

Compactage dans la mise en forme des polymères semi-cristallins : critère de non écoulement et cinétique de cristallisation

M. Vincent^a, V. Hondros, J.-M. Haudin^a, L. Freire^a, S.A.E. Boyer^a,
V. Royer^b, G. François^b, L. Ville^b

^a MINES ParisTech, CEMEF, UMR CNRS 7635, Sophia Antipolis, France

^b Transvalor SA, Sophia Antipolis - Mougins, France

Résumé

Lors de la cristallisation de thermoplastiques se produit un retrait du matériau qui, pour le procédé d'injection moulage, peut être contré en imposant un écoulement compressible sous pression. Cet écoulement est actif tant que le polymère n'est pas cristallisé. On se doit donc de s'intéresser aux couplages cristallisation-pression-thermique. Cette approche permet de corréliser le critère de non-écoulement à un critère de cristallisation. Cette identification est testée avec succès avec le logiciel Rem3D.

Introduction

Au cours de l'étape de compactage dans le procédé d'injection moulage de thermoplastiques, un écoulement compressible sous pression imposée permet de contrer l'effet du retrait thermique [1]. Les courbes PVT (Pression-Volume-Température) sont des données importantes pour la simulation numérique de ce flux. Ces données PVT sont généralement obtenues en mesurant le changement de volume d'une masse donnée de matière à pression constante et à une vitesse de refroidissement généralement beaucoup plus faible que dans le processus [2]. De par cette différence en vitesse de refroidissement, la forte diminution du volume à la cristallisation peut ne pas être correctement capturée. Un deuxième problème concerne la prédiction de la couche solidifiée qui croît en contact avec les parois du moule jusqu'à une solidification totale.

Pour aborder ces deux problèmes, cette étude propose de caractériser la cinétique de cristallisation d'un polymère 'modèle' 1) à la pression atmosphérique jusqu'à une vitesse de refroidissement de 100 °C/min par DSC [3], et 2) de façon originale sous pression jusqu'à 900 bar en condition isotherme en mettant en œuvre la cellule CRISTAPRESS [4]. Le critère de non-écoulement, au lieu d'utiliser une température de non-écoulement, s'identifie à la cristallinité. Cette identification est testée avec le logiciel Rem3D [5].

Caractérisation des données clefs

Le polymère considéré est un polypropylène isotactique (iPP), un grade d'injection-moulage de référence PPH 9081 (TOTAL, France). Le comportement rhéologique a été étudié par mesure plan-plan (ARES, TA Instruments) en fréquence aux températures de 170 à 220°C. Les données PVT sont issues de la base de données de Rem3D

[5]. Sous pression atmosphérique, les cinétiques de cristallisation non-isotherme sont suivies *in-situ* par Calorimétrie à Balayage Différentiel à compensation de puissance (DSC Perkin Elmer 8500) pour des vitesses de refroidissement de 5 à 100 °C/min. Sous pression élevée, les cinétiques de cristallisation isotherme ont été conduites *in-situ* et de façon originale avec le prototype CRISTAPRESS pour des pressions atteignant 900 bar.

Résultats et Discussions

Les cinétiques de cristallisation (en condition non-isotherme sous pression atmosphérique) sont modélisées via la théorie d'Ozawa et les cinétiques de cristallisation (en condition isotherme sous haute pression) via une fonction dépendante de la pression. La Figure 1 représente l'évolution de la température de cristallisation en condition non-isotherme à différentes pressions.

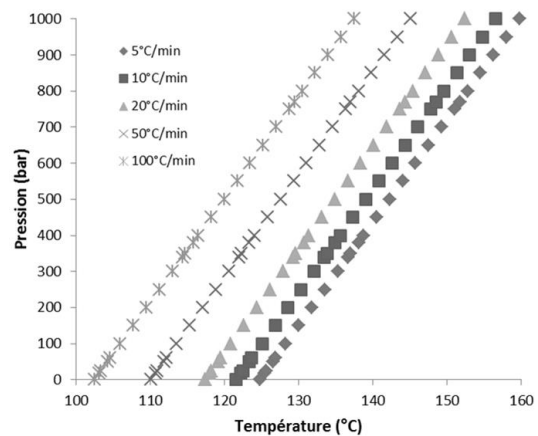


Figure 1. Température de cristallisation sous influence de refroidissement et de pression.

Pour comprendre les conditions de cristallisation, un exemple de simulation numérique est sélectionné à 650 bar en pression de compactage et pour un temps procédé de 2,5 s, la pièce injectée est une plaque de 170x70x2 mm. La Figure 2 représente les évolutions de la température et de la vitesse d'écoulement prises le long de l'épaisseur (2 mm) de la plaque injectée. Sur les bords, le polymère cristallise rapidement (zone de cristallisation, ZC) se traduisant par une vitesse d'écoulement quasiment nulle. Dans l'épaisseur, la température est telle que le polymère demeure en phase liquide, permettant ainsi un écoulement de matière avec un maxima au point le plus chaud.

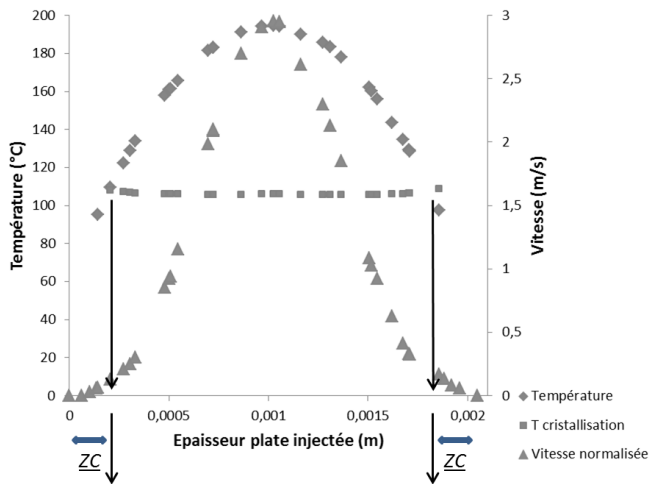


Figure 2. Température de cristallisation et vitesse d'écoulement le long de l'épaisseur d'une plaque injectée. Le temps d'injection sélectionné est de 2,5 s. La vitesse normalisée est la vitesse divisée par la moyenne de la vitesse le long de la plaque.

De la même façon, nous observons que lorsque la température de la plaque descend en-dessous de la température de cristallisation, la viscosité calculée à partir des mesures de rhéologie montre une forte augmentation.

Ces résultats permettent de corréler le critère de non-écoulement au critère de cristallisation du polymère.

Remerciements

Le projet CRISTAPRESS a été soutenu par le Conseil Général des Alpes-Maritimes, la Région Provence-Alpes-Côte d'Azur et Mines ParisTech.

Références

- [1] J.F. Agassant, P. Avenas, J.P. Sergent, B. Vergnes, M. Vincent, Mise en forme des polymères. Lavoisier (4ème Edition) 2014.
- [2] J. Wang, Some critical issues for injection molding, J. Wang, Intech, 2012.
- [3] S.A.E. Boyer, P. Robinson, P. Ganet, J.P. Melis, J.-M. Haudin, J. Appl. Polym. Sci., 2012, 125, 4219-32.
- [4] S.A.E. Boyer, F.E.J. Fournier, C.A. Gandin, J.-M. Haudin, Rev. Sci. Instrum., 2014, 85, 01339061-8 / 0299021.
- [5] Rem3D, Transvalor. Site : <https://www.transvalor.com/fr/cmspages/rem3d.7.html> .