidt, Yves Baziard. Identification des contraintes de rupture et de cisaillement à l'interface polymère injecté-moule métallique à l'aide du test couronne. *Matériaux et Techniques*, 2008, 96 (n°1-2), p.65-78. 10.1051/mat-tech:2008024 . hal-01851421

HAL Id: hal-01851421

<https://hal.science/hal-01851421>

Submitted on 26 Feb 2019

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.

Identification des contraintes de rupture et de cisaillement à l'interface polymère injecté/moule métallique à l'aide du test couronne

M. Guichon¹, C. Boher¹, B. Hassoune-Rhabbour², F. Schmidt¹ et Y. Baziard²

¹ Centre de Recherche Outillage Matériaux et Procédés (CROMeP), École des Mines d'Albi-Carmaux, Campus Jarlard, Route de Teillet, 81013 Albi, France

² Laboratoire Génie de Production – Interfaces et Matériaux fonctionnels, École Nationale d'Ingénieurs (ENI), B.P. 1629, 65016 Tarbes, France maelle.guichon@enstimac.fr

Mots-clés :

Injection ; glissement polymère/aluminium ; test couronne ; contrainte de cisaillement & contrainte de rupture à l'interface polymère/substrat

Key words:

Injection moulding; polymer/aluminium slip; crown test; shear stresses & rupture stresses at the interface polymer/aluminium substrate

Résumé – Durant le procédé de moulage par injection, le polymère entrant en contact avec la paroi suit l'effet Fontaine. Cet effet consiste en la formation très rapide d'une gaine froide adhérente à la paroi (les conditions de contact passent d'un polymère fondu sur une paroi solide à un contact semi-solide/solide).

Le défaut de vague est analysé. Ce défaut est créé à cause d'une instabilité au front de matière. Une des hypothèses de formation de cet écoulement particulier est le glissement à la paroi lors de la phase de remplissage [1–4]. Afin de vérifier cette hypothèse, nous avons réalisé un modèle numérique sous le logiciel FORGE2[®], qui grâce à des conditions aux limites dissymétriques particulières (contact collant à contact glissant), recrée cet écoulement instable [5].

La contrainte à la paroi se révèle être un bon critère afin de vérifier si le polymère peut glisser lors de la phase de remplissage. Dans ce but, nous avons utilisé un test de rupture appelé test couronne développé par B. Hassoune [6]. Celui-ci permet d'obtenir des valeurs de contraintes lors de la séparation d'une couronne de polymère solide (injecté) autour d'un cylindre en aluminium. Les valeurs de contraintes de rupture interfaciale obtenues avec ce test, ainsi que les valeurs des contraintes de cisaillement à l'interface polymère/substrat, nous permettront, par analogie, de comprendre et de caractériser les mécanismes mis en jeu lors du détachement éventuel de la gaine froide lors de l'écoulement de la phase de remplissage.

Abstract – Rupture Stresses and Shear Stresses Identification at the Interface of an Injected Polymer and an Aluminium Substrate with the crown test. During injection moulding process, the polymer come into contact with the wall follows the Fontaine's effect. This effect consists of the very fast formation of an adherent cold sheath to the wall (the conditions of contact pass from a polymer melted on to a solid wall to a semi-solidified/solid contact).

The flow marks defect is analyzed; this defect is created because of a flow front instability. One of the assumptions of the formation of this particular flow is the slip at wall during the filling phase [1–4]. In order to verify this assumption, we use some numerical simulations using FORGE2[®] software, which permit to generate dissymmetric contact boundaries conditions (introduce some sliding at the wall during a flow between two parallel plates), and recreates this unstable flow [5]. The stresses at wall values prove to be a good criterion in order to check if the polymer can slip during the filling. To evaluate experimentally these values we used a test of rupture called "crown test" developed by B. Hassoune [6]. This one makes it possible to obtain stress values during the separation of a solid polymer crown (injected) around an aluminium cylinder. The values of interfacial rupture stresses obtained with this test, as well as the values of shear stresses to the interface polymer/substrate, will enable us, by analogy, to understand and to characterize the mechanisms brought into play during the possible detachment of the cold sheath at the time of the flow of the filling stage.

Le procédé de moulage par injection plastique est un procédé de mise en forme des polymères. Durant le procédé d'injection, le polymère entre en contact avec la paroi suivant l'effet Fontaine [7].

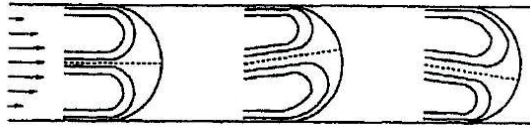


Fig. 1. Schéma explicatif de l'écoulement instable à la base du défaut de vague [10] : effet Fontaine dissymétrique alterné de part et d'autre des parois du moule.

Fig. 1. Unstable flow at the origine of flow mark defect [10]: dissymmetric Fontain flow swirl alternatioly on the mold parts.

Le polymère se solidifie très rapidement, formant une gaine froide adhérente à la paroi, changeant ainsi les conditions de contact d'un polymère fondu ($T \sim 200 \text{ }^\circ\text{C}$) sur une paroi solide ($T \sim 50 \text{ }^\circ\text{C}$) à un contact semi-solide/solide. Dans le cas de l'effet Fontaine, le polymère est considéré adhérent à la paroi. Cependant, des défauts de surface sur les pièces injectées, laissent supposer que les conditions de contact polymère/moule durant le remplissage, sont beaucoup plus complexes qu'un simple contact collant.

Plus particulièrement, le défaut de surface appelé défaut de vague se présente sous la forme d'une alternance de bandes mates et brillantes à la surface de la pièce injectée, dans le sens perpendiculaire à l'écoulement [1–4, 9–12, 14–18]. Différentes études expérimentales [1, 3, 4, 9–12], ont montré que ce défaut est créé à partir d'un écoulement oscillant entre les parois du moule (Fig. 1).

Une des hypothèses de la formation de cet écoulement particulier est le glissement à la paroi lors de la phase de remplissage [1–4]. Si le glissement a effectivement lieu, il faut que la gaine froide adhérente à la paroi soit séparée de celle-ci. Afin que le glissement puisse se produire, la contrainte à la paroi doit alors dépasser une contrainte critique permettant de rompre le contact adhérent polymère semi-solide/paroi solide.

La connaissance de l'évolution de la contrainte à la paroi doit être connue pour valider l'hypothèse de glissement à la paroi. Cette valeur de contrainte peut être évaluée numériquement mais se doit d'être confirmée expérimentalement.

Expérimentalement, l'identification des contraintes à la paroi dans le procédé réel est très difficile à mettre en oeuvre. Des méthodes de laboratoire, comme la méthode de Mooney, permettent d'obtenir une valeur de cisaillement critique à partir de laquelle le polymère peut glisser. Le polymère

est à l'état fondu et l'écoulement a lieu dans un capillaire [19]. D'autre part, un logiciel « aide métiers », couramment utilisé en injection plastique, comme MOLDFLOW®, MPI 5.0, indique dans sa base de données une contrainte à la paroi maximale de 0,3 MPa pour l'ABS. Mais aucune information sur la façon d'obtenir cette valeur n'est disponible [13].

Dans le cadre de ce travail, l'hypothèse de glissement comme amorçage de l'écoulement dissymétrique à la base du défaut de vague est vérifiée par un modèle numérique sous le logiciel FORGE2®, avec des conditions aux limites dissymétriques particulières (contact collant à contact glissant), permettant de recréer cet écoulement instable. Ce modèle numérique évalue des valeurs de contraintes de cisaillement à la paroi. Une possibilité de mesure de la contrainte à la paroi (ou contrainte critique) est réalisée à partir d'un test de rupture d'assemblage polymère injecté/substrat, appelé également test couronne. Les essais sont réalisés à température ambiante.

Les polymères

Les polymères utilisés pour cette étude sont :
- Polymère ABS Novodur P2H-AT de chez Bayer® USA.

- Polymère PP Hifax BR713N de chez Basell® Polyolefins.

Le premier polymère est un acrylonitrile butadiène styrène (ABS). C'est un terpolymère amorphe. Il est conseillé de l'injecter dans une plage de moulage de températures comprises entre 220 à 260 °C, dans un moule régulé en température entre 45 et 65 °C. Sa température de non écoulement est de 110 °C [13]. Le deuxième polymère est de la famille des copolymères, c'est un polypropylène (PP). Ce polymère est semi cristallin. Il est conseillé de l'injecter dans une plage de moulage de températures comprises entre 230 à 260 °C, dans un moule régulé entre 20 et 70 °C. Sa température de non écoulement est de 120 °C [13].

Quelques propriétés physiques des matériaux utilisés pour réaliser les échantillons sont répertoriées dans le tableau 1 I. Les caractéristiques rhéologiques sont données dans le tableau 2.

Où, m est le coefficient de pseudo-plasticité, K_0 est la viscosité newtonienne, β est proportionnel à l'énergie d'activation, et $\dot{\epsilon}_0$ est un terme de régulation qui permet

Tableau 1. Propriétés matériaux.

Matériau	E (MPa)	Viscosité newtonienne à 240 °C (Pa.s)	Diffusivité thermique à 240 °C (m ² /s)	Différence de volume spécifique (cm ³ /g) pour passer de 225 °C à 25 °C	Contrainte de cisaillement maximale admissible (MPa)
ABS*	2240	1200	$7,4 \times 10^{-8}$	0,1	0,3
PP*	1785	428	$3,7 \times 10^{-7}$	0,2	0,25

Données MOLDFLOW®, MPI 5.0.

Tableau 2. Paramètres rhéologiques.

polymère	m	K ₀ (Pa.s) ^(m-1)	β (K)	ε̇ ₀ (s ⁻¹)
ABS	0,31	3437,19	7955,61	5,08044
PP	0,38	8,77	3215,74	54,64

d'obtenir une viscosité constante et finie à bas taux de cisaillement.

Ces données rhéologiques ont été obtenues avec une régression au sens des moindres carrés entre les courbes de viscosité données par la base de données MOLDFLOW®, MPI 5.0, et celles obtenues par l'équation (1).

Simulation numérique de l'instabilité d'écoulement sous hypothèse de glissement

Présentation

Le modèle numérique est développé sous FORGE2® pour analyser l'hypothèse de glissement comme amorçage de l'écoulement instable à la base de la création du défaut de vague [5]. FORGE2® est un logiciel de simulation du procédé de formage basé sur la méthode des éléments finis. A chaque pas de temps, les équations thermo-mécaniques sont résolues par une intégration de Galerkin. Un algorithme de Newton Raphson est utilisé pour résoudre le système algébrique non linéaire. Grâce à la réactualisation de la procédure Lagrangienne, un remaillage automatique est employé permettant de garder un maillage fin durant l'écoulement du front (spécialement aux fronts et aux parois).

Le modèle développé (Fig. 2) simule le remplissage d'une cavité avec des changements de conditions de contact.

Le comportement du polymère fondu (température initiale de 260 °C) est représenté par une loi de type viscoplastique avec une thermodépendance de type Arrhenius

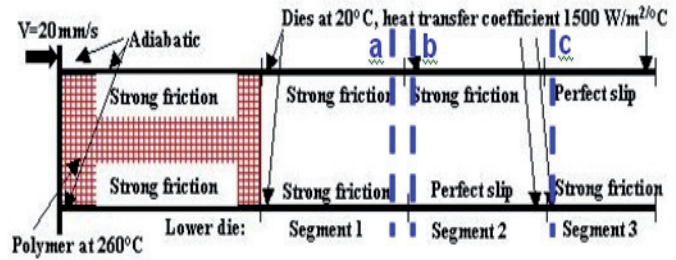


Fig. 2. Modèle géométrique utilisé pour les simulations, avec les conditions de contacts et thermiques.

Fig. 2. Geometrical model used for the simulations under Forge2®.

(Éq. (1)) [20].

$$s_{ij} = 2K_0 e^{\frac{\beta}{T}} \left[\sqrt{3} (\dot{\epsilon} + \dot{\epsilon}_0) \right]^{m-1} \dot{\epsilon}_{ij}. \quad (1)$$

Les conditions de contact sont discontinues et représentées par une loi de type viscoplastique de Norton (Éq. (2)) [20].

$$\tau = -\alpha \cdot K_0 e^{\frac{\beta}{T}} \cdot \|\Delta V\|^{p-1} \cdot \Delta V. \quad (2)$$

Où τ est la contrainte de cisaillement à la paroi, α représente le frottement et p est le coefficient de sensibilité à la vitesse de glissement. Quand α est infini le contact est collant (numériquement $\alpha = 10^5$), et quand $\alpha = 0$ il n'y a pas de frottement (glissement pur).

Les conditions de contacts sont définies sur la figure 2. Dans notre calcul, p égal m .

Le polymère a une température initiale de 260 °C, la température des parois est de 20 °C avec un coefficient d'échange thermique de $1500 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{°C}^{-1}$. Cette valeur est préconisée pour un échange entre un alliage d'aluminium et un polymère fondu [5].

1 Résultats

Un écoulement instable est créé avec des conditions de contact discontinues. En effet, la variation des conditions de contact génère un écoulement dissymétrique. Le glissement appliqué à une des 2 parois permet au polymère d'osciller vers la paroi opposée. Lorsque le glissement est appliqué sur la

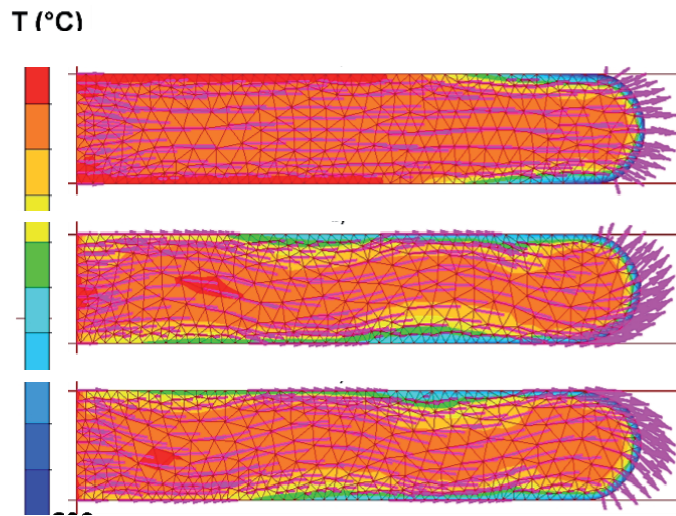


Fig. 3. Profils de vitesses et répartition des variations de température numériques du polymère utilisant le modèle de contact dissymétrique [5]. a) profil de vitesse et répartition des variations de température en conditions de contact collant symétrique à profil parabolique, b) profil de vitesse et répartition des variations de température au début de la condition de contact glissant sur la paroi inférieure, c) profil de vitesse et répartition des variations de température au début de la condition de contact glissant sur la paroi supérieure. (Les zones a, b et c, sont marquées par des pointillés sur la Fig. 2).

Fig. 3. Velocity profiles and temperatures distribution under dissymmetric contact conditions with Forge2® [5].

paroi inférieure, le polymère s'enroule vers la paroi supérieure. Le profil de vitesse est donc modifié par le glissement (Fig. 3), ainsi que les températures, en accord avec la littérature [14–18].

La température du polymère diminue sur la quasi-totalité de la paroi quand l'écoulement de celui-ci se fait selon des conditions de contact collant. Quand les conditions de contact permettent le glissement sur un segment de paroi, le polymère dévie vers la paroi opposée, et le polymère ainsi détaché va avoir une température plus froide sur une épaisseur plus importante.

Yokoi et Heuzey [17, 18] ont proposé un mécanisme de formation des défauts, suivant l'écoulement instable :

- Le polymère se sépare de la paroi, fracturant le polymère adhérent à celle-ci.
- Cette fracture crée l'écoulement dissymétrique.
- La région sur la pièce finale moulée, où le polymère s'est séparé/fracturé, forme une région mate.

Yokoi [17] révèle aussi qu'il y a une discontinuité du gradient de température entre les zones mates et brillantes. Il soutient que les

zones brillantes sont plus chaudes et les régions mates plus froides. Ces résultats expérimentaux sont confirmés par nos simulations numériques.

Suivant notre modèle numérique, les contraintes vont dépendre des conditions de contact. La figure 4 illustre schématiquement les valeurs de contraintes suivant les conditions de contact.

Nous trouvons des valeurs de contraintes critiques à la paroi qui dépendent des matériaux utilisés. Ainsi, σ_C (contrainte de cisaillement critique) est égale à 0,07 MPa pour l'ABS et 0,005 MPa pour le PP. Les valeurs vont aussi dépendre de la rhéologie du matériau utilisé. Nous observons qu'il y a un rapport de 14 entre les deux valeurs critiques suivant ces deux matériaux.

Identification de la contrainte à la paroi à l'aide du test couronne

Nous avons utilisé le test couronne afin de caractériser les phénomènes mis en jeu et les valeurs de contraintes lors de la rupture d'une couronne de polymère injectée sur un cylindre d'aluminium (Al A7910 avec $E = 7,2$ GPa). Nous utilisons ce test à température ambiante, considérant que le polymère en contact avec la paroi du moule est solide, c'est-à-dire avec une température en dessous de sa température de non écoulement. Une étude ultérieure permettra d'identifier cette grandeur à des températures plus proches de celles trouvées avec la simulation numérique.

Comme précédemment, les matériaux polymères de cette étude sont :

- un ABS Novodur P2H-AT de chez Bayer® USA,
- un PP Hifax BR713N de chez Basell® Polyolefins.

Mise en œuvre des échantillons

Les inserts en alliage d'aluminium

Les inserts sont des cylindres d'alliage d'aluminium (substrat) avec un diamètre de 25 mm et une hauteur de 25 mm. Afin de représenter différents états physico-chimiques de la surface du substrat d'aluminium - conformément à la surface d'un moule en conditions d'injection- différents types de nettoyage sont réalisés sur les cylindres d'aluminium avant l'injection de polymère.

- A. Dégraissage de la surface aux ultrasons par le solvant MEC (Méthyl-Ethyl-Cétone). Ce solvant en phase organique a un fort pouvoir solubilisant des huiles. La surface métallique reste inattaquée et la morphologie de surface inchangée [22].
- B. Nettoyage aux ultra-sons des éprouvettes avec deux solvants (acétone et éthanol).
- C. Protocole utilisé chez ALCAN pour une attaque douce des surfaces d'aluminium. Deux solvants commercialisés par HENKEL Novoclean® (dissolution à 15 g/L) et Novaetch® (dissolution à 50 g/L) sont utilisés (ultra-sons). Ces solvants contiennent en plus d'un élément alcalin, des tensioactifs qui permettent de favoriser la mouillabilité de la surface et de rendre l'attaque plus homogène
- D. Nettoyage aux ultra-sons de la surface de l'alliage d'aluminium dans de l'eau associée à du bicarbonate de soude alimentaire et du sel (une cuillère à café pour un verre d'eau) et rinçage avec de l'acétone puis de l'éthanol.

De même la rugosité des substrats influençant la facilité de créer des ancrages mécaniques, trois rugosités de substrat ont été étudiées : les états de surface sont repérés par des rugosités de Ra de 0,4 0,8 et de 1,2 μm . Ces rugosités sont proches de celles des moules industriels.

Les éprouvettes du test couronne

Pour réaliser des éprouvettes présentant des interfaces polymère/substrat les plus proches de celles obtenues dans le procédé d'injection, un moule a été spécialement conçu. Les inserts sont placés dans le moule et la matière est injectée autour par une presse BATTENFELD (Autriche) UNILOG 4000 de type BA- 250 CD PLUS. Les conditions d'injection sont répertoriées dans le tableau III. Hormis la température d'injection et la pression de maintien, les conditions d'injection sont les mêmes pour le PP et l'ABS.

Pour réaliser les éprouvettes, nous utilisons la méthode empirique des incomplets. Nous réalisons plusieurs échantillons jusqu'à trouver la bonne course de vis correspondant à un volume complet de la pièce. On ajoute ensuite le temps de maintien sur le temps d'injection, permettant d'avoir une pièce sans retassures ou manque de matière.

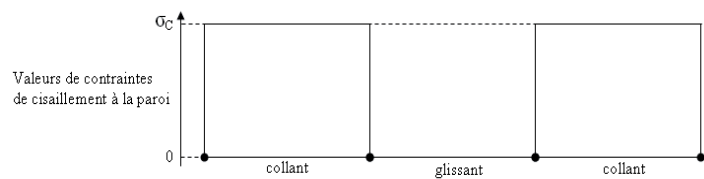


Fig. 4. Schéma des contraintes suivant les conditions de contact du modèle numérique [5].

Fig. 4. Stress under dissymmetric contact conditions [5].

Tableau 3. Conditions d'injection.

Température matière (°C)	240 °C pour ABS et 250 °C pour PP
Pression de maintien	50 bars pendant 5 s pour le PP 30 bars pendant 3 s pour l'ABS
Température du moule (°C)	Aucune régulation thermique
Vitesse d'injection	80 % de la capacité maximale
Force de fermeture de la presse	25 tonnes
Diamètre de la vis de plastification	22 mm

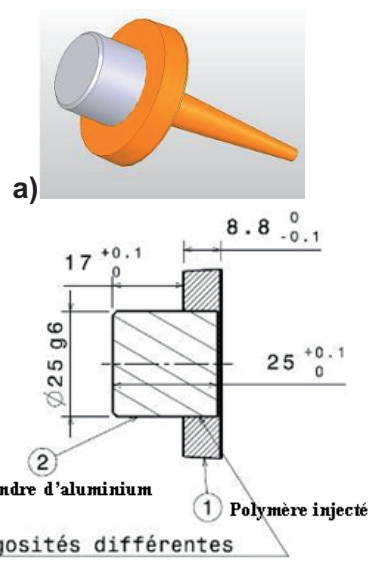


Fig. 5. Schéma de l'éprouvette en sortie d'injection (a) et avant le polissage (b).

Fig. 5. Sample just after injection (a) and before polishing (b).

Ensuite pour un polymère donné, les conditions d'injection sont inchangées pour tous les échantillons.

L'éprouvette d'essai ainsi constituée, est composée de deux cylindres coaxiaux, avec un anneau de polymère injecté sur un substrat cylindrique en aluminium. Cet ensemble ne comprend qu'une interface entre le polymère et l'aluminium [6] (Fig. 5).

Les éprouvettes sont ensuite polies pour obtenir une couronne de polymère d'une épaisseur de 8 mm et ainsi avoir uniquement une surface de contact radiale uniquement

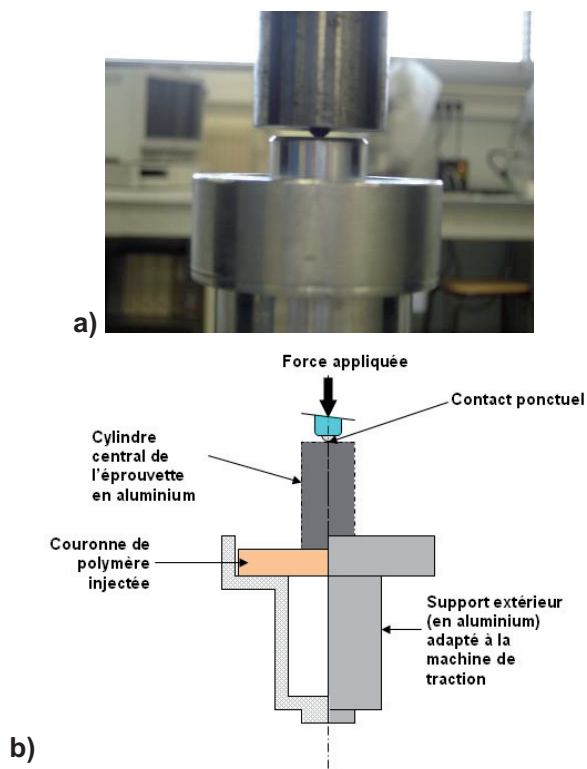


Fig. 6. a) Photo du montage, b) demi-coupe du montage du test de déchaussement [6].

Fig. 6. a) Picture of the experiment, b) Model of the experiment [6].

(Fig. 5b). Le polymère injecté a donc une surface de contact $S = 628,3 \text{ mm}^2$.

Dispositif du test couronne

Le test utilisé est le test couronne développé par B. Hassoune [6] (Fig. 6), qui permet d'obtenir des valeurs de contraintes lors du décollement d'une couronne de polymère solide (injecté) autour d'un cylindre en aluminium (Fig. 6). La charge est transmise par un contact ponctuel et elle est appliquée sur la surface supérieure du cylindre central (substrat) selon l'axe de ce dernier, alors que la couronne de polymère est bloquée pour s'opposer à la descente du cylindre. La charge maximale avant rupture est mesurée, ainsi que le déplacement du cylindre. Ce test a mis en évidence l'existence d'une zone particulière de contraintes maximales favorisant l'initiation des ruptures à l'interface polymère/substrat, et ce, près de l'appui de la couronne de polymère. De plus, il a été montré [6], que l'interface couronne/cylindre est soumise simultanément à des contraintes de cisaillement (mode II) et de traction (mode I) à part quasi-égales.

Conduite des essais

Les essais sont réalisés sur une machine de traction INSTRON (série 4204). Les essais sont pilotés à vitesse constante et déplacement imposé. La vitesse de charge est de 2 mm/min . Les essais sont réalisés à température ambiante.

Pour la reproductibilité du test, 5 éprouvettes par classe de rugosité et de nettoyage sont testées.

L'effet de la pression de maintien sur les valeurs de force de rupture et de glissement ne sera pas étudié. Nous ne considérons donc pas dans ce travail l'influence des retraits linéiques sur le comportement à la rupture et nous posons l'hypothèse que les retraits linéiques ne modifient pas la tendance de nos résultats.

Analyses

Au cours de l'essai, la machine mesure la force transmise en fonction du déplacement de la traverse.

Les courbes expérimentales ainsi obtenues présentent deux caractéristiques :

- une augmentation brutale de l'effort pour un faible déplacement de la traverse jusqu'à un premier maximum de force. À partir de cette information, il est possible d'évaluer la contrainte nécessaire pour « séparer » la couronne de polymère solide de la surface du substrat. Nous pourrions ainsi, par analogie, obtenir un ordre de grandeur de la contrainte nécessaire pour que le polymère se détache de la paroi du moule lors du remplissage.
- Une force quasi-constante en fonction du déplacement. Une fois qu'il y a rupture, le test de rupture d'assemblage devient un test de frottement puisqu'il permet de faire « glisser » la couronne de polymère autour du cylindre en aluminium (substrat) sur une surface de contact constante de $628,3 \text{ mm}^2$.

Resultats du test couronne

Résultats pour l'ABS

Pour l'ABS suivant le protocole de nettoyage C et la rugosité de substrat de $0,4 \mu\text{m Ra}$, les évolutions de la force obtenues par le test couronne sont représentées sur la figure 7.

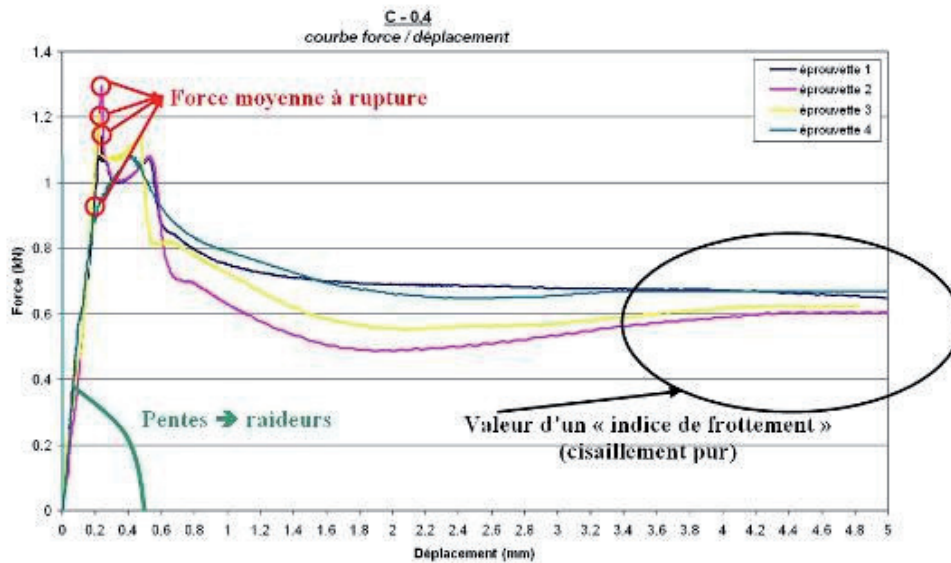


Fig. 7. Résultats du test couronne pour l'ABS (protocole de nettoyage C et rugosité 0,4).

Fig. 7. Test results for ABS polymer (cleaning C and roughness 0,4).

Tableau 4. Contraintes à rupture en MPa pour l'ABS pour les différents types de nettoyage et de rugosités.

Rugosités Ra (μm) →	0,4	0,8	1,2	moyenne
Types de nettoyage ↓				
A	1,949 ± 0,234	2,199 ± 0,713	1,736 ± 0,162	1,962 ± 0,232
reproductibilité	±12,0 %	±32,5 %	±9,3 %	
B	2,022 ± 0,452	1,792 ± 0,487	1,703 ± 0,315	1,839 ± 0,165
reproductibilité	±22,4 %	±27,2 %	±18,5 %	
C	1,817 ± 0,251	2,572 ± 0,919	2,161 ± 0,552	2,184 ± 0,378
reproductibilité	±13,8 %	±35,7 %	±25,6 %	
D	1,701 ± 0,321	1,980 ± 0,557	2,168 ± 0,091	1,912 ± 0,186
reproductibilité	±18,9 %	±28,1 %	±11,8 %	
moyenne	1,872 ± 0,142	2,136 ± 0,335	1,913 ± 0,229	

À partir des courbes de la figure 7, on en déduit que :

- La force moyenne pour la rupture de l'interface polymère/substrat est supérieure à 1 kN et est égale en moyenne à 1,184 kN ± 0,09.
- La pente de cette droite reliée à la raideur du système « couronne+interface couronne/substrat », est égale en moyenne à 1,817 kN/mm ± 0,251.
- La force de cisaillement lors du frottement de la couronne de polymère après 4 mm de déplacement sur une surface constante de 628,3 mm² est égale en moyenne à 0,587 kN ± 0,097.

Les tableaux 4-6 reprennent ces valeurs (contrainte à rupture, raideur et force de cisaillement) pour les différents types de nettoyage et de rugosités (cf. annexe 1).

1.1 Résultats pour le PP

Pour le PP suivant le protocole de nettoyage C et la rugosité de substrat de 0,4, les évolutions de la force obtenues par le test couronne sont représentées sur la figure 8 :

À partir des courbes de la figure 8, on en déduit que :

- La force moyenne pour la rupture de l'interface polymère/substrat est égale en moyenne à 0,207 kN ± 0,028.
- La pente de cette droite représentative de la raideur du système couronne+interface couronne/substrat, est égale en moyenne à 2,115 kN /mm ± 0,477.
- La force de cisaillement lors du frottement de la couronne de polymère après 4 mm de déplacement sur une surface constante de 628,3 mm² est égale en moyenne à 0,091 kN ± 0,022.

Tableau 5. Raideurs en kN/mm pour l'ABS pour les différents types de nettoyage et de rugosités.

Rugosités Ra (μm) →	0,4	0,8	1,2	moyenne
Types de nettoyage ↓				
A	6,438 \pm 0,167	6,430 \pm 0,326	6,025 \pm 1,115	6,298 \pm 0,236
reproductibilité	\pm 2,6 %	\pm 5,1 %	\pm 18,5 %	
B	6,377 \pm 0,262	6,248 \pm 0,372	6,395 \pm 2,378	6,340 \pm 0,080
reproductibilité	\pm 4,1 %	\pm 6,0 %	\pm 37,2 %	
C	4,860 \pm 0,511	5,939 \pm 0,391	7,126 \pm 1,385	3,198 \pm 1,454
reproductibilité	\pm 10,5 %	\pm 35,7 %	\pm 25,6 %	
D	6,336 \pm 0,266	6,574 \pm 0,285	6,572 \pm 0,276	6,494 \pm 0,137
reproductibilité	\pm 4,2 %	\pm 4,3 %	\pm 4,2 %	
moyenne	6,003 \pm 0,763	5,456 \pm 1,927	5,288 \pm 2,097	

Tableau 6. Forces de frottement en kN pour l'ABS pour les différents types de nettoyage et de rugosités.

Rugosités Ra (μm) →	0,4	0,8	1,2	moyenne
Types de nettoyage ↓				
A	0,879 \pm 0,053	0,806 \pm 0,247	0,639 \pm 0,117	0,775 \pm 0,123
reproductibilité	\pm 6,1 %	\pm 30,7 %	\pm 18,3 %	
B	0,698 \pm 0,157	0,817 \pm 0,160	0,704 \pm 0,123	0,685 \pm 0,028
reproductibilité	\pm 22,5 %	\pm 59,8 %	\pm 17,5 %	
C	0,588 \pm 0,097	0,720 \pm 0,188	0,762 \pm 0,286	0,690 \pm 0,091
reproductibilité	\pm 16,5 %	\pm 25,2 %	\pm 37,6 %	
D	0,791 \pm 0,184	0,644 \pm 0,213	0,645 \pm 0,078	0,694 \pm 0,084
reproductibilité	\pm 23,3 %	\pm 33,1 %	\pm 9,8 %	
moyenne	0,739 \pm 0,125	0,706 \pm 0,075	0,688 \pm 0,057	

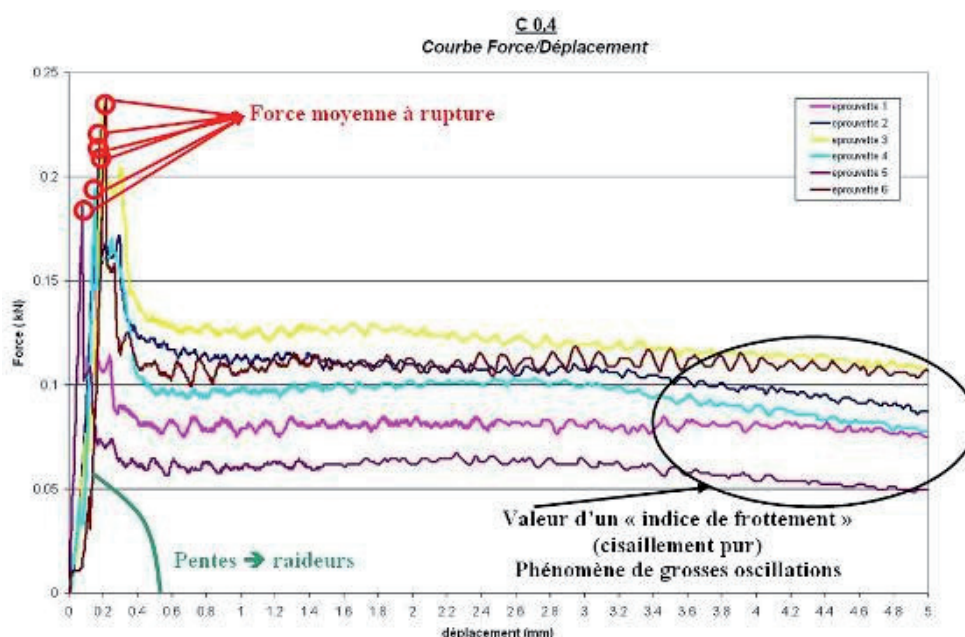


Fig. 8. Résultats du test couronne pour le PP (protocole de nettoyage C et rugosité 0,4).

Fig. 8. Test results for PP polymer (cleaning C and roughness 0,4).

Les tableaux 7–9 reprennent ces valeurs (contrainte à rupture, raideur et force de cisaillement) pour les différents types de nettoyage et de rugosités (cf. Annexe 1).

1.2 Comparaison ABS/PP

La répétabilité des essais, compte tenu de la difficulté d'obtention des éprouvettes peut

être considérée comme tout à fait acceptable. Pour les deux matériaux ABS et PP, on ne note pas de modifications significatives des grandeurs mesurées (variations comprises dans les écarts types) en fonction du type de nettoyage et/ou de rugosités. On peut tout de même noter que les valeurs de contraintes à la rupture pour l'ABS et le PP augmentent légèrement pour la rugosité de Ra=0,8 μm

Tableau 7. Contraintes à rupture en MPa pour le PP pour les différents types de nettoyage et de rugosités.

Rugosités Ra (μm) →	0,4	0,8	1,2	moyenne
Types de nettoyage ↓				
A	0,270 ± 0,038	0,297 ± 0,023	0,290 ± 0,023	0,286 ± 0,014
reproductibilité	±13,9 %	±7,8 %	±8,0 %	
B	0,261 ± 0,044	0,289 ± 0,062	0,307 ± 0,049	0,286 ± 0,023
reproductibilité	±16,7 %	±21,5 %	±16,1 %	
C	0,330 ± 0,045	0,381 ± 0,076	0,376 ± 0,043	0,362 ± 0,028
reproductibilité	±13,5 %	±19,9 %	±11,4 %	
D	0,276 ± 0,042	0,274 ± 0,031	0,291 ± 0,041	0,281 ± 0,010
reproductibilité	±15,3 %	±11,5 %	±14,1 %	
moyenne	0,284 ± 0,031	0,310 ± 0,048	0,316 ± 0,041	

Tableau 8. Raideurs en kN/mm pour le PP pour les différents types de nettoyage et de rugosités.

Rugosités Ra (μm) →	0,4	0,8	1,2	moyenne
Types de nettoyage ↓				
A	1,910 ± 0,143	2,234 ± 0,253	2,600 ± 0,157	2,248 ± 0,345
reproductibilité	±7,5 %	±11,3 %	±6,0 %	
B	1,904 ± 0,223	2,204 ± 0,336	2,375 ± 0,285	2,161 ± 0,238
reproductibilité	±11,7 %	±15,2 %	±12,0 %	
C	2,115 ± 0,477	2,344 ± 0,330	2,540 ± 0,269	2,333 ± 0,213
reproductibilité	±22,6 %	±14,1 %	±10,6 %	
D	2,340 ± 0,329	2,320 ± 0,427	2,404 ± 0,301	2,355 ± 0,044
reproductibilité	±14,1 %	±18,4 %	±12,5 %	
moyenne	2,068 ± 0,207	2,275 ± 0,067	2,480 ± .108	

Tableau 9. Forces de frottement en kN pour le PP en pour les différents types de nettoyage et de rugosités.

Rugosités Ra (μm) →	0,4	0,8	1,2	moyenne
Types de nettoyage ↓				
A	0,092 ± 0,012	0,096 ± 0,011	0,099 ± 0,006	0,096 ± 0,004
reproductibilité	±13,4 %	±11,8 %	±6,0 %	
B	0,081 ± 0,023	0,086 ± 0,018	0,099 ± 0,015	0,089 ± 0,010
reproductibilité	±28,2 %	±21,2 %	±15,2 %	
C	0,091 ± 0,022	0,098 ± 0,024	0,114 ± 0,012	0,101 ± 0,012
reproductibilité	±24,4 %	±24,9 %	±10,4 %	
D	0,089 ± 0,013	0,077 ± 0,007	0,100 ± 0,013	0,089 ± 0,011
reproductibilité	±15,0 %	±8,6 %	±12,9 %	
moyenne	0,088 ± 0,005	0,089 ± 0,010	0,103 ± 0,007	

et pour le nettoyage C. Ce nettoyage semble le plus susceptible de modifier la physico-chimie de surface du substrat. Ces constats sont éclairés en annexe 1 (Figs. 9 à 14).

La contrainte à rupture de l'interface polymère/substrat est plus importante pour l'ABS que pour le PP (rapport des contraintes à rupture = 6,54) quel que soit le protocole de nettoyage et de rugosité de surface. La contrainte de cisaillement à l'interface est également plus importante pour l'ABS que pour le PP (rapport des contraintes = 7,66). La contrainte de cisaillement durant la phase en frottement du test présente des oscillations avec une longueur d'onde de 0,1 mm en moyenne. Ces oscillations sont sur toutes les courbes pour le PP et l'ABS, mais à des échelles différentes.

La longueur d'onde de ces oscillations correspondrait à celle des stries d'usinage des cylindres d'aluminium. En effet, sur les mesures de profils de rugosité, nous retrouvons cette ondulation de surface et ce quelle que soit la rugosité.

Discussion

À partir des résultats de simulation numérique, les valeurs de contraintes critiques à la paroi dépendent des matériaux utilisés. Ainsi la contrainte en cisaillement est égale à 0,07 MPa pour l'ABS et 0,005 MPa pour le PP.

Le modèle numérique montre que le glissement peut être à l'origine de l'écoulement instable à la base du défaut de vague.

contraintes à rupture en fonction des types de nettoyage et des rugosités pour l'ABS

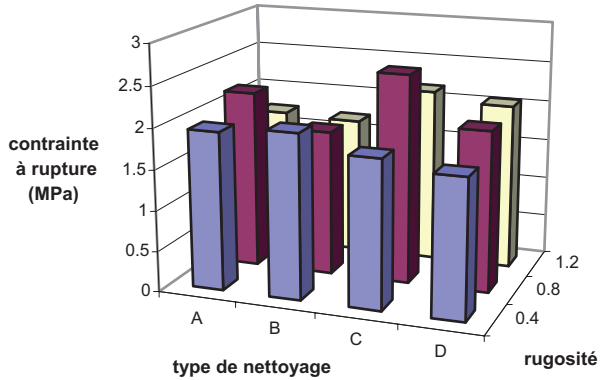


Fig. 9. Diagramme montrant l'influence des types de nettoyage et des rugosités sur la contrainte à la rupture ABS.

Fig. 9.

raideurs en fonction des types de nettoyage et des rugosités pour l'ABS

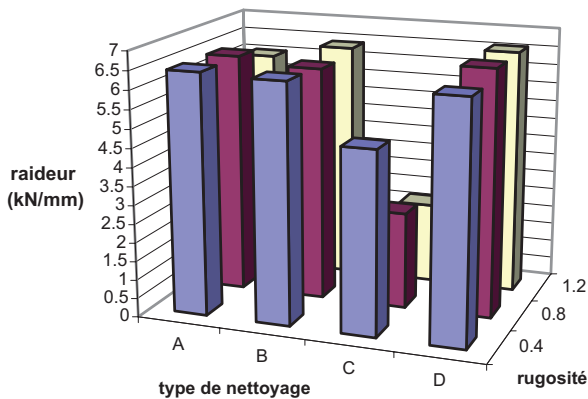


Fig. 10. Diagramme montrant l'influence des types de nettoyage et des rugosités sur la raideur ABS.

Fig. 10.

Lorsque le glissement est inséré sur un segment, le polymère s'enroule vers la paroi opposée, et le polymère ainsi détaché va avoir une température plus froide, ce qui est en accord avec les résultats de Yokoi [17].

Le modèle numérique présente néanmoins quelques lacunes. Tout d'abord, le paramètre représentant le contact est un paramètre binaire (α collant, α glissant). Dans la réalité, il semble que le polymère, s'il glisse lors du remplissage, aura un comportement en glissement (donc un coefficient de frottement) qui va dépendre du couple de matériaux en contact, des sollicitations thermomécaniques, des conditions d'injection (température du moule, pression et temps de maintien, etc.), ainsi que des conditions de contact (rugosité, température, matériaux,

etc.). L'interface de contact aura donc une valeur de frottement qui va affecter les valeurs de contraintes.

De plus, le coefficient d'échange thermique est fixé à $1500 \text{ W/m}^2 \cdot ^\circ\text{C}$, qui correspond à un échange entre un alliage d'aluminium et un polymère fondu [5]. Dans Moldflow®, MPI 5.0, le coefficient d'échange est de $25000 \text{ W/m}^2 \cdot ^\circ\text{C}$, ce qui permet au polymère de prendre quasi instantanément la température de la paroi à son contact. Ce coefficient reste le même avec l'emploi d'un moule acier ou d'un moule aluminium, ce qui n'est pas le cas dans la réalité, puisqu'un moule en aluminium est connu pour réduire le temps de refroidissement. La formation de la gaine froide solide (température inférieure à la température de non-écoulement du polymère, environ $110 \text{ }^\circ\text{C}$ pour un ABS par exemple) n'est pas formée avec notre modèle numérique ($200 \text{ }^\circ\text{C}$) [5]. Cet écart peut provenir soit de la valeur de ce coefficient d'échange non correctement estimée, ou alors des paramètres de la loi rhéologique des matériaux. En effet, le terme représentant la thermodépendance peut varier en fonction du calcul des énergies d'activation de la courbe maîtresse dépendant de la température de référence choisie. Par conséquent, les résultats en température de la simulation peuvent être affectés, puisqu'ils sont sensibles à ce terme de thermorégulation.

Les courbes obtenues à partir du test couronne, montrant l'évolution de la force en fonction du déplacement mettent en évidence trois phases :

- une augmentation rapide atteignant un maximum
- une diminution
- une évolution asymptotique présentant des ondulations.

Les essais sont réalisés à $20 \text{ }^\circ\text{C}$ et non pas en température et pour une pression de maintien fixée.

Le test couronne permet de mesurer expérimentalement les contraintes critiques à la paroi lors du passage d'un contact « adhérent » à un contact glissant, dans des conditions particulières d'injection. C'est-à-dire que les essais sont réalisés à $20 \text{ }^\circ\text{C}$ et non pas en température et pour une pression de maintien donnée. Dans ces conditions, le test couronne, généralement utilisé pour les assemblages, peut dans cette étude être assimilé à un test d'éjection (comme il est commun d'étudier en injection) ou alors à un test de frottement.

Le test couronne présente la particularité d'ouvrir l'interface suivant les modes I et II [6] et la contrainte à rupture dépend donc d'une contrainte normale et d'une contrainte de cisaillement. La contrainte normale, influant sur la valeur de la contrainte à rupture, peut dépendre :

- du retrait dépendant du caractère semi cristallin ou amorphe du polymère utilisé,
- du retrait diamétral de l'anneau après injection (cependant supposé négligeable puisque affaibli par la pression de maintien appliquée),
- ainsi que de la pression de maintien appliquée lors de l'injection de l'anneau (qui n'est pas étudié dans ce papier).

Les valeurs obtenues avec ce test sont représentatives d'un frottement en glissement pur entre un anneau de polymère et un mandrin métallique (indice de frottement) en émettant l'hypothèse que les efforts radiaux sont identiques suivants les différents échantillons (conditions de test identiques).

La contrainte à rupture moyenne de l'assemblage pour l'ABS est de 1,97 MPa et celle du PP est égale à 0,3 MPa. La contrainte en cisaillement est alors égale à 1,13 MPa pour l'ABS et à 0,148 MPa pour le PP.

Il est noté une différence de comportement entre le polymère ABS et le polymère PP. Les contraintes à rupture de l'assemblage à l'interface polymère/substrat et de cisaillement à l'interface sont plus importantes pour l'ABS que pour le PP. Le polymère ABS présente une plus grande résistance à la rupture de l'interface (liaisons physico-chimiques et ancrage mécanique) que le PP qui cisaille son interface avec des efforts moindres et donc a une meilleure capacité en frottement.

Tel que le test de couronne est conçu, l'interface polymère substrat se retrouve dans une configuration mixte de frottement : frottement statique tant qu'il n'y a pas totale rupture de l'interface et frottement dynamique quand celle ci rompt. Plus l'effort maximal est élevé plus, par extrapolation, le frottement dit statique peut être considéré comme élevé. Le rapport « R » de la contrainte à rupture sur la contrainte en cisaillement traduit la transition statique/dynamique. Plus ce rapport R est grand, plus les propriétés de cisaillement de l'interface étudiée sont faibles. « R » est égal à 1,74 pour l'ABS et 2,02 pour le PP.

De même, pour la valeur traduisant la pente « k » du coefficient statique appelée

contraintes de frottement en fonction des types de nettoyage et des rugosités pour l'ABS

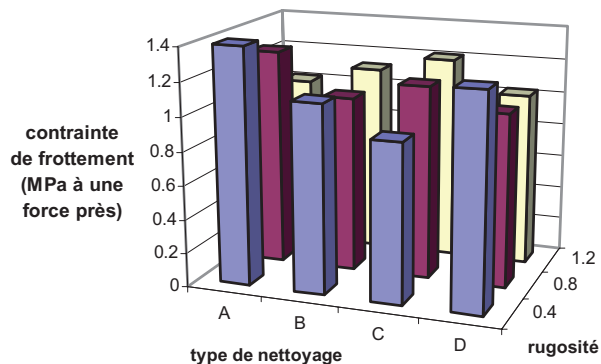


Fig. 11. Diagramme montrant l'influence des types de nettoyage et des rugosités sur la contrainte de frottement ABS.

Fig. 11.

contraintes à rupture en fonction des types de nettoyage et des rugosités pour le PP

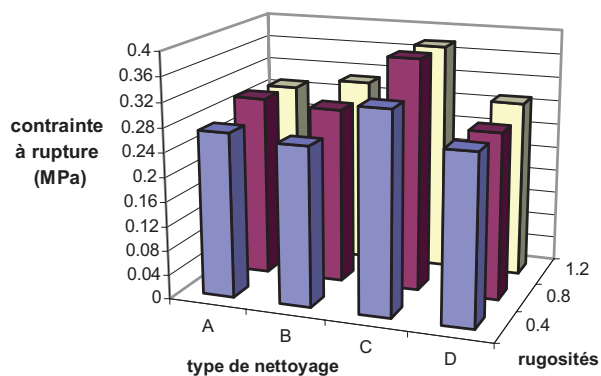


Fig. 12. Diagramme montrant l'influence des types de nettoyage et des rugosités sur la contrainte à la rupture PP.

Fig. 12.

raideur, plus celle ci est forte plus l'interface présenterait une forte résistance à la fissuration. Il faudrait cependant de multiples essais similaires sur des natures de polymères différentes pour borner les valeurs de « R » et de « k ».

Les hypothèses permettant d'expliquer ces différences de comportement sont :

- Le caractère semi-cristallin du PP qui impose un retrait plus important lors du refroidissement. Ce qui expliquerait que la résistance à l'ancrage mécanique du polymère dans les aspérités du substrat est plus faible.
- Le caractère semi-cristallin peut aussi favoriser le glissement. Il est connu que les polymères amorphes ont un coefficient de frottement moyen de 0,35 alors que le

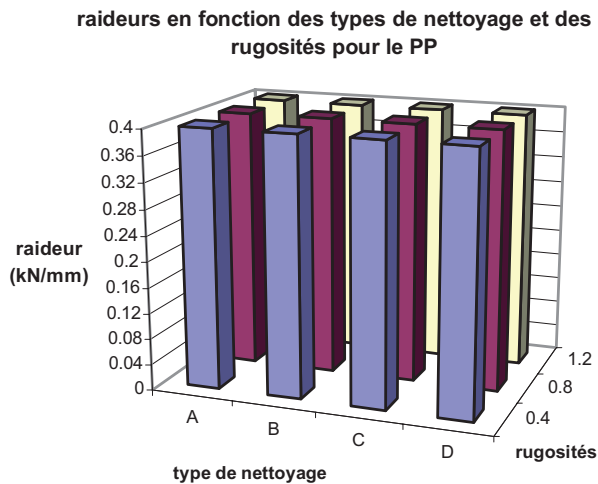


Fig. 13. Diagramme montrant l'influence des types de nettoyage et des rugosités sur la raideur PP.

Fig. 13.

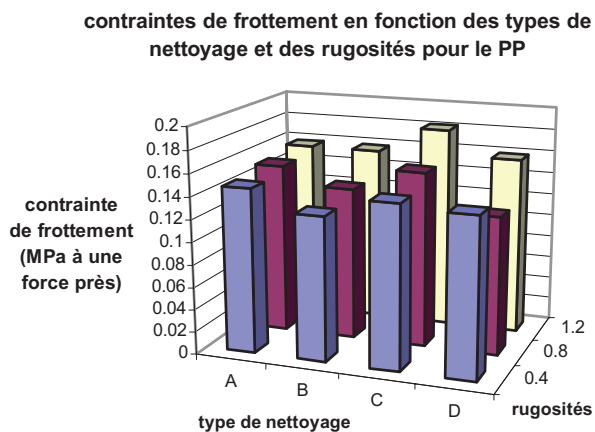


Fig. 14. Diagramme montrant l'influence des types de nettoyage et des rugosités sur la contrainte de frottement PP.

Fig. 14.

coefficient de frottement des polymères semi-cristallins est de l'ordre de 0,2 [23].

- Le PP est chargé à 20 % de fibres minérales. Il est connu que les fibres ont tendance à migrer et à s'orienter parallèlement à l'interface polymère/moule durant la phase de remplissage. Ceci pourrait contribuer à diminuer l'adhérence PP/substrat et donc diminuer la force de cisaillement lors du glissement du polymère. Il a déjà été mis en évidence que les charges ont tendance à réduire le coefficient de frottement [23].

Ces résultats sont en adéquation avec ceux obtenus par l'équipe de Feirra [24,25] qui utilise un test de frottement similaire pour suivre l'évolution de la force en fonction du temps. Ainsi, ils retrouvent que pour

un polycarbonate (PC) et un PP, les évolutions de la force en fonction du déplacement présentent un pic suivi d'une phase asymptotique d'ondulations. L'augmentation de la courbe est traduite par le passage de la phase de frottement statique à la phase de frottement dynamique. Pour le PP, le coefficient statique est de 0,36, qui correspond à une valeur proche de celles avancées par d'autres auteurs [26] et [27]. Les valeurs du PP sont plus faibles que celles du PC dans cette étude.

Si les résultats expérimentaux obtenus sur le test couronne sont directement comparés à ceux résultant de la simulation numérique, il s'avère que les valeurs de contraintes de cisaillement à la paroi nécessaires au glissement donnent des valeurs trop élevées par rapport aux valeurs numériques.

La tendance que ce soit en numérique et/ou lors de l'expérimentation montre que le cisaillement à la paroi est plus important pour l'ABS que pour le PP. De plus, le rapport des valeurs de contraintes entre l'ABS et le PP, calculé à partir des résultats numériques et expérimentaux est conservé et de l'ordre de 10.

Pour adapter nos paramètres de la loi de frottement utilisés dans le modèle numérique, des essais en température sont nécessaires pour se rapprocher des conditions thermiques.

Conclusion

L'écoulement instable du polymère à la paroi du moule généré par du glissement peut être responsable de défauts de surface des pièces injectées, tel que le défaut de vague.

Dans cette étude, nous avons abordé la problématique du glissement à la paroi des polymère à partir de deux approches : approche numérique et approche expérimentale. La simulation numérique a permis de confirmer qu'il était possible d'obtenir un écoulement instable à partir de conditions de contact discontinues.

Les résultats numériques permettent d'accéder à des valeurs de cissons critiques à la paroi.

L'approche expérimentale se base sur un test permettant de déterminer la tenue des assemblages. Nous avons utilisé ce test avec des thermoplastiques usuels types ABS et PP en place des polymères thermodurs habituellement employés pour ces assemblages [6]. Ce test nous permet d'obtenir

des valeurs de contraintes de rupture et de glissement à l'interface entre un polymère injecté et un substrat aluminium. Les valeurs de force de rupture sont de l'ordre de 1,1 kN pour l'ABS et de 0,2 kN pour le PP. Ces valeurs sont en accord avec celles qu'on peut trouver dans la littérature [24–27].

Les résultats de contraintes de cisaillement issus des deux approches ne sont pas identiques mais gardent la même variation entre les deux polymères étudiés soit l'ABS et le PP.

Remerciements

Nous tenons à remercier :

- Le Lycée professionnel de Décazeville pour la réalisation du moule d'injection et le prêt des machines d'injection pour la réalisation des éprouvettes, plus particulièrement Monsieur Lagrange.

- ALCAN, et plus particulièrement messieurs Fortun, Benmalek, pour toutes les informations sur les protocoles de nettoyage et la fourniture de la matière.

- Monsieur Tabourin pour tous nos précieux échanges.

Références

- [1] L. Mathieu, L. Stockmann, J.M. Haudin, B. Monasse, M. Vincent, J.M. Barthez, J.Y. Charneau, V. Durand, J.P. Gazonnet, D.C. Roux, *Int. Poly. Process.* **XVI-4** (2001), 404-411
- [2] B. Monasse, L. Mathieu, M. Vincent, J.M. Haudin, J.P. Gazonnet, V. Durand, J.M. Barthez, D. Roux, J.Y. Charneau, 15th Annual Meeting of the PPS, Hertogenbosch (Netherlands) (1999)
- [3] S.Y. Hobbs, *Poly. Eng. Sci.* **32** (1996) 1489-1494
- [4] M.C.O. Chang, *Int. Poly. Process.* **XI-4** (1997) 403-411
- [5] M. Guichon, C. Boher, F. Schmidt, A Study of Polymer/Mold Contact During Injection Molding Cycle, Regional PPS-2005, Quebec City
- [6] B. Hassoune-Rhabbour, V. Nassiet, Y. Baziard, J.-A. Petit, A Mechanical rupture test for the adherence characterization of structural adhesively-bonded assemblies : the Crown test, 7th European Adhesion Conference – EURADH 2004, September 5-9 (2004), Freiburg/Germany
- [7] W. ROSE, *Nature* **191** (1961), 242
- [8] E. Bociaga, T. Jaruga, T. Sterzynski, A. Banasiak, Experimental Determination of The Polymer Flow Profiles in Injection Mould Channels, PPS 2004, Leibnitz, Paper s12-16 (2004)
- [9] H. Yokoi, Y. Degushi, L. Sakamoto, Y. Murata, *SPE ANTEC Tech. Papers* (1994) 829-832
- [10] H. Hamada, H. Tsunasawa, *J. Apl. Poly. Sci.* **60** (1996) 353-362
- [11] M.A. Bulters, A. Schepens, Poly. Society, Sixteen Annual Meeting Shanghai China, June 18-23 (2000), 144-145
- [12] A.M. Grillet, A.C. Bogaerd, G.W.M. Peters, F.P.T. Baijens, Poly. Society, Sixteen Annual Meeting Shanghai China, June 18–23 (2000), 148-149
- [13] Bases de données MOLDFLOW®, MPI 5.0
- [14] G. Xu, K.W. Koelling, Study of Flow Marks During Thin-Wall Injection Molding, *SPE ANTEC Tech. Papers* (2001)
- [15] H. Yokoi, *PPS 10 Tech. Papers* (1994) 171
- [16] H. Yokoi, Y. Inagaki, *SPE ANTEC Tech. Papers* (1992), 457-460
- [17] H. Yokoi, S. Kamata, T. Kanematsu, *SPE ANTEC Tech. Papers* **37** (1991), 358-362
- [18] M.C. Heuzey, J.M. Dealy, D.M. Gao, A. Garcia-Rejon, *Int. Poly. Process.* **XII-4** (1997), 403-411
- [19] M. Mooney, Explicit formulas for slip and fluidity, *J. Rheol.* **2** (1931), 210-222
- [20] J.F. Agassant, T.K. Avenas, J.Ph. Sergent, P.J. Carreau, Polymer Processing – Principles and Modelling, Hanser Publishers, Munich Vienna, New York (1982)
- [21] H. Yokoi, N. Masuda, Measurement of Shear Stress Profiles Along Cavity Surface During Filling Process, PPS 20th Annual Meeting, June 20–24, Akron, poster P267 (2004)
- [22] B. Rives, adhérence de primaires aéronautiques sur oxydes d'aluminium, thèse d'état, Université Paul Sabatier (1999)
- [23] Y. Yamaguchi, *Technique de l'Ingénieur* **AM1** (1994), A3138
- [24] E.C. Ferreira, N.M. Neves, R. Muschalle, A.S. Pouzada, Friction Properties of Thermoplastics in Injection Molding, *SPE ANTEC Tech. Papers* (2001)
- [25] E.C. Ferreira, R. Muschalle, N.M. Neves, A.S. Pouzada, Analysis of Parameters Determining the friction Properties of Thermoplastics in Injection Molding, *SPE ANTEC Tech. Papers* (2002)
- [26] G. Menges, H. Bangert, *Kunststoffe German Plastics* **71** (1981), 552-557
- [27] A.J. Pontes, G. Titomanlio, A.S. Pouzada, The Influence of Processings Conditions in Ejection Forces of Injection Moulded Parts, PPS 1999 (1999)