

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de L'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Mouloud Mammeri De Tizi-Ouzou



Faculté de Génie De la Construction
Département de génie mécanique

Mémoire de Fin d'Etudes de MASTER ACADEMIQUE
Spécialité : **Fabrication Mécanique et Productique**

Thème

Etude de l'influence du vieillissement thermique sur le comportement en traction d'un élastomère industriel

Présenté par

M. RAMDANE ZAKARIA

Dirigé par : **Mme T. ABERKANE**

Co-dirigé par : **Mme N.REZIG**

Année Universitaire : 2018-2019

REMERCIEMENTS

Au terme de ce travail, il m'est agréable de remercier vivement tous ceux qui, grâce à leur aide précieuse, ont permis la réalisation de ce mémoire.

Je voudrais en premier lieu remercier Mme T. ABERKANE pour avoir accepté de diriger ce travail et pour ses conseils tout le long de la réalisation de ce mémoire.

Je remercie Mme N. REZIG enseignante à l'école supérieure des techniques aéronautique ESTA de Dar El Beida (Alger) pour son aide précieuse dans l'élaboration de la partie expérimentale

Je remercie également les membres du jury qui ont accepté d'examiner et d'évaluer le contenu scientifique de ce mémoire.

Mes remerciements s'adressent également à tous les membres de l'unité de recherche en matériaux et environnement de l'université de Boumerdès pour la réalisation des essais de traction et de dureté .

Monsieur A. Ahmed Zaid, ingénieur et responsable du laboratoire RDM au département de génie Mécanique de l'université UMMTO est vivement remercié pour son aide précieuse

En fin, je remercie tout les enseignants qui ont contribué à ma formation.

Merci 

DÉDICACE

En signe de respect et de reconnaissance je dédie ce modeste travail :

A ma petite famille, aucune dédicace ne saura exprimer ma reconnaissance pour tout ce qu'ils ont fait pour moi, pour les valeurs qu'ils m'ont inculquées.

A la personne devant laquelle tous les mots de l'univers sont incapables d'exprimer mon amour et mon affection pour elle, à l'être qui m'est le plus cher, à ma douce mère, que dieu les protège tous pour moi.

A mon cher père puisse ce modeste travail constitué une légère compensation pour tous les nobles sacrifices que tu t'es imposé pour assurer mon éducation. Merci papa.

A une personne très chère à mon cœur, qui a toujours été là pour moi et qui m'a tant soutenu, je te remercie du fond du cœur <3

A tous mes amis(es) sans exception.

A mon défunt ami Sigrid Ait Mouheb.

Liste des figures

Figure	Page
Figure I.1 : polymère linéaire	4
Figure I-2 : polymère ramifié	4
Figure I.1 : polymère réticulé	4
Figure I-4 : polymère thermoplastique.	5
Figure I-5 : polymère thermodurcissable	6
Figure I-6 : élastomère	6
Figure I-7 : Variation du module d'élasticité en fonction de la température	7
Figure I-8 : structure amorphe.	10
Figure I-9 : Exemple de microstructure d'un matériau élastomère	11
Figure I-10 : Représentation schématique des pontages entre macromolécules	12
Figure I.11 : caractéristique de traction uniaxiale d'un élastomère	13
Figure III-1 : matériau d'étude.	22
Figure III-2 : Etuve de type MEMMERT	23
Figure III-3 : Duro-mètre (Shore A).	24
Figure III-4 : Géométrie de l'éprouvette de traction (haltère).	25
Figure III-5 : Machine de traction ZWICK/Z010	25
Figure IV.1. Evolution de la contrainte en fonction de la déformation des cinq échantillons à l'état non vieilli (NV).	27
Figure IV. 2. Evolution de la contrainte en fonction de la déformation du matériau non vieilli et vieilli à 90°C	28
Figure IV.3. Evolution de la contrainte en fonction de la déformation du matériau non vieilli et vieilli à 120°C.	29
Figure IV.4.Évolution de la contrainte à la rupture en fonction des différentes conditions de vieillissement.	30
Figure IV.5.Évolution de la déformation à la rupture en fonction des différentes conditions de vieillissement	30

Liste des tableaux

Tableau	Page
Tableau 1–1 Différente matrices élastomères couramment utilisées	11
Tableau IV.1 : composition chimique de matériau d'étude	26
Tableau IV.2 : Caractéristiques du matériau non vieilli	27
Tableau IV.3 : Caractéristiques mécaniques du matériau vieilli à 90°C	28
Tableau IV.4 : Caractéristiques mécaniques du matériau vieilli à 120°C	29
Tableau IV. 4 : Valeurs de la dureté Shore A	31

Sommaire

	Page
Remerciements	
Dédicaces	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Sommaire	
Introduction générale	1
Chapitre I : Généralités sur les polymères et les élastomères en particulier	
I.1 Définitions	2
I.2 Macromolécule	2
I.3 Liaisons chimiques	2
I.4 Liaisons physiques	2
I.5 Classification de polymères	3
I.6 Température de transition vitreuse T_g	7
I.7 La mise en forme des polymères	8
I.8.Généralités sur les élastomères :	9
I.8.1.Historique	9
I.8.2.Définition d'un élastomère	10
I.8.3.Microstructure des matériaux élastomères	11
I.8.4 Formulation	12
I.8.5 Réticulation	12
I.8.6 Le renforcement	12
I.9 Comportement mécanique en traction des élastomères	13
I.10.Les élastomères d'usage dans notre mémoire	13
Chapitre II : Vieillissement thermique des polymères	
II.1.Introduction	16
II.2.Vieillissement physique	16
II.2.1Modification de la morphologie	16
II.2.2.Fissuration sous contrainte en milieu tensioactif	16
II.2.3.Chocs thermiques	17

Sommaire

II.2.4. Phénomènes de transport	17
II.3. Vieillissement chimique	19
II.3.1. Oxydation	19
	20
II.3.2. Réticulation	
II.3.3. Dépolymérisation	20
II.3.4. Coupure de chaînes statistiques	20

Chapitre III : Matériau d'étude et procédures expérimentales

III.1 Matériau d'étude	22
III.2. Méthodes du vieillissement accéléré	22
III.3. Caractérisation mécanique	23
III.3.1 La dureté shore	23
III.3.2 L'essai de traction	24

Chapitre IV : Résultats expérimentaux et interprétations

IV. Composition chimique	26
IV.2. Vieillissement thermique accéléré	26
IV.3. Essai de traction à l'état non vieilli	27
IV. 4. Essai de traction vieilli à 90°C	28
IV.4 Essai de traction vieilli à 120 °C	29
IV.5 Comparaison des résultats obtenus	30
IV.6 Essai de dureté	31

Conclusion générale	33
----------------------------	----

Références bibliographiques

Introduction générale

Les matériaux élastomères forment une classe de matériaux polyvalents qui sont utilisés dans plusieurs secteurs industriels tels que l'aéronautique, l'automobile, l'électrique, le bâtiment, la médecine ou même l'industrie pharmaceutique utilisent les élastomères. En effet la nature particulière de leurs molécules sous forme de chaînes, ainsi que la variété des modes d'assemblages qu'elles adoptent est à l'origine de cette diversité. Leur utilisation est de plus en plus réponde grâce à leurs intéressantes propriétés mécaniques. Ils apportent de nombreux avantages fonctionnels tels que l'étanchéité, grande déformabilité et amortissement. Ainsi, la facilité de la mise en œuvre et leur faible coût constituent deux facteurs favorisant leurs développements industriels.

Toutefois, les élastomères sont exposés à différents mécanismes de dégradation. La perte de durabilité sous vieillissement physique conduit à une dégradation mécanique et /ou sous vieillissement chimique qui occasionne une dégradation chimique irréversible. En conséquence l'utilisation des élastomères sous haute température affecte énormément leur ténacité.

En effet le vieillissement thermique est l'un des principaux modes de défaillance rencontrés pour ce type de matériau. La durée de vie des structures élastomères n'est aujourd'hui pas encore maîtrisée. Pour pallier à cette carence, des facteurs de sécurité souvent importants sont utilisés pour garantir la sûreté du fonctionnement. C'est pourquoi la tenue à haute température sous chargement monotone et/ou cyclique des élastomères devient une problématique industrielle majeure.

Dans ce contexte, ce travail est mené dans le but d'étudier l'effet de vieillissement thermique sur le comportement mécanique d'un élastomère de type industriel. Ce dernier est utilisé pour la fabrication des joints d'étanchéité. Il est constitué de deux élastomères de base dont l'un est naturel (NR) et l'autre est synthétique (SBR). Nous allons effectuer des essais de vieillissement accéléré, des essais de dureté et des essais de traction.

Ce travail se compose de quatre chapitres, **le premier chapitre** sera consacré à des généralités sur les polymères et en particulier les élastomères où sera mentionnée leur évolution à travers l'histoire

Le second chapitre sera réservé à exposer le vieillissement thermique des polymères

Le troisième chapitre consistera à présenter le matériau d'étude et les différentes techniques de caractérisation utilisées. Quant **au quatrième chapitre**, il sera consacré aux résultats expérimentaux et leurs interprétations. Enfin, on terminera par une conclusion générale qui présente le bilan de toute cette étude avec des perspectives.

Chapitre I

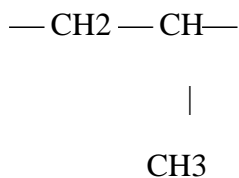
**Généralités sur les polymères et les
élastomères en particulier**

I.1 Définitions

Le concept de polymère a moins d'un siècle, parce que pendant longtemps les chimistes n'ont pas admis qu'une molécule pouvait être très grosse. Un polymère est en effet une macromolécule obtenue par la répétition d'une unité constitutive, encore appelée unité de répétition, comportant un groupe d'atomes liés par des liaisons covalentes. Les termes « unité constitutive » et « unité de répétition » sont, de nos jours, préférés à « motif monomère » ou « unité monomère ». Un polymère peut être schématisé par l'enchaînement covalent suivant, dénommé chaîne macromoléculaire :



Où -A- représente l'unité constitutive. Par exemple, pour le polypropylène :



Les polymères définis ci-dessus sont obtenus par la répétition d'une seule unité constitutive : ce sont des homopolymères. Par opposition, les copolymères ont des chaînes comportant plus d'un type d'unité de répétition [1].

I.2 Macromolécule :

Une macromolécule est une molécule de très grande masse moléculaire, résultant de la polymérisation. Les liaisons dans les macromolécules (liaisons intramoléculaires) et celles entre les macromolécules (liaisons intermoléculaires) peuvent être de type physique ou chimique.

Les liaisons physiques sont trop faibles par rapport aux liaisons chimiques (les forces de cohésions chimiques sont jusqu'à 10³ fois plus résistantes que les forces de cohésions physiques).

I.3 Liaisons chimiques :

Les liaisons chimiques, appelées aussi liaisons primaires ou liaisons de covalences, agissent entre les macromolécules d'un polymère, mais aussi, elles réalisent la connexion entre les atomes d'un monomère et la cohésion d'une macromolécule [2]

I.4 Liaisons physiques :

Les liaisons physiques sont appelées aussi liaisons secondaires ou interactions moléculaires. Le caractère le plus important est qu'elles sont très sensibles à la chaleur et peuvent être détruites ; aussi par un solvant ou par des sollicitations mécaniques mais d'une façon

réversible. Contrairement aux liaisons chimiques, d'où la rupture est plus difficile et qui est irréversible [2]

I.5 Classification de polymères

Plusieurs classifications des composés macromoléculaires peuvent être proposées, Selon l'origine, le type d'architecture, la structure chimique des motifs ou le types de polymérisation, comme base de la classification.

I.5.1 Classification selon l'origine

On distingue les polymères naturels, les polymères Artificiels et les polymères Synthétiques [3]

- **Les polymères naturels :**

Issus des règnes végétal, animal ou minéral leur économique et le rôle qu'ils jouent dans les mécanismes vitaux leur a assuré une place de premier choix depuis une trentaine d'années.

Exemples :

- Les polysaccharides (cellulose, amidon...).
- Les protéines (la laine, la soie ...).
- Le caoutchouc naturel...

- **Les polymères artificiels : (dérivés des polymères naturels)**

Sont obtenue par modification chimique de polymères naturels de façon à transformer certaines de leurs propriétés.

Exemples :

- les esters cellulosiques (nitrocellulose, acétate de cellulose ...etc.).
- ébonite (caoutchouc fortement réticulé par le soufre).

- **Les polymères synthétiques :**

Les molécules monomères qui permettent de les obtenir n'existent pas dans la nature. Cependant, on peut remarquer que les structures réalisées par synthèse sont souvent proches de celles des polymères naturels.

I.5.2 Classification selon l'architecture

- **Polymères linéaires**

Les polymères linéaires sont constitués de grandes chaînes de monomères reliés entre eux par des liaisons covalentes. Ces macromolécules sont liées entre elles par des liaisons secondaires

qui assurent la stabilité du polymère. Ces liaisons secondaires sont des liaisons ou ponts hydrogène ou des liaisons de Van der Waals. Lorsque ces liaisons existent, le matériau devient rigide et présente un comportement de solide.

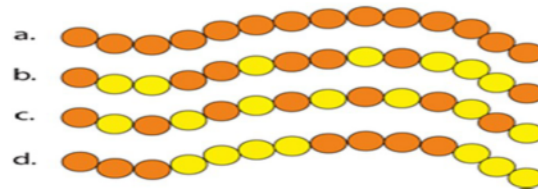


Figure I-1 : polymère linéaire [4]

- **Polymères ramifiés**

Des chaînes homopolymériques ou copolymériques peuvent se greffer sur d'autres chaînes au cours de la polymérisation. Au dessus de la température de transition vitreuse, ces matériaux présenteront un comportement visqueux plus marqué que les polymères linéaires.

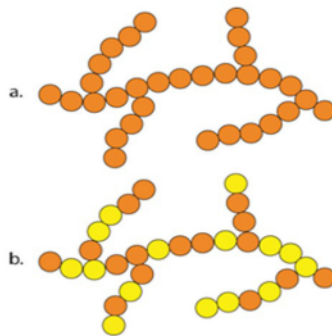


Figure I-2 : polymère ramifié [4]

- **Polymères réticulés**

La réticulation correspond à la formation de liaisons chimiques suivant les différentes directions de l'espace au cours d'une polymérisation, d'une polycondensation ou d'une polyaddition, et qui conduit à la formation d'un réseau.

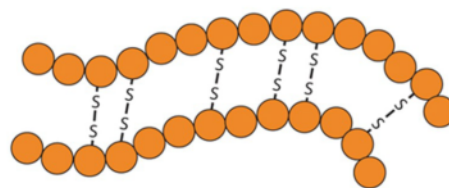


Figure I-3 : polymère réticulé [4]

I.5.3 Classification selon la structure chimique

- **Les homopolymères:**

Ce sont des polymères qui ne possèdent qu'une seule unité, ces homopolymères sont des longues chaînes formées par la répétition d'un monomère, leurs propriétés mécaniques, écoulement à l'état fondu, optique, sont dues à la structure chimique des monomères et à la longueur des chaînes. Il existe au sein des homopolymères différentes familles, on trouve: les homopolymères linéaires, branchés et étoilés [5]

- **Les copolymères:**

Ce sont des polymères qui possèdent plusieurs unités, comme pour les homopolymères, les copolymères peuvent se classer dans différentes familles, citons: le mode statistique, alterné, séquencé et greffé.

I.5.4 Classification selon le comportement thermique

Les polymères sont souvent classés d'après leurs propriétés thermodynamiques en trois types:

- **Les thermoplastiques:**

Les thermoplastiques sont, en première approximation, constitués par des enchaînements unidimensionnels résultant de l'association de molécules simples (monomère) en chaînes macromoléculaires linéaires (éventuellement ramifiées). A température ambiante, ce matériau est solide. Par chauffages et refroidissements successifs, on peut modifier l'état et la viscosité des matières thermoplastiques, de façon réversible [6]



Figure I-4 : polymère thermoplastique.

- **Les thermodurcissables**

Ce sont des composés macromoléculaires s'étendant dans les trois directions de l'espace ; ils sont d'autant plus rigides que le réseau tridimensionnel qui les caractérise est plus dense. Ils sont obtenus :

- soit par polycondensation ou polymérisation de petites molécules dont tout ou partie possède plus de deux sites réactifs ;
- soit par réticulation de macromolécules linéaires (ou pontage) par des durcisseurs, généralement à l'aide d'un catalyseur.

Dans les deux thermodurcissables initiaux se transforme chimiquement, de façon irréversible, en un objet fini, infusible et insoluble, thermo durci [7]



Figure I-5 : polymère thermodurcissable.

- **Les élastomères:**

Ces polymères présentent les mêmes qualités élastiques que le caoutchouc, un élastomère au repos est constitué de longues chaînes moléculaires repliées sur elles mêmes, sous l'action d'une contrainte, les molécules peuvent glisser les unes par rapport aux autres et se déformer.

Les élastomères sont des matières réticulées d'une manière incomplète. Le degré de réticulation est faible. Les pontages permettent aux macromolécules de revenir en place plus ou moins rapidement après une déformation sous contraintes, c'est la propriété fondamentale des élastomères [8]

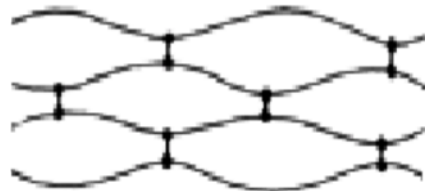


Figure I-6 : élastomère.

I.5.5 Classification selon le comportement physique

En fonction de la structure physique des polymères, on peut les classer en quatre types d'état :

- **L'état amorphe,**

Dans lequel les arrangements moléculaires n'ont pas d'ordre prédéfini. Cette absence d'ordre engendre une absence de point de fusion, l'existence d'une température de transition vitreuse qui marque le passage d'un état vitreux (où le matériau se comporte comme un verre, c'est-à-dire dur et cassant) à un état caoutchoutique (où les chaînes peuvent glisser plus facilement),

- **L'état amorphe orienté,**

Où les arrangements moléculaires sont tous orientés dans la même direction.

- **L'état cristallin,**

Caractérisé par un arrangement organisé des molécules. Les chaînes s'organisent de façon ordonnée et compacte. Le cristal polymère est décrit par son réseau et son motif. Le réseau caractérise la périodicité dans les trois directions de l'espace. Les principales caractéristiques de l'état cristallin sont une compacité supérieure à celle de la phase amorphe, l'existence d'un

point de fusion et l'absence de transition vitreuse, une rigidité supérieure à celle de la phase amorphe [9]

- **L'état semi cristallin,**

Qui associe à la fois un arrangement organisé et des zones amorphes.

I.6 Température de transition vitreuse T_g

L'étude des variations d'une propriété physique déterminée d'un polymère quelconque en fonction de la température, à met en évidence deux zones de température particulièrement distinctives. En effet, sur un intervalle de température 'très étroit' et pour un polymère donné, des changements brutaux et importants surviennent sur certaines caractéristiques telles que, le coefficient de dilatation, le volume spécifique, le module d'élasticité...etc. Cet intervalle réduit à une valeur moyenne est appelé température de transition vitreuse noté T_g ou T_v . Cette dénomination est due au fait que sur cet intervalle de température très étroit, le polymère passe d'un état liquide très visqueux à un état vitreux (figure I.7).

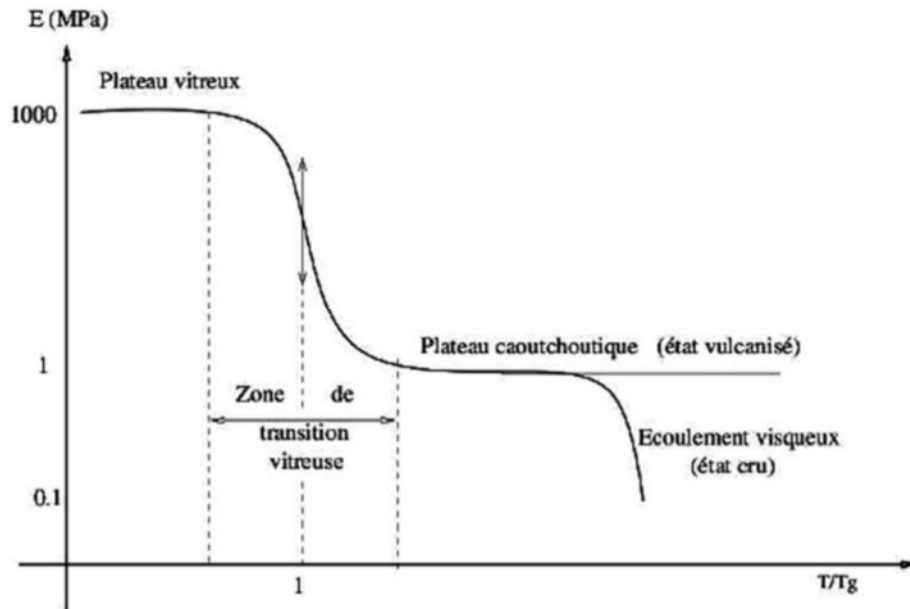


Figure I-7 : Variation du module d'élasticité en fonction de la température et représentation de la zone de transition vitreuse [4]

La température de transition vitreuse est donc une température au-dessous de laquelle, un polymère amorphe est rigide tandis qu'au-dessus il devient mou (caoutchouteux).

I.7 La mise en forme des polymères

Il existe plusieurs procédés de mise en forme des matières plastiques [10]. Parmi les plus répandus dans le domaine industriel, on distingue :

I.7.1.L'injection : ce procédé permet de donner aux matières plastiques une fois ramollies la forme - simple ou complexe- du moule dans lequel elles ont été injectées ; exemples : palettes, coques de télévisions, boîtes, pots, tableaux de bord, ...

I.7.2.L'extrusion : cette méthode permet de fabriquer des produits en continu ; exemples : profilés, tubes, films, feuilles, sacs, plaques,....

I.7.3.Extrusion-soufflage : les matières plastiques extrudées cette fois en discontinu (préformes) sont ensuite soufflées dans un moule pour en prendre la forme ; exemples : bouteilles, flacons, bidons, réservoirs, conteneurs,....

I.7.4.Le rotomoulage : La matière plastique en poudre est introduite dans un moule clos puis est centrifugée sur les parois chaudes. On obtient par cette méthode des corps creux de gros volume ; exemples : cuves, réservoirs, conteneurs, ...

I.7.5.L'expansion : le moussage ou expansion des polystyrènes et des polyuréthanes permet de fabriquer des produits alvéolaires ; exemples : calage, sièges automobiles, ameublement, cassettes, ...

I.7.6.La compression : cette méthode sert à mettre en forme les polymères thermodurcissables ; exemples : pièces plates (vaisselle, accessoires électriques,...).

I.7.7.Le calandrage : ce procédé permet d'obtenir des produits plats de grande largeur par laminage de la matière plastique entre plusieurs séries de rouleaux ; exemples : feuilles, plaques, films, sols plastiques.

I.7.8.Le thermoformage : après avoir été ramollis sous la chaleur, les demi-produits thermoplastiques (plaques ou feuilles) sont emboutis sur une forme ; exemples : gobelets, pots de yaourts, cuves,...

I.8. Généralités sur les élastomères :

I.8.1. Historique [11] :

L'histoire commence par la découverte et l'observation du produit naturel : une matière compacte, souple et résistante, issue de la coagulation de la sève d'un arbre.

Ce produit était utilisé par les indiens d'Amérique du sud, vraisemblablement pour faire des colles ou des revêtements. Christophe Colomb et ses compagnons sont les premiers européens qui l'ont remarqué comme l'évoque le journal de la seconde expédition. Dès 1521, P. Martire de Anghiera rapporte l'utilisation de la résine souple d'un arbre par les indigènes du Mexique et, en 1615 Torquemada signale que les espagnols au Mexique imperméabilisent leurs capes avec du « lait » coulant d'un arbre. Mais ce n'est qu'en 1737 que Charles Marie de la Condamine rapportera de l'équateur une masse élastique appelée « caao-tchu » par certains indigènes et « Hève » par d'autres, et suscitera un intérêt scientifique et économique pour la matière, que l'on appellera « caoutchouc ».

François Fresneau découvrira l'arbre producteur en 1747. Macquer et Herissant, deux chimistes travailleront sur la solubilité de la gomme (le caoutchouc brut). Berniard lui incorporera des matières colorantes, et Gossard le soudera à lui-même. Les français ont ouvert la voie de la connaissance, les anglais vont permettre le démarrage économique : jusqu'en 1820 la seule application pratique restera la gomme à effacer mise en point par l'Anglais Magalhaens. M. Fraday travaillera sur la constitution chimique de la gomme. En 1826 G. Williams isolera « l'isoprène monomère ». Charles Macintosh avec la découverte du benzol permettra la réalisation pratique de dissolution qui permettront d'imperméabiliser le tissu, cuire et papiers, il sera à l'origine de la première véritable industrie.

Charles Goodyear découvrira la réticulation par le soufre en 1839. Ayant laissé par hasard un morceau de latex d'hévéa coagulé à proximité d'un poêle à charbon qui fumait (le charbon des Appalaches est très soufré), il a retrouvé une masse noircie, mais aux propriétés élastiques nettement améliorées.

Cependant il ne brevettera qu'en 1844 la technique appelé plus tard « la vulcanisation » : sous l'action de la chaleur le caoutchouc mêlé à une petite quantité de soufre devient parfaitement élastique, mêlé à une grande quantité il devient rigide (l'ébonite). Le britannique T. Hancock inventera le premier masticateur à caoutchouc en 1823, il s'associera à Macintosh pour mettre au point la fabrication de tissus imperméables, c'est également lui qui nommera « vulcanisation » le procédé découvert par Goodyear.

A partir de la seconde moitié du 19^{ième} siècle, il est possible de mastiquer le caoutchouc brut (la gomme) pour obtenir une pâte plastique, de lui incorporer des produits chimiques, on sait dissoudre la gomme et réaliser des enductions. Les propriétés du caoutchouc vulcanisé, notamment l'imperméabilité (à l'eau et, dans certaine proportion aux gaz), et souplesse vont engendrer l'apparition de produits divers dont le nombre ira on s'accroissant : vêtements imperméables, chaussures, joints, enveloppes de ballons, élastiques pour bretelles, tubes et tuyaux, sondes et canules chirurgicales. L'ère de l'exploitation industrielle peut commencer.

Après la réussite de la transplantation de l'hévéa dans la partie équatoriale asiatique par les Anglais en 1876, des études apportées à la sélection des plantes, à la maîtrise de la saignée, au traitement du latex permettront une augmentation du rendement de l'hectare, indispensable pour répondre à la demande croissante, surtout après l'apparition du pneumatique.

A côté du pneumatique, l'automobile doit résoudre des problèmes d'étanchéité moteur et carrosserie : ainsi naissent des tuyaux de toute sorte, des joints pour circuits, des joints pour les vitres, le pare-brise, et les portes, des courroies de transmission...etc. les premiers produits antivibratoires seront utilisés à l'USA avant 1939. On réalise des produits pour le grand public (vêtements, chaussures) et pour la médecine (tubes, sondes, gans, tissus imperméable). L'armée utilise masques à gaz, ballons d'observation...etc. En fin, une industrie nouvelle, le transport d'électricité utilise le caoutchouc pour ses propriétés isolantes. Parallèlement, les produits nécessaires à la formulation des mélanges à base de caoutchouc sont met au point et industrialisés. Des oxydes minéraux sont utilisés pour accélérer la réaction de vulcanisation.

I.8.2.Définition d'un élastomère :

Un élastomère est un polymère qui se distingue par sa caractéristique de déformations élastiques visibles à l'œil nue. Ce polymère est constitué de longues chaînes macromoléculaires linéaires ou peu ramifiées, contenant plus de 10000 monomères [11] formés essentiellement de carbone et d'hydrogène à coté desquelles d'autres atomes peuvent figurées comme le chlore ou l'azote. Les chaînes macromoléculaires sont flexibles et peuvent avoir plusieurs conformations spatiales. De ce fait, leurs arrangement est tellement désordonné que l'aspect qu'elles offrent ressemble à celui d'un plat de spaghettis : c'est la structure amorphe (figure I.8). C'est cette flexibilité des chaînes jointe à leurs faibles interactions mutuelles qui est à l'origine de l'élasticité remarquable du polymère appelé dès lors 'élastomère '. En effet, le préfix (élasto) sous-entend l'élasticité du matériau et le suffixe (mère) rappel sa nature polymérique. Toutefois, le terme n'est pas réservé uniquement au polymère présentant les caractéristiques macromoléculaires décrites ci-dessus (élastomère brut), mais aussi à tout mélange à base de ce dernier (élastomère réticulé ou renforcé).



Figure I-8 : structure amorphe [11]

I.8.3. Microstructure des matériaux élastomères :

Un élastomère est un matériau hétérogène dans lequel cohabitent deux grandes familles de constituants (figure I-9) : la matrice élastomère et les inclusions (charges, etc.). Le comportement mécanique macroscopique résulte ainsi des caractéristiques intrinsèques de chaque constituant ainsi que des interactions entre ceux-ci. Pour comprendre ce comportement, il faut donc connaître la microstructure de ces constituants.

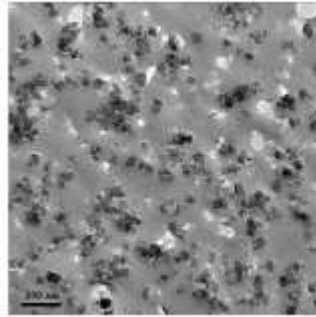


Figure I-9 : Exemple de microstructure d'un matériau élastomère observée par microscope électronique à transmission. La matrice est en gris et les charges sont en noir [12]

La matrice élastomère peut être de différents types. Le tableau I.1 rappelle les grandes familles de polymères couramment utilisées. Une matrice peut être utilisée seule ou accompagnée d'une ou de plusieurs autres matrices, ceci afin de pallier une faiblesse qu'aurait le caoutchouc constitué d'une seule nature d'élastomère vis-à-vis de l'application recherchée.

acronyme	description
NR	caoutchouc naturel
SBR	polybutadiène-styrène
BR	polybutadiène
IR	polyisoprène de synthèse
NBR	butadiène acrylonitrile
CR	polychloroprène
IIR	isobutylène isoprène
EPM	éthylène propylène
EPDM	éthylène propylène diène
TPE	élastomères thermoplastiques

Tableau 1-1 Différentes matrices élastomères couramment utilisées [12]

I.8.4 Formulation

La formulation consiste à ajouter des adjuvants spécifiques à un élastomère brut, dans le but d'apporter des changements à ses caractéristiques comme ses propriétés physiques et chimiques, mais surtout mécaniques qui sont jusqu'ici largement insuffisantes pour répondre au besoin. Le premier objectif majeur recherché par la formulation est l'obtention d'une élasticité satisfaisante (élastomère réticulé), le second est l'amplification et la modification de certaines caractéristiques mécaniques, tel que la dureté, la résistance à l'abrasion ou au déchirement (élastomère renforcé), le troisième est la résistance au vieillissement [11]

I.8.5 Réticulation

La réticulation est la création de connections qualifiées de ponts entre les macromolécules. Ceux-ci donnent naissance à un réseau de liaisons tridimensionnel suffisant pour empêcher le glissement éventuel des chaînes, mais suffisamment lâche pour permettre la déformation des mailles ainsi formées, et ce grâce toujours à la flexibilité des chaînes (figure I-10). Ainsi, le caractère visqueux de l'élastomère brut cède à un caractère élastique prédominant qui peut même devenir hyper-élastique.

Le pontage (réticulation) est généralement réalisé par l'incorporation à l'élastomère brut d'un élément destiné à cette fin. Le plus répandu et le plus ancien est le soufre, dont l'insertion se fait par intermédiaire d'une température élevée.

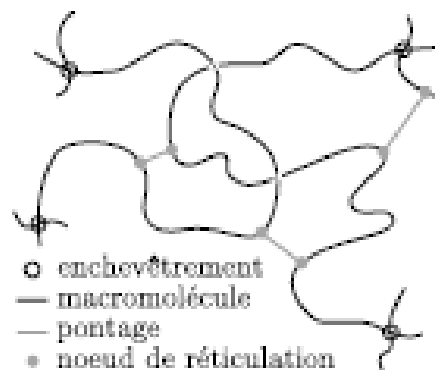


Figure I-10 : Représentation schématique des pontages entre macromolécules formés à l'issue de la réticulation. [11]

I.8.6 Le renforcement

On entend par renforcement l'amélioration de certaines propriétés mécaniques d'un élastomère par incorporation à ce dernier de fines poudres (le plus souvent les noirs de carbone ou les silices) lors de son élaboration. L'adsorption de ces poudres par l'élastomère jointe à leurs actions fait qu'elles sont dites charges renforçantes. En effet, le matériau ainsi obtenu est multiphasé, il se compose de l'élastomère réticulé (la gomme) appelé dès lors la matrice, et de particules de charges ayant des formes complexes et des tailles disparates, éparpillés et suspendus dans la matrice [11]

I.9 Comportement mécanique en traction des élastomères

Toute éprouvette en élastomère soumise à la traction comme le montre la figure ci-dessous révèle une allure semblable en gros à celle illustré par la figure I-11

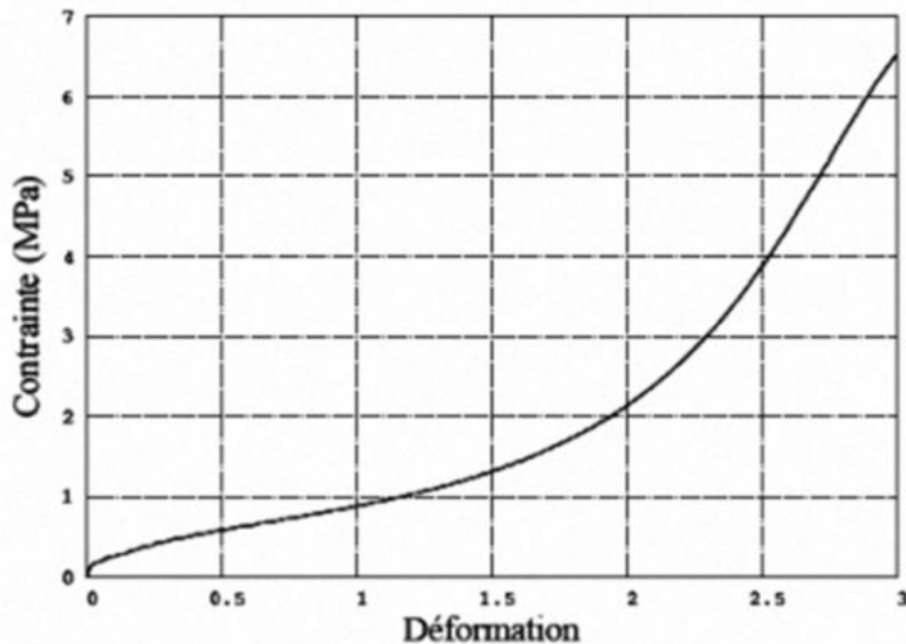


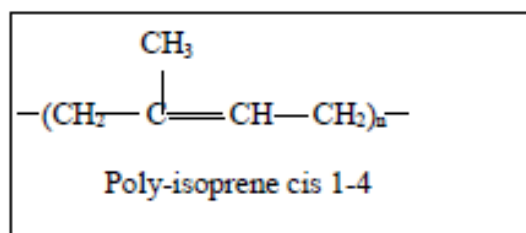
Figure I.11 : caractéristique de traction uniaxiale d'un élastomère

Sur la courbe en remarque l'existence de trois zones. La première est celle des petites déformations là où la courbe est presque linéaire. La seconde correspond à l'inflexion, qui peut être associée au désenchevêtrement des macromolécules qui se déplacent dans leur volume de libre mouvement (volume entourant les macromolécules dans lequel leur mouvement n'est pas arrêté par les macromolécules voisines) [13]. La troisième zone est celle où l'éprouvette devient de plus en plus rigide à partir d'un certain niveau de déformation. Cette rigidité est dû aux segments de chaînes ayant atteints leur extension maximale et dont le nombre croît avec la déformation.

I.10. Les élastomères d'usage dans notre mémoire [14]

➤ Le caoutchouc naturel (NR)

Comme il a été signalé dans l'historique, cet élastomère est extrait du latex, un liquide laiteux fourni par certains arbres dont l'hévéa est le principal



Propriétés

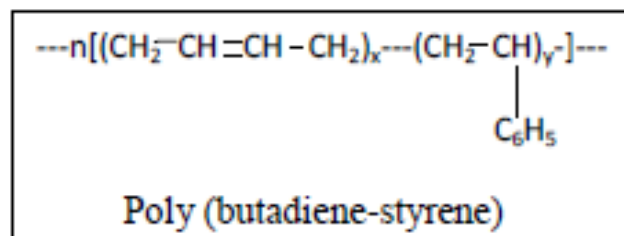
- ❖ Résilience et élasticité exceptionnelles.
- ❖ Résistances à l'abrasion, à la déchirure, à la rupture élevées.
- ❖ Bonne flexibilité à basse température.
- ❖ Bonne adhésion aux textiles et métaux.
- ❖ Faible résistance au vieillissement.
- ❖ La température d'utilisation en continu va de -50°C à 70°C.

Applications

L'ensemble des propriétés, notamment la haute résilience et la résistance à la déchirure et à la rupture font que cet élastomère est très utilisable dans les produits à usage dynamique, comme les pneumatiques (flancs, bandes de roulement) du poids lourd et d'aviation surtout. Il s'utilise aussi à l'état pur (sans renforcement) pour la fabrication de produits entrants en contact avec la santé, comme les gants médicaux, et les tétines de biberons.

➤ **Le poly (butadiène-styrène) (SBR)**

Le nombre (x) des molécules butadiènes, et le nombre (y) des molécules styrènes sont variables, mais leur rapport le plus courant, c'est-à-dire (x/y) est de (23,5/76,5). Cet élastomère a été développé pour servir d'alternative à l'absence du NR, et il est aujourd'hui l'élastomère synthétique le plus utilisé au monde.

**Propriétés**

- ❖ Renforcé, il possède des propriétés mécaniques statiques proches de celle du NR, sauf pour la résistance à la déchirure qui est plus faible.
- ❖ Excellente résistance à l'abrasion et aux flexions.
- ❖ Faible résilience par rapport au NR.
- ❖ Résistance au vieillissement relativement supérieure à celle du NR.
- ❖ Faible résistance aux liquides hydrocarbonés.
- ❖ La température d'utilisation : -50°C à 80°C.

Applications

Les SBR sont aussi utilisés dans les pneumatiques comme le NR, mais uniquement pour les véhicules relativement légers à cause de leur faible résilience et résistance au déchirement. Ils trouvent aussi des applications dans des produits tel que, les joints, les tuyaux, les tapis et les articles de sport. Ils sont souvent utilisés en couplage avec d'autres élastomères pour optimiser les performances du produit.

Chapitre II

Vieillissement thermique des polymères

II.1.Introduction

Le vieillissement thermique signifie tout phénomène traduisant une évolution, qui ne fait intervenir que le matériau, l'atmosphère et la température. Il peut faire intervenir aussi des phénomènes purement physiques (dégazages, migration de plastifiants, évolution de la morphologie), ou des phénomènes chimiques. Ces phénomènes peuvent affecter la structure chimique des polymères, ou dans certains cas, concerner seulement les additifs [15]

II.2.Vieillissement physique

Le processus physique lié au vieillissement thermique vient du fait qu'il y a [16]:

- modification de la configuration spatiale macromoléculaire.
- pénétration de solvants et migration d'adjuvants.
- fissuration sous contrainte en milieu tensioactif.

II.2.1Modification de la morphologie

Le vieillissement physique interne est uniquement lié à des causes internes au matériau (mobilité moléculaire), c'est-à-dire au fait que le matériau est, au terme de sa mise en œuvre, dans un état thermodynamiquement instable. Le vieillissement résulte alors d'une évolution plus ou moins lente vers un état plus stable. Le vieillissement physique est donc lié à la mobilité moléculaire, on peut prévoir qu'il sera d'autant plus rapide que la température est élevée, et d'autant plus faible que l'histoire thermique en fin de mise en œuvre aura permis au matériau d'atteindre l'état de stabilité [17]

Le vieillissement physique se traduit par une augmentation de la compacité du réseau macromoléculaire, c'est-à-dire par une réduction du volume libre (volume disponible par les mouvements de segments de macromolécules). La masse volumique augmente, le coefficient de dilatation diminue et le facteur de pertes diélectriques diminue [18]

II.2.2.Fissuration sous contrainte en milieu tensioactif

En milieu tensioactif les polymères sont le siège de fissurations dans les zones les plus contraintes selon la qualité des polymères. Le phénomène de fissuration est lié au développement de forces de tension superficielles à l'interface polymère-liquide. Il dépend de

plusieurs paramètres à savoir la contrainte mécanique, la température et la tension-activité du liquide dont la viscosité détermine la vitesse de pénétration dans les fissures [18]

II.2.3.Chocs thermiques

Lors de brusques variations de températures dans un matériau organique, un gradient de température s'instaure dans l'épaisseur du matériau, d'où une dilatation différentielle apparaît. Les chocs thermiques peuvent entraîner des ruptures mécaniques [19]

II.2.4.Phénomènes de transport

Les phénomènes de transfert de masse font essentiellement appel aux notions de solubilité, de diffusion et de plastification. Le nombre de petites molécules susceptibles de s'installer dans le réseau macromoléculaire, c'est-à-dire leur solubilité dans le polymère, dépend du nombre de sites portés par les macromolécules, capables d'établir des interactions avec elles et donc les retenir. Ces interactions sont essentiellement déterminées par la polarité électrique des groupes en présence. C'est pourquoi les polymères peu polaires ont peu ou pas d'affinités avec la majorité des solvants [18]

Selon qu'il y ait transfert de masse du matériau vers l'environnement ou l'inverse, on peut avoir une pénétration de solvants ou une perte d'adjuvants.

II.2.4.1.Pénétration de solvants :

Si une espèce de faible masse moléculaire (vapeur, liquide) se rencontre dans l'environnement et présente une solubilité non nulle, on constate qu'elle va pénétrer dans le polymère. Le solvant le plus courant est évidemment l'eau, qui peut poser des problèmes parce que les matériaux ne sont pas totalement hydrophobes [20]. Le solvant pénètre dans le polymère selon une loi de diffusion qui peut varier selon le cas étudié. Deux cas se présentent :

- ❖ le solvant n'induit pas de modification de la structure du polymère : sa concentration tend vers une limite correspondant à la saturation (limite de la solubilité), qui dépend dans le cas d'un environnement gazeux, de la pression partielle du solvant dans l'atmosphère.
- ❖ le solvant induit une modification de la structure du polymère ou de sa morphologie (fissuration liée à un gonflement différentiel) : dans ce cas, on peut observer une variation continue de la concentration en solvant.

La pénétration du solvant dans un polymère est influencée par les facteurs suivants :

- ❖ la structure chimique du motif structural élémentaire : c'est elle qui détermine essentiellement l'affinité du polymère pour le solvant considéré.
- ❖ la morphologie : les zones cristallines peuvent être considérées comme imperméables. La solubilité globale décroît donc avec le taux de cristallinité. Dans les polymères amorphes, l'état de gélification, qui détermine la compacité du réseau macromoléculaire, joue également un rôle important.
- ❖ Le taux de réticulation : la pénétration de solvant est d'autant plus aisée que le taux de réticulation est faible. Cette pénétration a pour conséquences, la plastification qui se traduit par une diminution du module d'élasticité, de la contrainte à la rupture, une augmentation de l'allongement à la rupture et la diminution de la température de transition vitreuse [18]

En effet, dans le cas de l'eau, on estime que 1% d'eau diminue cette température de l'ordre de 10 à 20°C (ramollissement du polymère) [20]

II.2.4.2. Perte d'adjuvants

Les polymères contiennent souvent des substances organiques de faible masse moléculaire. Des substances peuvent sous l'effet de la température migrer plus ou moins lentement hors du matériau [21]

La perte de plastifiants par migration peut concerner des quantités relativement importantes, donc affecter de façon non négligeable les propriétés (notamment mécaniques) du matériau.

On observera une diminution de l'allongement à la rupture, une augmentation de la température de transition vitreuse et du module de Young. Dans le cas de stabilisants, c'est la stabilité chimique qui diminuera. Plusieurs mécanismes sont responsables de la migration des adjuvants ; nous pouvons citer l'évaporation et l'extraction :

- **L'évaporation**

Les molécules du plastifiant se trouvant à la surface peuvent passer dans l'atmosphère, d'où l'existence d'un gradient de concentration dans l'épaisseur du matériau. L'apparition de ce gradient entraîne la diffusion du plastifiant de l'intérieur vers la surface. Le mécanisme entraîne la disparition progressive du plastifiant. Lorsque les adjuvants sont de petites molécules, ils sont susceptibles de s'évaporer et de migrer rapidement hors du polymère. La capacité d'évaporation du plastifiant est intimement liée au poids moléculaire de ce dernier [19]

La solubilité des adjuvants dans les polymères constitue un facteur important. La masse molaire de l'adjuvant joue également un rôle majeur dans le phénomène de l'évaporation. En effet, la vitesse de migration et d'évaporation augmente lorsque la masse molaire diminue.

La vitesse de perte de plastifiant dépend essentiellement de l'épaisseur du matériau (la vitesse est inversement proportionnelle à l'épaisseur), de la température (la vitesse augmente quand la température augmente), du confinement de l'atmosphère (la vitesse augmente quand le confinement diminue) et de la structure du plastifiant.

Le phénomène d'évaporation se traduit aussi par une perte de masse.

- **L'extraction**

Les phénomènes d'extraction sont à prendre en compte dans le cas de contact entre un polymère et un milieu liquide. Ici, c'est la stabilité de l'adjuvant dans le liquide qui est susceptible de jouer le rôle le plus important et qui sera en tout cas le premier paramètre à prendre en compte lors du choix des matériaux.

II.3.Vieillessement chimique

On appelle vieillissement chimique tout phénomène impliquant une modification chimique du matériau sous l'influence de l'environnement. Dans la pratique, le vieillissement chimique se superpose souvent à un vieillissement physique et les deux phénomènes s'interfèrent [19]

Les processus chimiques intervenant dans la dégradation des polymères sont nombreux et variés et dépendent bien entendu de la nature des matériaux eux-mêmes. Cependant, quelques formes principales de détériorations sont retrouvées dans la majorité des cas :

II.3.1.Oxydation

La cause principale de dégradation reconnue depuis longtemps est l'oxygène, qui s'attaque à la chaîne hydrocarbonée des polymères en entraînant des scissions ou au contraire des ratifications parasites. Ce processus d'oxydation est lent et a pour conséquences, la formation de produits acides qui augmentent la conductivité, ainsi que la coupure des chaînes qui est responsable d'une diminution de la charge de rupture.

L'oxydation est une réaction en chaîne amorcée par la rupture d'une liaison en radicaux libres. Elle se traduit par l'accumulation des groupes tels que OH et CO. L'oxydabilité des matériaux dépend de la solubilité et de la vitesse de diffusion de l'oxygène dans le matériau, mais surtout de la quantité, de la qualité et de la répartition de l'antioxydant incorporé.

La dégradation thermo-oxydante des polymères est largement dominée par des coupures de chaînes et la formation de groupes polaires tels que : cétones, aldéhydes, alcools et acides. Les coupures de chaînes entraînent la diminution de la viscosité du polymère et les groupes polaires favorisent la mobilité des porteurs de charges.

II.3.2.Réticulation

Le processus de réticulation est caractérisé par la formation de ponts covalents entre les segments de chaînes voisines, qui réduit la souplesse de matériau et son aptitude à l'allongement, ce qui a pour effet de le rendre cassant.

Dans le cas des polymères linéaires de taux de réticulation modérés, la réticulation se traduit par l'apparition de chaînes plus ramifiées et de masse moléculaire plus élevée que les chaînes initiales. Le polymère perd partiellement sa solubilité dans les polymères de taux de réticulation élevés.

Dans le cas des polymères tridimensionnels, la réticulation se traduit par une augmentation de la concentration en nœuds de réseau (diminution de la masse moyenne). Elle s'accompagne d'une diminution du taux de gonflement et une augmentation de la température de transition vitreuse T_v et du module d'élasticité. Les propriétés physiques du matériau sont peu affectées à part la solubilité qui diminue. Au plan des propriétés mécaniques, la réticulation conduit à une augmentation du module d'élasticité, de la contrainte à la rupture et de la température de ramollissement [18]

Dans le cas de polymères initialement linéaires, une réticulation modérée peut également conduire à une augmentation de l'allongement à la rupture. Dans le cas réel de vieillissement, la réticulation est pratiquement toujours accompagnée de coupures de chaînes.

En effet, de nombreux polymères tridimensionnels peuvent subir simultanément des coupures de chaînes et une réticulation dans le cas du vieillissement thermique. Leurs propriétés évoluent alors en fonction de la part prise par chacun des processus. La caractérisation du processus de réticulation dans le cas des polymères tridimensionnels se fait en mesurant leur taux de réticulation ou les grandeurs physiques qui leur sont liées (T_v).

II.3.3.Dépolymérisation

La dépolymérisation est un cas particulier de la réaction de coupure de chaînes. Une coupure de chaîne crée un site actif qui déstabilise la liaison monomère voisine et entraîne l'élimination séquentielle de molécules de monomère. La dépolymérisation est d'autant plus facile que l'énergie de liaison monomère-monomère est faible. Elle intervient de façon plus ou moins importante dans les divers types de dégradation [19]

II.3.4.Coupure de chaînes statistiques

Les coupures de chaînes statistiques se produisent sur des sites distribués de manière aléatoire dans le réseau macromoléculaire. Une grande variété de mécanismes chimiques peut être la cause de coupure statistique des chaînes, citons par exemple l'hydrolyse. Il est

généralement admis que la dégradation d'un polymère commence toujours par une rupture de liaison (scission primaire). Cette coupure résulte d'un apport d'énergie (chimique, mécanique, photo-ou radiochimique, thermique) à la macromolécule ; lorsque cette énergie est concentrée sur une liaison et qu'elle est supérieure à l'énergie de liaison, la rupture est effective. Le mécanisme de coupure de chaînes statistiques dans les polymères fait intervenir la notion de stabilité thermique. En effet, il existe une corrélation entre l'énergie de dissociation des liaisons et la stabilité thermique des polymères (la stabilité étant déterminée par la liaison la plus faible). L'énergie de la liaison la plus faible détermine donc dans une large mesure la stabilité globale.

Sur le plan de la structure, ces coupures de chaînes provoquent une diminution de la masse moléculaire moyenne dans le cas des polymères linéaires et une diminution du taux de réticulation dans le cas des polymères tridimensionnels. Les coupures de chaînes affectent considérablement les propriétés mécaniques du matériau [20]

Chapitre III

**Matériau d'étude et procédures
expérimentales**

Dans ce chapitre, nous présentons le matériau d'étude, suivie d'une description des éprouvettes et du dispositif expérimental ayant permis de réaliser les essais de vieillissement et de caractérisation mécanique

III.1 Matériau d'étude

Le matériau faisant l'objet de cette étude est un mélange de deux élastomères de base : le **NR** et le **SBR**, chargé à 10% en masse de noir de carbone. Il s'agit d'un mélange de caoutchouc délivré par TRECYPLAST-Algérie, sous forme de feuilles dont l'épaisseur est de 2 mm (**figure III-1**). Il est à noter que ce matériau est obtenu par vulcanisation au soufre



Figure III-1 : matériau d'étude.

III.2. Méthodes du vieillissement accéléré :

Les essais d'endurance ou de vieillissement thermique du matériau d'étude ont été effectués dans étuve de type MEMMERT (réaliser au sein de laboratoire SDM, département GM, UMMTO). L'étuve est une enceinte chauffante fonctionnant, dans la majorité des cas, dans l'air et permettant d'effectuer des traitements thermiques à température régulée. La température maximale est de l'ordre de 500°C. Les étuves sont généralement équipées de chauffages électriques. Elles sont pourvues d'un système de ventilation afin de rendre la température la plus homogène possible.

Dans notre cas, nous avons déposé les échantillons dans l'étuve d'une manière à ce qu'au moment de leur prélèvement on évite une diminution de température de maintien (Figure III-2).

Les caractéristiques du traitement sont les suivantes :

- 1) La vitesse de chauffage est de l'ordre $2^{\circ}\text{C}/\text{Mn}$.
- 2) Le maintien de différents échantillons pendant différentes durées (6j, 12j et 18j) à 90°C , 120°C et 150°C .
- 3) Pour tous ces traitements nous avons effectuées un refroidissement à l'air.



Figure III-2 : Etuve de type MEMMERT.

III.3. Caractérisation mécanique :

III.3.1 La dureté shore :

Ces essais ont pour objet de mesurer la dureté de l'élastomère.

La dureté Shore, qui est une constante de matériau applicable à certaines matières plastiques et élastomères, est définie dans les normes DIN 53505 et DIN EN ISO 868. Le testeur de dureté Shore est constitué d'un pénétrateur chargé par ressort, dont la profondeur de pénétration élastique constitue la mesure de la dureté Shore du matériau. Cette dureté est mesurée sur une échelle de 0 à 100. Plus le nombre est élevé, plus le matériau est dur.

Selon la norme (ISO 868, DIN 53 505), la dureté shore (A) est essentiellement destinée aux élastomères. Elle consiste à mesurer en un point donné de l'éprouvette la valeur de la dureté surfacique, à l'aide d'une aiguille à la pointe non émoussée formant un angle de 30° . Ces mesures sont effectuées en utilisant un duromètre shore (A). Les mesures directes de la dureté sont faites sur toutes les éprouvettes vierges et vieillis thermiquement.



Figure III-3 : Duro-mètre (Shore A).

III.3.2 L'essai de traction :

L'essai de traction est un essai fondamental qui permet de déterminer le comportement élastique d'un matériau, et de mesurer le degré de résistance à la rupture d'un matériau. Et ce dans un état de contrainte uniaxiale. Il sert à déterminer les principales caractéristiques usuelles telles que le module de Young, E , ou module d'élasticité longitudinale, la limite d'élasticité, la résistance à la traction, la contrainte et l'allongement à la rupture.

Eprouvettes utilisées :

Aussi bien pour caractériser le comportement macroscopique du matériau d'étude. Une éprouvette est soumise à un effort de traction, et cela généralement jusqu'à la rupture.

Les éprouvettes utilisées sont d'une géométrie bien définie (**Figure III-4**), ce sont des éprouvettes de traction, appelé haltères (H_2). Elles sont découpées à partir de la plaque selon les dimensions recommandées par la norme ASTM D638. Cette éprouvette est choisie en fonction de l'épaisseur de la feuille obtenue et le matériau utilisé, a rappelé que le matériau d'étude est délivré sous forme de feuilles d'épaisseur de 2mm (**Figure III-1**).

La géométrie de cette dernière permet de localiser les déformations au centre de l'éprouvette et évite ainsi la rupture dans les mors de la machine.

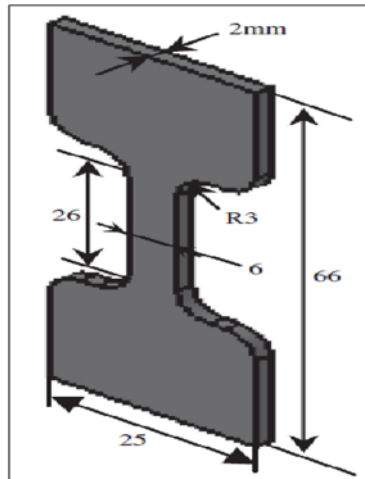


Figure III-4 : Géométrie de l'éprouvette de traction (haltère).

Réalisation de l'essai de traction :

Pour étudier les propriétés mécaniques du matériau on a recours à l'étude de son comportement et sa réponse aux sollicitations lors de la traction. Pour cet essai, on a opté pour un nombre de trois (03) éprouvettes pour chaque condition, pour une déformation à température ambiante et un avancement de 10mm /min.

Machine de traction

Les essais de traction uniaxiale sont réalisés sur une machine de marque ZWICK / Roell/ Z010, de capacité de 10 KN (capteur de force). Elle est pilotée par un ordinateur en temps réel qui permet l'acquisition des données et leur traitement rapide à l'aide d'un logiciel.



Figure III-5 : Machine de traction ZWICK/Z010.

Chapitre IV

**Résultats expérimentaux et
discussions**

Ce chapitre est consacré à la caractérisation de comportement mécanique de l'élastomère étudié ainsi que les mesures de dureté et les effets de vieillissements thermique à différentes durées et à différentes températures

IV. Composition chimique

Le matériau faisant l'objet de cette est un mélange de deux élastomères de base : le **NR** et le **SBR**, chargé à 10% en masse de noir de carbone. Il s'agit d'un mélange de caoutchouc délivré par TRECYPLAST-Algérie, sous forme de feuilles dont l'épaisseur est de 2 mm. Il est à noter que ce matériau est obtenu par vulcanisation au soufre.

La formulation chimique détaillée de matériau d'étude est présentée dans le tableau IV.1.

Composition	(%)
NR	36.30
SBR	13.31
Noir de carbone	10
Oxyde de zinc	2
Acide stérique	0.7
Soufre	2
CBS	1.7
Autres	33.99

Tableau IV.1 : composition chimique de matériau d'étude.

IV.2. Vieillissement thermique accéléré

- ❖ Un vieillissement de 90 °C est accompli pour une durée de 6, 12, 21 et 31 jours, respectivement.
- ❖ La deuxième température sélectionnée est 120 °C pour la durée de l'exposition à la chaleur de 6, 12 et 18 jours, respectivement.
- ❖ Un troisième vieillissement à 150°C pour des durées de 6,12 et 18 jours est également effectué.

IV.3. Essai de traction à l'état non vieilli

Des essais de traction uni-axiale sont réalisés sur des éprouvettes non vieilli (NV) afin de déterminer les caractéristiques ultimes du matériau à l'état vierge. La figure IV.1 représente l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation à l'état vulcanisé du notre matériau d'étude.

Pour les cinq échantillons, les courbes de contrainte se superposent ce qui indique une reproductibilité plutôt bonne. Suivant le cas traité, une dispersion des contraintes et déformations à la rupture peut être observées. Ces caractéristiques sont résumées dans le Tableaux IV.2

Echantillons	01	02	03	04	05	moyenne	Ecart type moyen
σ_{rup} (MPa)	7,131	7,188	6,597	5,238	6,969	6,54	0,57
ϵ_{rup} (%)	150,23	129,23	154,91	145,69	193,18	157,10	15,53

Tableau IV.2 : Caractéristiques du matériau non vieilli

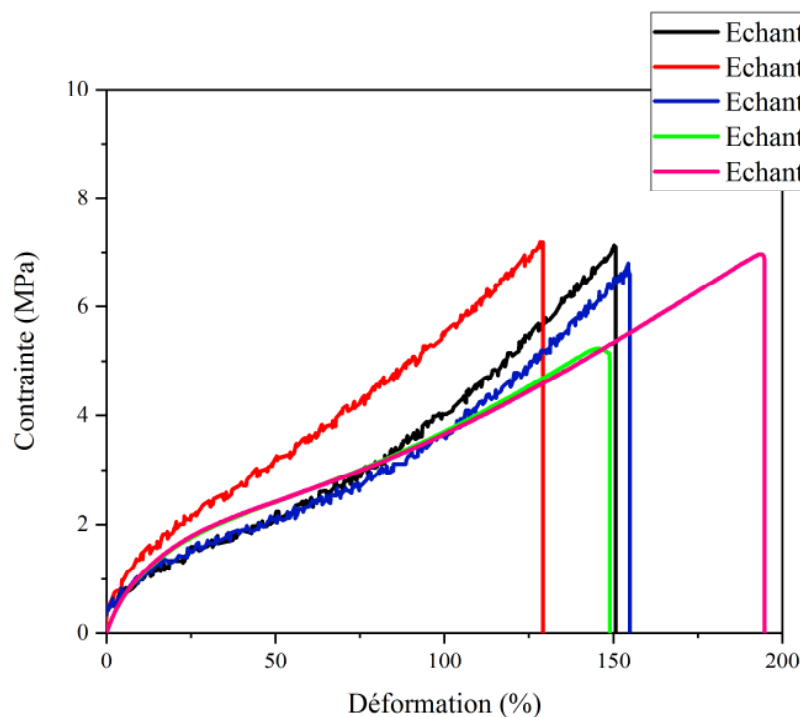


Figure IV.1. Evolution de la contrainte en fonction de la déformation des cinq échantillons à l'état non vieilli (NV).

IV. 4. Essai de traction vieilli à 90°C

La figure IV. 2 représente l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation du matériau d'étude vieilli à 90 °C durant 6, 12, 21 et 31 jours, respectivement.

Le tableau IV.3 résume les valeurs de la contrainte à la rupture et la déformation à la rupture pour les quatre cas traités.

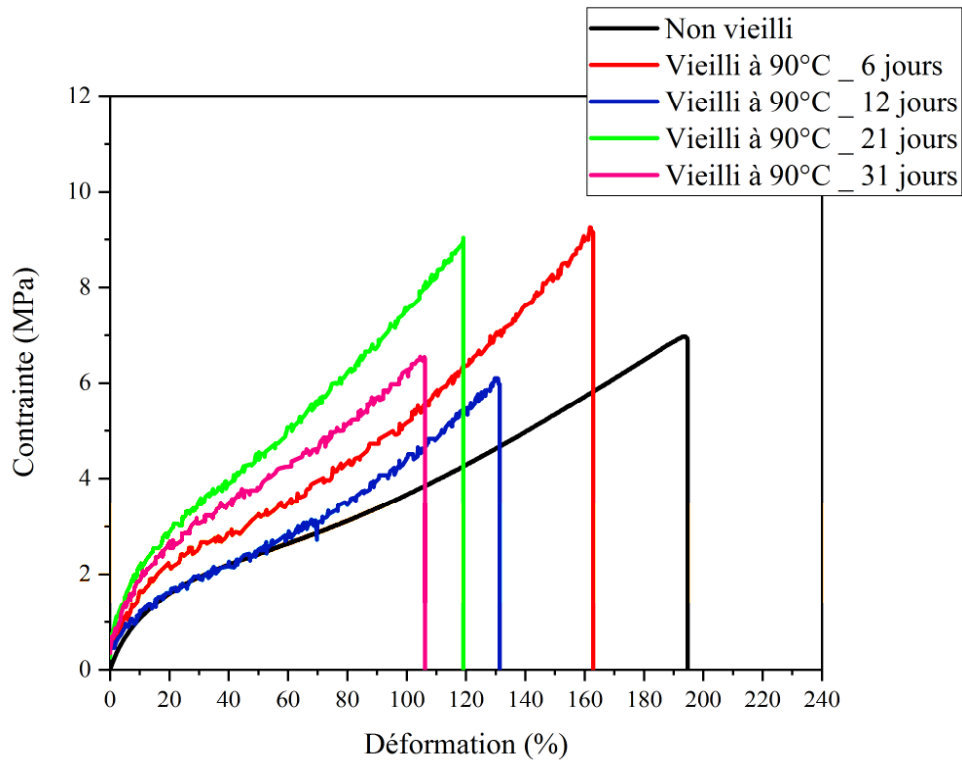


Figure IV. 2. Evolution de la contrainte en fonction de la déformation du matériau non vieilli et vieilli à 90°C.

Echantillons vieilli à 90 °C	Durée du vieillissement (Jours)			
	06	12	21	31
σ_{rup} (MPa)	8,10	5,97	8,00	6,92
ϵ_{rup} (%)	169,36	131,54	116,64	111,38

Tableau IV.3 : Caractéristiques mécaniques du matériau vieilli à 90°C

IV.4 Essai de traction vieilli à 120 °C

La figure IV.3 représente l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation du matériau d'étude vieilli à 120 °C durant 6, 12 et 18 jours, respectivement.

Le tableau IV.4 résume les valeurs de la contrainte à la rupture et la déformation à la rupture pour les quatre cas traités.

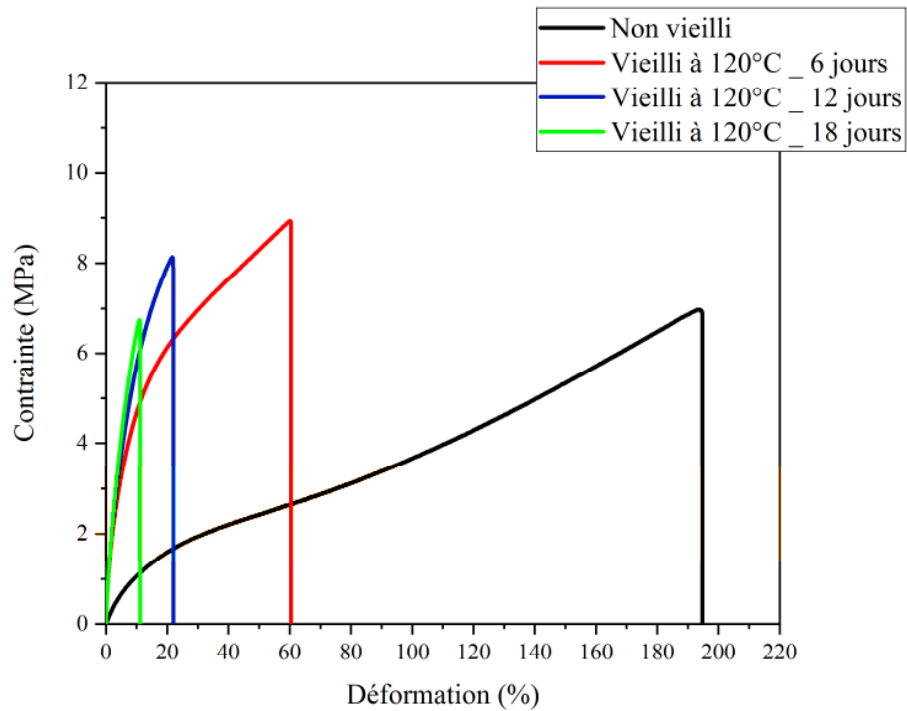


Figure IV.3. Evolution de la contrainte en fonction de la déformation du matériau non vieilli et vieilli à 120°C.

Echantillons vieillis à 120 °C	Durée du vieillissement (Jours)		
	06	12	18
σ_{rup} (MPa)	8,42	7,34	6,74
ϵ_{rup}(%)	67,02	20,44	11,03

Tableau IV.4 : Caractéristiques mécaniques du matériau vieilli à 120°C

IV.5 Comparaison des résultats obtenus

Pour mieux visualiser le comportement du matériau d'étude sous vieillissement thermique, on trace l'évolution de la contrainte à la rupture et la déformation à la rupture en fonction des différentes conditions de vieillissement (Figures IV.4 et IV.5).

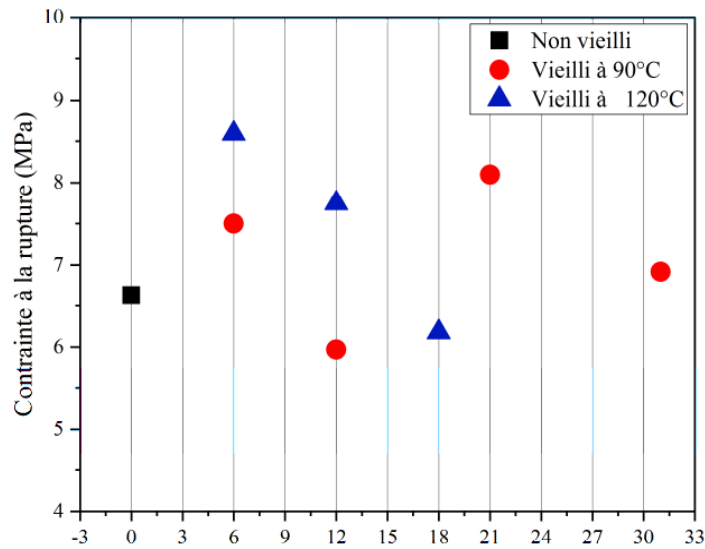


Figure IV.4.Évolution de la contrainte à la rupture en fonction des différentes conditions de vieillissement.

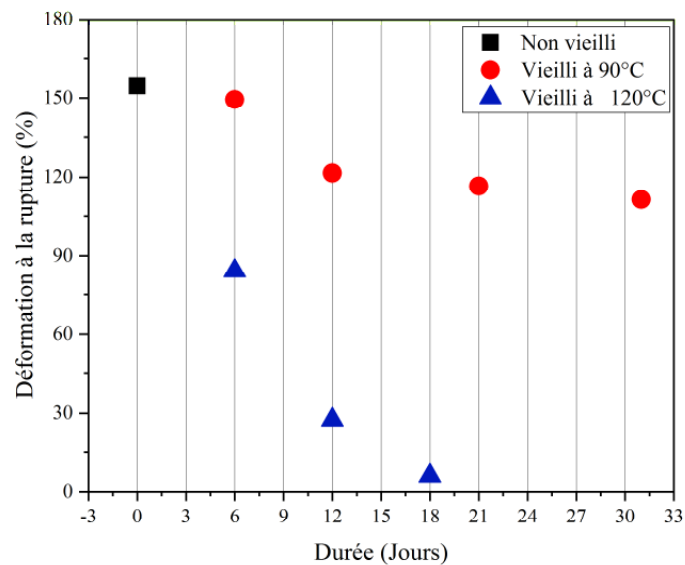


Figure IV.5.Évolution de la déformation à la rupture en fonction des différentes conditions de vieillissement.

Les courbes obtenues exhibent une allure similaire où le comportement du matériau vierge est hyper élastique non linéaire et souple se transformant au fur et à mesure sous l'influence du vieillissement en un comportement hyper élastique linéaire et relativement rigide. Deux domaines peuvent alors être distingués : (i) une zone d'adoucissement aux déformations intermédiaires où l'évolution est linéaire permettant ainsi de calculer le module élastique, et (ii) une zone du durcissement. Egalement, nous observons que les propriétés mécaniques du matériau diminuent lorsque le temps et la température subi par l'éprouvette augmente. Nous pouvons déduire que l'effet du vieillissement thermique est le même pour les différentes plages de température.

A 90°C, les caractéristiques de contraintes et d'allongement à la rupture évoluent peu pour les températures et les différentes durées de vieillissement par rapport à l'état non vieilli. D'ailleurs la contrainte à la rupture est presque la même 6.54 MPa pour NV et 6.92 MPa pour un vieillissement à 90°C pendant 31jours. L'allongement à la rupture passe de 157.10% à 111.38% pour un vieillissement à 90°C pendant 31jours.

Pour la température 120°C, la contrainte à la rupture évolue peu et cela pour les différentes durées. Par contre l'allongement à la rupture chute d'une manière spectaculaire il passe de 157.10 % à l'état non vieilli à 11.03% à 120°C pendant 18 jours.

Les résultats obtenus mettant en reliefs les effets du vieillissement thermique, se manifeste par une diminution de la contrainte et de l'allongement à la rupture lorsque les conditions thermiques deviennent sévères. Ceci est dû probablement à une densité de réticulation élevée ce qui provoque une chaîne moléculaire plus étroite entraînant un accroissement des forces intermoléculaire [20]

IV.6 Essai de dureté

Le Tableau IV.5 résume les valeurs de la dureté Shore A mesurée. Il s'agit d'une dureté surfacique

Température	NV	90°C	120°C
6 jours	65	70	75
12 jours		70	75
18 jours		70	75

Tableau IV. 5 : Valeurs de la dureté Shore A

A travers les résultats obtenus, on remarque que la dureté est d'autant plus grande lorsque les conditions du vieillissement deviennent sévères. Les changements de dureté mettent en évidence une corrélation entre apparition de produits carbonés et durcissement du matériau au cours du processus de thermo-oxydation [22]. Une augmentation qui se traduit

par la rigidification suite à une forte réticulation du matériau et la formation des produits oxygénés (produit d'oxydation) surtout en surface (plus d'exposition à l'oxygène et la chaleur), donnant naissance à une fine couche d'oxydation dont l'épaisseur dépend fortement de la sévérité des conditions du vieillissement et qui pilote de façon très significative le comportement global du matériau.

Conclusion générale

Conclusion générale

Dans cette étude, l'impact des conditions du vieillissement sur les propriétés mécaniques d'un élastomère d'étanchéité est étudié. En particulier, l'effet de la température et le temps de l'exposition à la chaleur sont recherchés. Des mesures de dureté, des essais de traction ont été réalisés sur des éprouvettes vierges et vieilles thermiquement à différentes conditions du vieillissement. En effet, le prolongement du vieillissement pour des durées et des températures élevées entraînent une dégradation des propriétés mécaniques

Les résultats des essais de traction, nous ont permis de constater que les conditions du vieillissement influent considérablement sur le comportement mécanique du matériau. En effet, une décroissance de la contrainte et de l'allongement à la rupture, suivant la sévérité du vieillissement, est enregistrée. De même, une augmentation de la dureté surfacique est observée.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

- [1] **J.-M. HAUDIN** *Chapitre IV : Elaboration des polymères.*
- [2] **Dr.Gilles** *Chimie des matériaux.*, s.l., Ecole industrielle et commerciale de la ville de Namur, 3e édition , 07/01/2005.
- [3] *Polymère" Microsoft ® Encarta ® 2007. [CD].Microsoft Corporation.*
- [4] **P.WEISS** *La chimie des polymères.* s.l., Société Francophone de Biomatériaux Dentaires- © Université Médicale Virtuelle Francophone -, 2009-2010.
- [5] **S. Jouenne** *Thèse de Doctorat ; option chimie et physicochimie des polymères;*, s.l., Université Pierre et Marie Curie, paris, 2005.
- [6] *"Différents types de matières plastiques" Rapport, Disponible sur :[http// : cap-sciences.net/upload/differents_plastiques](http://cap-sciences.net/upload/differents_plastiques).*
- [7] *" Aucun titre de diapositive " Disponible sur :[http://:www.civil.usherbrooke.Ca/cours/gci116/notes_cours/5.2polymères.pp6](http://www.civil.usherbrooke.Ca/cours/gci116/notes_cours/5.2polymères.pp6).*
- [8] **M. FontanilleP.Vairon** *Polymérisation;*, s.l., Techniques de l'ingénieur, Traité plastiqueset composites; (A3 040).
- [9] **A.Seyni** *«Propriétés physico-chimiques et d'usage de matériaux composites à chargé dégradables produits par co-broyage», thèse de doctorat en Génie des Procédés et Environnement.* s.l., université de toulouse, 2008.
- [10] **Gottfried W Ehrenstein et Fabienne Montagne** *Matériaux polymères structure, propriétés et applications.* s.l., HERMES science Publication paris, 2000.
- [11] **Cheymol et col** *Mise en oeuvre des élastomères.* s.l., Hermès – Lavoisier,, 2006, Vol. 1.
- [12] **Vincent LE SAUX** , *Thèse de doctorat « FATIGUE ET VIEILLISSEMENT DES ELASTOMERES EN ENVIRONNEMENTS MARIN ET THERMIQUE »*, Université de Bretagne Occidentale, 27 octobre 2010.
- [13] <https://www.technologuepro.com/cours-proprietes-des-matériaux/>. *Structures et comportement des polymères.* Technologue pro.
- [14] *archive matériaux (A 7705).*s.l., Techniques de l'ingénieur.
- [15] **S.CHAUFFAILLE.** (24 Mars 2011). *DURABILITE DES ASSEMBLAGES COLLES : ASPECTS MECANIQUES ET PHYSICO-CHIMIQUES.* L'UNIVERSITÉ BORDEAUX I.
- [16] **P.Paloniemi.** (février 1981). *Théorie de l'égalisation des processus de vieillissement thermique de l'isolation électrique des matériaux dans les tests d'endurance thermique* (éd. Trans on. Elect, Vol. EI-16). IEEE.

Références bibliographiques

- [17] Y.Mecheri. (2008). *Thèse de Doctorat, Influence du mode de vieillissement thermique sur les propriétés du polyethylene réticulé chimiquement utilisé dans l'isolation des câbles moyenne tension*. ENP.
- [18] J.Verdu. (1984). *Vieillissement des plastiques* (éd. Eyrolles). Paris: Afnor technique.
- [19] J.Verdu. (1980). *Vieillissement physique*. Techniques de l'ingénieur.
- [20] J.Verdu. (2000). *Effet du vieillissement sur les propriétés mécaniques* (éd. Echanges physique- Industrie). EDP Sciences.
- [21] J.Verdu. (1980). *Comportement à long terme*. Techniques de l'ingénieur
- [22] G. Mertz, Evolution des propriétés physico-chimiques et mécaniques de composites à base caoutchoucs lors du photo-vieillissement, Thèse de doctorat, INPL, France, 2011.