

UNIVERSITE DU QUEBEC A CHICOUTIMI

MEMOIRE

PRESENTE A

L'UNIVERSITE DU QUEBEC A CHICOUTIMI

COMME EXIGENCE PARTIELLE

DE LA MAITRISE EN RESSOURCE ET SYSTEME

PAR

Marcel Riou

ETUDE DE L'EFFET DES COLORANTS

SUR LES PROPRIETES D'UN THERMOPLASTIQUE

VOLUME 1

DECEMBRE 1987



Mise en garde/Advice

Afin de rendre accessible au plus grand nombre le résultat des travaux de recherche menés par ses étudiants gradués et dans l'esprit des règles qui régissent le dépôt et la diffusion des mémoires et thèses produits dans cette Institution, **l'Université du Québec à Chicoutimi (UQAC)** est fière de rendre accessible une version complète et gratuite de cette œuvre.

Motivated by a desire to make the results of its graduate students' research accessible to all, and in accordance with the rules governing the acceptance and diffusion of dissertations and theses in this Institution, the **Université du Québec à Chicoutimi (UQAC)** is proud to make a complete version of this work available at no cost to the reader.

L'auteur conserve néanmoins la propriété du droit d'auteur qui protège ce mémoire ou cette thèse. Ni le mémoire ou la thèse ni des extraits substantiels de ceux-ci ne peuvent être imprimés ou autrement reproduits sans son autorisation.

The author retains ownership of the copyright of this dissertation or thesis. Neither the dissertation or thesis, nor substantial extracts from it, may be printed or otherwise reproduced without the author's permission.

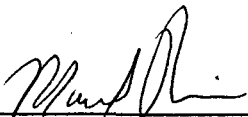
RESUME

L'industrie du moulage par injection utilise de plus en plus de colorants lors de la fabrication de ses produits. Cependant, l'industriel fait face à de nouveaux problèmes: la perte de productivité, l'augmentation du taux de rejet et la baisse de qualité du produit.

Chacun de ces points nous amène à vérifier l'impact de 20 colorants sur certaines propriétés de la matière. Le choix des colorants et propriétés a été effectué en collaboration avec deux partenaires industriels. Nous voulons répondre à leurs besoins premiers en vérifiant s'il existe un lien entre la couleur d'une pièce et ses effets sur les propriétés étudiées soient: l'indice de fluidité, la densité, la contrainte au seuil bas et haut, la contrainte et le pourcentage d'élongation à la rupture et le retrait.

Le deuxième objectif est de rechercher s'il existe une relation entre les propriétés du polyéthylène haute densité et la composition du colorant utilisé. Pour ce faire nous étudions 10 pigments à diverses concentrations et recherchons la corrélation qui existe entre la variation des propriétés et la variation de la concentration des pigments. Nous obtenons un modèle mathématique pour chacune des propriétés basé sur la concentration des pigments.

Connaissant la composition exacte des concentrés étudiés (20 couleurs) nous validons les modèles développés avec ces formulations. Nous trouvons ainsi qu'il n'existe pas de lien entre les couleurs d'un produit et ses répercussions sur les propriétés étudiées.



M. Marcel Riou, ing.
Etudiant



M. André Charette, ing.
Directeur de thèse

TABLE DES MATIERES

VOLUME 1

RESUME.....	i
TABLE DES MATIERES.....	ii
LISTE DES FIGURES.....	vi
LISTE DES GRAPHIQUES.....	viii
LISTE DES PHOTOS.....	x
LISTE DES TABLEAUX (TEXTE).....	xii
BIBLIOGRAPHIE.....	xvii
REMERCIEMENTS.....	xix
INTRODUCTION.....	1
CHAPITRE 1 - PROBLEMATIQUE.....	4
1.1 Le moulage par injection.....	6
1.2 Configuration d'une presse à injection.....	6
1.3 Le cycle d'injection.....	9
1.4 Les paramètres de moulage.....	13
1.5 Les colorants, généralités.....	18
1.6 Composition et type de colorant.....	20
1.7 Problématique de la coloration.....	25
1.8 Recherche actuelle sur les colorants.....	39

CHAPITRE 2 -	STRATEGIE.....	43
2.1	Entente Université-Industrie.....	44
2.2	Les objectifs.....	45
2.3.	Les propriétés étudiées.....	46
2.4	Le matériau étudié.....	50
2.5	Choix des colorants.....	51
2.6	Les pigments étudiés.....	53
CHAPITRE 3 -	PHASE EXPERIMENTALE.....	68
3.1	Moulage des échantillons.....	68
3.2	Moulage des plaques pour l'évaluation du retrait...	107
3.3	Indice de fluidité.....	134
3.4	Densité.....	144
3.5	Essai de traction.....	150
3.6	Résistance à l'impact.....	164
3.7.	Retrait.....	176
CHAPITRE 4 -	MODELISATION.....	205
4.1	Etapas de la modélisation.....	208
4.2	Indice de fluidité.....	212
4.3	Densité.....	215
4.4	Contraintes au seuil haut.....	218
4.5	Contraintes au seuil bas.....	221
4.6	Contraintes de rupture et pourcentage d'élongation.	224
4.7	Résistance à l'impact.....	224
4.8	Retrait longitudinal.....	225
4.9	Retrait transversal (largeur 1).....	231
4.10	Retrait transversal (largeur 2).....	233

4.11	Retrait transversal (largeur 3).....	236
4.12	Retrait transversal (épaisseur 1).....	240
4.13	Retrait transversal (épaisseur 2).....	243
4.14	Retrait transversal (épaisseur 3).....	248
4.15	Poids.....	248
RECOMMANDATIONS		250
CONCLUSION.....		252

VOLUME 2

LISTE DES TABLEAUX (APPENDICES).....	i
APPENDICE A	1
APPENDICE B	6
APPENDICE C	22
APPENDICE D	38
APPENDICE E	46
APPENDICE F	55
APPENDICE G	63
APPENDICE H	71
APPENDICE I	79
APPENDICE J	87
APPENDICE K	102
APPENDICE L	117
APPENDICE M	132
APPENDICE N	147

APPENDICE O	162
APPENDICE P	177
APPENDICE Q	192
APPENDICE R	207
APPENDICE S	222
APPENDICE T	235
APPENDICE U	239
APPENDICE V	255
APPENDICE W	262
APPENDICE X	272
APPENDICE Y	288
APPENDICE Z	301
APPENDICE AA.....	326
APPENDICE BB.....	336
APPENDICE CC.....	340
APPENDICE DD.....	350
APPENDICE EE.....	375

LISTE DES FIGURES

	Page
Figure I : Représentation d'un dispositif de fermeture mécanique d'une presse à injection telle qu'utilisée dans le cadre du projet	5
Figure II : Coupe de l'unité d'injection	7
Figure III : Schéma d'une presse à injection telle qu'utilisée lors du projet	8
Figure IV : Principales étapes du cycle d'injection	11
Figure V : Presse à injection aux cinq principales étapes du cycle d'injection	12
Figure VI : Schéma de la structure moléculaire du polyéthylène haute densité.	49
Figure VII : Schéma de la formule chimique du pigment 10.	58
Figure VIII : Schéma de la formule chimique du pigment 12.	60
Figure IX : Schéma de la formule chimique du pigment 14.	62
Figure X : Schéma de la formule chimique du pigment 18.	63
Figure XI : Schéma de la formule chimique du pigment 20.	65
Figure XII : Schéma de la partie mobile du moule, montrant la position du capteur de pression dans la cavité 2 et les circuits réfrigérants 1 et 2.	71
Figure XIII : Coupe schématique du moule démontrant la position du capteur de pression et la localisation des circuits réfrigérants 1 à 4.	72
Figure XIV : Schéma des zones de chauffage du fourreau de la presse à injection.	76
Figure XV : Schéma de contrôle par la pression hydraulique lors du moulage des échantillons pour l'évaluations des propriétés.	79
Figure XVI : Localisation du thermocouple dans la buse de la presse.	84

Figure XVII	: Plan d'opération pour le moulage des échantillons avec pigments à diverses concentrations.	88
Figure XVIII	: Plan d'opération pour le moulage des échantillons avec les concentrés 01 à 20.	92
Figure XIX	: Schéma de la partie mobile du moule, montrant la position des capteurs de pression, des thermocouples et des circuits réfrigérants 1 et 2.	108
Figure XX	: Coupe schématique du moule, montrant la position d'un capteur de pression, d'un thermocouple et des circuits réfrigérants.	109
Figure XXI	: Schéma de contrôle par la pression dans l'empreinte lors du moulage des plaques pour l'évaluation du retrait.	116
Figure XXII	: Graphique représentant la pression hydraulique et la pression dans l'empreinte en fonction de la course du piston pour le mode de contrôle par la pression dans l'empreinte.	117
Figure XXIII	: Coupe du piston et du cylindre de l'appareil pour évaluer l'indice de fluidité.	136
Figure XXIV	: Tolérance permise pour les dimensions du cylindre et du piston d'un appareil pour évaluer l'indice de fluidité.	137
Figure XXV	: Dimensions de l'éprouvette type IV pour l'essai de traction tel que décrit par la norme D638.	152
Figure XXVI	: Tolérances de la pointe du marteau et des supports de l'échantillon.	166
Figure XXVII	: Les dimensions et les tolérances pour les éprouvettes servant à évaluer la résistance à l'impact.	167
Figure XXVIII	: Visualisation des points de prise de mesure pour la plaque.	175
Figure XXIX	: Matrice servant à définir le modèle mathématique pour l'indice de fluidité.	207

LISTE DES GRAPHIQUES

	Page
Graphique I : Paramètres de moulage enregistrés avec l'oscilloscope.	82
Graphique II : Valeurs de l'indice de fluidité moyenne pour tous les mélanges avec concentrés.	143
Graphique III : Valeurs de la densité moyenne pour tous les mélanges avec concentrés	149
Graphique IV : Courbe de traction d'une éprouvette de type IV	154
Graphique V : Valeurs de la contrainte au seuil haut moyenne pour tous les mélanges avec concentrés	157
Graphique VI : Valeurs de la contrainte au seuil bas moyenne pour tous les mélanges avec concentrés	159
Graphique VII : Valeurs de la contrainte à la rupture moyenne pour tous les mélanges avec concentrés	161
Graphique VIII : Valeurs du pourcentage d'élongation à la rupture moyen pour tous les mélanges avec concentrés	163
Graphique IX : Valeurs moyennes de la résistance à l'impact pour tous les mélanges avec concentrés.	173
Graphique X : Valeurs moyennes de la longueur pour toutes les plaques moulées avec des concentrés.	179
Graphique XI : Valeurs moyennes de la largeur 1 pour toutes les plaques moulées avec des concentrés.	183
Graphique XII : Valeurs moyennes de la largeur 2 pour toutes les plaques moulées avec des concentrés.	189
Graphique XIII : Valeurs moyennes de la largeur 3 pour toutes les plaques moulées avec des concentrés.	192
Graphique XIV : Valeurs moyennes de l'épaisseur 1 pour toutes les plaques moulées avec des concentrés.	193
Graphique XV : Valeurs moyennes de l'épaisseur 2 pour toutes les plaques moulées avec des concentrés.	196

Graphique XVI : Valeurs moyennes de l'épaisseur 2 pour toutes les plaques moulées avec des concentrés.	199
Graphique XVII : Valeurs moyennes du poids pour toutes les plaques moulées avec des concentrés.	203

LISTE DES PHOTOS

	Page
Photo I : Installation mécanique servant à incorporer les colorants en poudre (pigments) aux matières plastiques.	22
Photo II : Système de mélange de colorant sous forme de mélange maître (concentré).	24
Photo III : Visualisation du gauchissement pour un même type de produit dont le diamètre est différent.	27
Photo IV : Visualisation du changement de couleur d'une plaquette.	29
Photo V : Visualisation de points noirs sur un seau provenant d'une réaction chimique entre les anti-statiques contenus dans la résine et un pigment composant le concentré.	31
Photo VI : Gauchissement d'un couvercle fabriqué aux mêmes conditions de mise en oeuvre mais avec des colorants différents	33
Photo VII : La dégradation thermique d'un concentré lors du moulage d'une caisse à lait.	35
Photo VIII : Plaquettes moulées à différentes températures. On y observe la dégradation thermique.	36
Photo IX : Plaquette moulées à différentes températures. Il y a dégradation thermique comme sur la photo VIII.	37
Photo X : Moule servant à la fabrication des éprouvettes pour l'évaluation des propriétés mécaniques.	69
Photo XI : Echantillon des éprouvettes moulées.	70
Photo XII : Contrôleur de procédé en boucle fermé (HUNKAR).	77
Photo XIII : Système de cueillette de données statistiques concernant les paramètres de moulage.	81
Photo XIV : Contrôleur de température du réfrigérant.	85

Photo XV	: Débitmètre régularisant le réfrigérant dans chacun des circuits du moule.	87
Photo XVI	: Moule servant à la fabrication des plaques pour l'évaluation du retrait.	111
Photo XVII	: Plaques servant à l'évaluation du retrait.	112
Photo XVIII	: Contrôleur de température pour les canaux chauds du moule	114
Photo XIX	: Appareil servant à évaluer l'indice de fluidité.	135
Photo XX	: Partie de la presse de traction-compression servant à l'évaluation des propriétés de traction.	151
Photo XXI	: Appareil servant pour l'évaluation de la résistance à l'impact.	165
Photo XXII	: Appareil servant à faire l'encavure des échantillons pour évaluer la résistance à l'impact.	169

LISTE DES TABLEAUX

	Page
Tableau I : Durée d'un cycle pour le moulage d'un couvercle en fonction de la couleur de celui-ci.	26
Tableau II : Nomenclature de chacun des concentrés pour les partenaires industriels.	52
Tableau III : Nomenclature des pigments étudiés.	66
Tableau IV : Caractéristique du moule éprouvette.	73
Tableau V : Caractéristique de la presse à injection.	75
Tableau VI : Recettes des mélanges pour le moulage des échantillons avec pigment à diverses concentrations.	90
Tableau VII : Conditions de mise en forme pour le moulage des échantillons.	94
Tableau VIII : Nomenclature des conditions de moulage pour les échantillons moulés avec pigments à diverses concentrations.	95
Tableau IX : Conditions de mise en forme (moulage des éprouvettes).	96
Tableau X : Plan de moulage pour chaque journée d'expérimentation.	98
Tableau XI : Données statistique concernant le moulage des échantillons aux conditions de base avec le matériel naturel (vérification des conditions journalières).	99
Tableau XII : Données statistiques concernant les conditions de moulage de tous les échantillons.	106
Tableau XIII : Conditions de mise en forme pour le moulage des plaques destinées à l'évaluation du retrait.	113
Tableau XIV : Conditions de mise en forme pour le moulage des plaques servant à l'utilisation du retrait.	120
Tableau XV : Nomenclature des abréviations utilisées pour définir les conditions de mise en forme (première partie)	121

Tableau XVI	: Nomenclature des abréviations utilisées pour définir les conditions de mise en forme (deuxième partie)	122
Tableau XVII	: Conditions de mise en forme (moulage des plaques) pour chacun des concentrés 00 à 05 (première partie).	123
Tableau XVIII	: Conditions de mise en forme (moulage des plaques) pour chacun des concentrés 00 à 05 (deuxième partie).	124
Tableau XIX	: Données statistiques concernant les conditions de moulage des plaques. Il n'y a que les conditions pour le mélange de base.	126
Tableau XX	: Données statistiques sur chacun des paramètres de mise en forme pour le moulage des concentrés (00 à 20) et des pigments (01 à 10) à diverses concentrations (première partie).	132
Tableau XXI	: Données statistiques sur chacun des paramètres de mise en forme pour le moulage des concentrés (00 à 20) et des pigments (01 à 10) à diverses concentrations (deuxième partie).	133
Tableau XXII	: Valeurs de l'indice de fluidité pour chaque échantillon moulé avec les concentrés 00 à 05.	140
Tableau XXIII	: Valeurs de la densité pour chacun des échantillons moulés avec les concentrés 00 à 05.	147
Tableau XXIV	: Valeurs de la résistance à l'impact pour chaque échantillon moulé avec les concentrés 00 à 05.	171
Tableau XXV	: Valeurs de la moyenne et de l'écart-type pour la longueur des plaques moulées avec des concentrés.	180
Tableau XXVI	: Longueur des plaques pour chaque échantillon moulé avec le pigment 10 à diverses concentrations.	182
Tableau XXVII	: Valeurs de la moyenne et de l'écart-type pour la largeur 1 des plaques moulées avec des concentrés.	184
Tableau XXVIII	: Largeur 1 des plaques pour chaque échantillon moulé avec le pigment 10 à diverses concentrations.	186
Tableau XXIX	: Valeurs de la moyenne et de l'écart-type pour la largeur 2 des plaques moulées avec des concentrés.	188
Tableau XXX	: Valeurs de la moyenne et de l'écart-type pour la largeur 3 des plaques moulées avec des concentrés.	190

Tableau XXXI	: Valeurs de la moyenne et de l'écart-type pour l'épaisseur 1 des plaques moulées avec des concentrés.	194
Tableau XXXII	: Valeurs de la moyenne et de l'écart-type pour l'épaisseur 2 des plaques moulées avec des concentrés.	197
Tableau XXXIII	: Valeurs de la moyenne et de l'écart-type pour l'épaisseur 3 des plaques moulées avec des concentrés.	200
Tableau XXXIV	: Valeurs de la moyenne et de l'écart-type pour le poids des plaques moulées avec des concentrés.	202
Tableau XXXV	: Valeurs des coefficients pour les régressions effectuées avec les valeurs obtenues de l'indice de fluidité pour les mélanges avec les pigments à diverses concentrations.	210
Tableau XXXVI	: Valeurs de la sommation des résidus pour les mélanges avec pigments et valeurs des différences pour la validation des modèles avec les concentrés (données concernant l'indice de fluidité)	211
Tableau XXXVII	: Valeurs des coefficients pour les régressions effectuées avec les valeurs obtenues de la densité pour les mélanges avec les pigments à diverses concentrations.	214
Tableau XXXVIII	: Valeurs des coefficients pour les régressions effectuées avec les valeurs obtenues de la contrainte au seuil haut pour les mélanges avec les pigments à diverses concentrations.	216
Tableau XXXIX	: Valeurs de la sommation des résidus pour les mélanges avec pigments et valeurs des différences réelles pour la validation des modèles avec les concentrés (données concernant la contrainte au seuil haut).	217
Tableau XL	: Valeurs des coefficients pour les régressions effectuées avec les valeurs obtenues de la contrainte au seuil bas pour les mélanges avec les pigments à diverses concentrations.	219
Tableau XLI	: Valeurs de la sommation des résidus pour les mélanges avec pigments et valeurs des différences réelles pour la validation des modèles avec les concentrés (données concernant la contrainte au seuil bas).	220

Tableau XLII	: Valeurs des coefficients pour les régressions effectuées avec les valeurs obtenues de la résistance à l'impact pour les mélanges avec les pigments à diverses concentrations.	222
Tableau XLIII	: Valeurs de la sommation des résidus pour les mélanges avec pigments et valeurs des différences réelles pour la validation des modèles avec les concentrés (données concernant la résistance à l'impact).	223
Tableau XLIV	: Valeurs des coefficients pour les régressions effectuées avec les valeurs obtenues de la longueur des plaques pour les mélanges avec les pigments à diverses concentrations.	226
Tableau XLV	: Valeurs de la sommation des résidus pour les mélanges avec pigments et valeurs des différences réelles pour la validation des modèles avec les concentrés (données concernant la longueur des plaques).	227
Tableau XLVI	: Valeurs des coefficients pour les régressions effectuées avec les valeurs obtenues de la largeur 1 des plaques pour les mélanges avec les pigments à diverses concentrations.	229
Tableau XLVII	: Valeurs de la sommation des résidus pour les mélanges avec pigments et valeurs des différences réelles pour la validation des modèles avec les concentrés (données concernant la largeur 1 des plaques).	230
Tableau XLVIII	: Valeurs des coefficients pour les régressions effectuées avec les valeurs obtenues de la largeur 2 des plaques pour les mélanges avec les pigments à diverses concentrations.	232
Tableau XLIX	: Valeurs de la sommation des résidus pour les mélanges avec pigments et valeurs des différences réelles pour la validation des modèles avec les concentrés (données concernant la largeur 2 des plaques).	234
Tableau L	: Valeurs des coefficients pour les régressions effectuées avec les valeurs obtenues de la largeur 3 des plaques pour les mélanges avec les pigments à diverses concentrations.	235

Tableau LI	: Valeurs de la sommation des résidus pour les mélanges avec pigments et valeurs des différences réelles pour la validation des modèles avec les concentrés (données concernant la largeur 3 des plaques).	237
Tableau LII	: Valeurs des coefficients pour les régressions effectuées avec les valeurs obtenues de l'épaisseur 1 des plaques pour les mélanges avec les pigments à diverses concentrations.	238
Tableau LIII	: Valeurs de la sommation des résidus pour les mélanges avec pigments et valeurs des différences réelles pour la validation des modèles avec les concentrés (données concernant l'épaisseur 1 des plaques).	239
Tableau LIV	: Valeurs des coefficients pour les régressions effectuées avec les valeurs obtenues de l'épaisseur 2 des plaques pour les mélanges avec les pigments à diverses concentrations.	241
Tableau LV	: Valeurs de la sommation des résidus pour les mélanges avec pigments et valeurs des différences réelles pour la validation des modèles avec les concentrés (données concernant l'épaisseur 2 des plaques).	242
Tableau LVI	: Valeurs des coefficients pour les régressions effectuées avec les valeurs obtenues de l'épaisseur 3 des plaques pour les mélanges avec les pigments à diverses concentrations.	244
Tableau LVII	: Valeurs de la sommation des résidus pour les mélanges avec pigments et valeurs des différences réelles pour la validation des modèles avec les concentrés (données concernant l'épaisseur 3 des plaques).	245
Tableau LVIII	: Valeurs des coefficients pour les régressions effectuées avec les valeurs obtenues du poids de la plaque pour les mélanges avec les pigments à diverses concentrations.	246
Tableau LIX	: Valeurs de la sommation des résidus pour les mélanges avec pigments et valeurs des différences réelles pour la validation des modèles avec les concentrés (données concernant le poids des plaques).	247

BIBLIOGRAPHIE

- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIEL, Annual Book of Astm Standards, Philadelphia, PA19103, ASTM, Volume 08.03 Plastics (III), 1985, 843 pages.
- BAIRD, D.C. Experimentation: an introduction to measurement theory and experimentation. Englewood Cliffs, Prentice-Hall Inc., 1962, 198p.
- BEARNHARFDT, Ernest c., CAE computer-aided engineering for injection molding. Munich, Hanser Publishers, 1983, 439 pages.
- BOWKER, Albert H., LIEBERMAN, Gérald J., Engineerings stastistics. Englewood Cliffs, Prentice-Hall Inc., 1972, 641 pages.
- CAMPBELL, Gary a., High Loading of Pigments, Filled and Reinforced Thermoplastic Materials, 36th Annual Technical Conference, Society of Plastic Engineers, Washington DC, April 1978, p. 479-482.
- DRAPER, N.P., SMITH, H., Applied regression analysis, New-York, 1981, 709 pages.
- FIELDEN R.E. Colorants for plastics, Red Book, New-York, 1981, p.65 à 72
- GRAFF, John P., Pigment Coloration and Evaluation, Pigment Dept., Ciba-Geigy Corporation, Ardsley, NY, USA 10502, 1981, p. 312-353.
- MONTGOMERY, Douglas C., Design & analysis of experiments, New-York, John Wiley et Sons, 1984, 538 pages.
- MORPETH, F.J., Colouring of thermoplastics, Wigan, England, Eur. Plast. News (GB), 1977, Volume 4, Numero 5, p. 25-27.
- MOURGUE, M. Technologie du moulage par injection des thermoplastiques. 1ere partie, Paris, Bosc Frères, 1980, 156 pages.
- MOURGUE, M. Technologie du moulage par injection des thermoplastiques. 2ième partie, Paris, Bosc Frères, 1980, 102 pages.
- MOURGUE, M. Conception des pièces en matières plastiques moulée à haute pression (compression-transfert-injection), (tome 1), Paris, Bosc Frères, 149 pages.

- MOURGUE, M. Conception des pièces en matières plastiques moulée à haute pression (compression-transfert-injection), (tome 2), Paris, Bosc Frères, 139 pages.
- PERERA, Dan y., EYNDE, Vanden D., Internal stress in pigmented thermoplastics coating, journal of coating technology, Vol. 53, No 678, july 1981, p. 65 à 72
- RODRIGUEZ, Ferdinand, Principles of polymer systems, New-York, McGraw-Hill book Company, 1970, 560 pages.
- SANSCHAGRIN, Bernard, Moulage par injection, Montreal, Institut de génie des matériaux, 1983, 312 pages.
- SEIVARD, L. Louis, Factors affecting color pigment performance in plastics, bound Brook, NJ, USA, Annu. Pac. Tech. Conf. Tech. Disp., 1979, Volume 4, pages 16-20.
- TROTIGNON J.P., VERDU J., PIPERAUD, DOBRACZYNSKI A., Précis de matières plastiques, Paris, AFNOR, 1981, 215 pages.
- WELBER, Thomas G., Coloring of plastics, Wiley, CA, USA, SPE Monograph 1979, 248 pages.

REMERCIEMENTS

Je tiens à remercier toutes les personnes qui m'ont permis de mener à terme ce travail de recherche. Notamment: M. André Charette, mon directeur de thèse et M. Rung Tien Bui, mon co-directeur, pour leurs nombreux conseils et encouragements, tout au long de l'expérimentation et de la rédaction.

Je dois aussi remercier la compagnie IPL INC. dont l'appui a été indispensable à la réalisation de ce projet, ainsi que la compagnie Korlin Concentrate INC. qui nous a fourni les renseignements nécessaires à la bonne marche du projet.

Je remercie principalement M. Jean-Marie Chabot, Vice-président Recherches et Développement au sein de la compagnie IPL INC., pour son support moral et ses nombreux conseils.

Finalement, je remercie très sincèrement toutes les autres personnes qui ont contribué de près ou de loin à l'avancement de ce projet.

INTRODUCTION

L'industrie du moulage de résines thermoplastiques par injection est en plein essor. Les matériaux conventionnels sont maintenant remplacés par des résines de synthèse. Ce qui implique une expansion des marchés pour ces matériaux et aussi l'apparition de certains inconvénients. L'un de ceux-ci provient de la coloration des résines de synthèse.

En effet, depuis quelques années, nous constatons sur le marché une invasion considérable des produits colorés. Le consommateur associe très souvent la couleur d'un produit avec l'entreprise qui le fabrique ou le distribue. L'identification de celui-ci devient donc un facteur déterminant pour faire face à la compétition, ce qui se traduit par une importante augmentation des colorants dans l'industrie du moulage par injection. Chaque couleur exigée par un client pour un produit quelconque nécessite la fabrication d'un colorant exclusif.

L'industrie du moulage des thermoplastiques est donc continuellement aux prises avec le problème des colorants qui affectent les conditions de moulage et les propriétés physiques de ses produits.

De ce fait, l'objectif visé par le présent travail de recherche est de vérifier l'influence de certains colorants (pigments) sur les propriétés physiques d'un polyéthylène haute densité.

Le document qui suit est divisé en cinq parties distinctes que nous traitons une à une dans l'ordre qui suit. Tout d'abord nous abordons la problématique de la coloration d'un polymère pour l'industrie du moulage des thermoplastiques. Nous terminons cette première partie en traitant des principaux travaux de recherche qui ont déjà été réalisés sur le sujet.

La deuxième section traite de l'approche expérimentale préconisée, soit : le choix des colorants étudiés, le type d'essais réalisés et la sélection des propriétés analysées. Nous y décrivons la stratégie d'essai ainsi que les buts poursuivis pour chacune des expériences effectuées.

L'expérimentation compose la troisième partie de cette étude. Elle comprend la description des appareillages utilisés, les méthodes d'essais choisies ainsi que l'acquisition et le traitement des données expérimentales recueillies. Elle se termine par l'analyse des résultats. Il est à noter que nous traitons chaque propriété indépendamment l'une de l'autre.

La quatrième partie est axée sur la modélisation des résultats obtenus. Nous y citons les méthodes d'analyse utilisées et vérifions la validité de chacune des régressions effectuées. Nous évaluons ainsi l'importance de modéliser le comportement des colorants en vue d'augmenter la précision des valeurs des propriétés.

Nous terminons ce travail, par une conclusion générale et la description des travaux qui devraient être entrepris pour compléter ce travail de recherche.

CHAPITRE 1

1. PROBLEMATIQUE

La compétition dans le domaine des produits fabriqués de matières plastiques est omniprésente. Ainsi, les responsables du marketing d'une entreprise préconisent une identification unique de leurs produits pour les distinguer de ceux de la concurrence. Par exemple, le choix d'une couleur particulière et personnalisée amènera le consommateur à reconnaître le produit par sa marque de commerce et ainsi à acheter toujours le même produit. C'est le cas dans les industries de boissons gazeuses, des laiteries...

Pour l'industrie du moulage par injection des thermoplastiques, cette compétition influence ses techniques de production. En effet, pour chacune des couleurs exigées par un client, l'industrie doit avoir une composition exclusive de sa matière première (résine et colorant). Les principales composantes d'un colorant varient d'une couleur à l'autre, et même pour une teinte spécifique, il peut exister différentes compositions qui rencontrent les exigences techniques de l'utilisation du colorant. Par exemple, un colorant servant à la fabrication d'un produit destiné à un usage alimentaire doit être composé de pigments respectant les normes établies par des organismes gouvernementaux.

Figure I

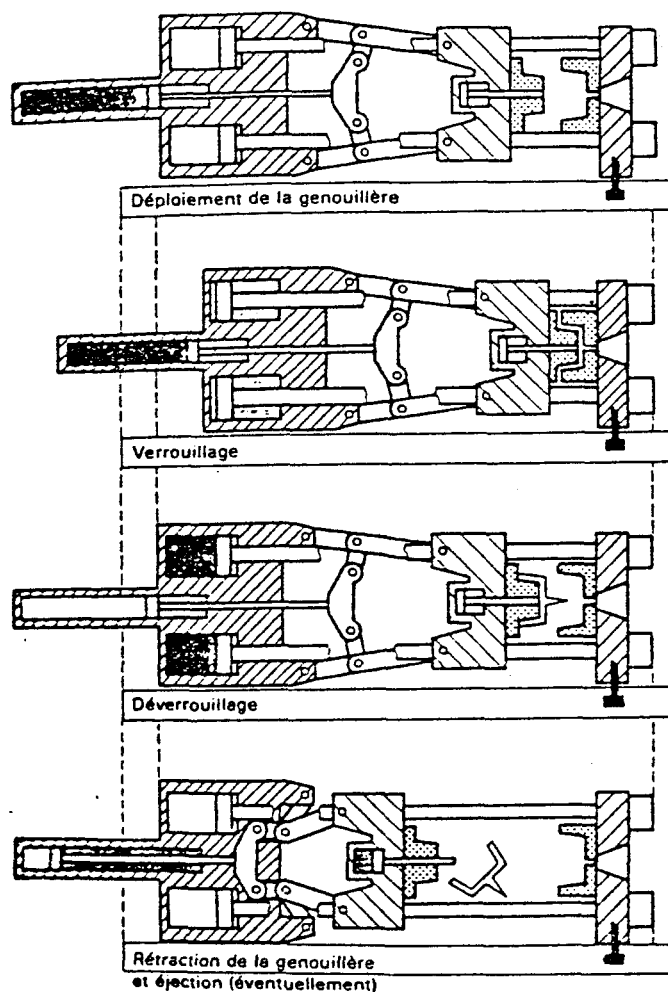


Figure I : Représentation d'un dispositif de fermeture mécanique d'une presse à injection telle qu'utilisée dans le cadre du projet. La figure est tirée de M. Sanschagrin Bernard, 1983

Avant de traiter en profondeur des problèmes concernant l'emploi de colorants pour la fabrication de produits moulés par injection, nous devons décrire brièvement les composantes du moulage par injection dont la presse à injection, le cycle d'injection, les paramètres de moulage ainsi que les différents types de colorants utilisés dans l'industrie.

1.1 Le moulage par injection

Le moulage par injection se caractérise comme étant le remplissage sous une forte pression d'une empreinte quelconque par une matière fondue susceptible de s'écouler. L'injection, contrairement au procédé d'extrusion, est un mode de transformation discontinu.

1.2 Configuration d'une presse à injection

Les deux principales parties composant une presse à injection sont la partie fermeture et l'unité de plastification-injection. La partie fermeture est directement reliée aux mouvements du moule lors du cycle d'injection. Il existe trois types de dispositifs de fermeture: la fermeture hydraulique, la fermeture mécanique et la fermeture mixte (hydraulique et mécanique).

La figure I nous montre un dispositif de fermeture mécanique appelé fermeture à genouillère. La presse qui a été utilisée pour le moulage de nos éprouvettes comporte ce type de mécanisme de fermeture.

Figure II

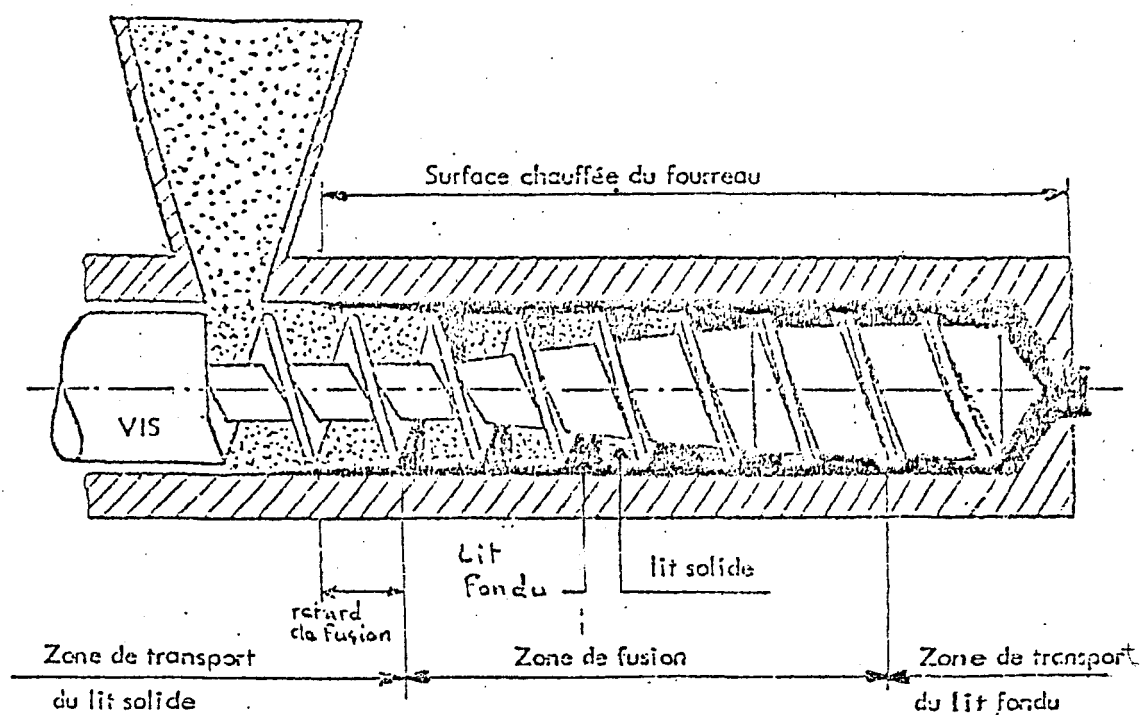


Figure II : Coupe de l'unité d'injection. La figure est tirée de Sanschagrin Bernard, 1983.

Figure III

PRESSE A INJECTER LES MATIERES THERMOPLASTIQUES

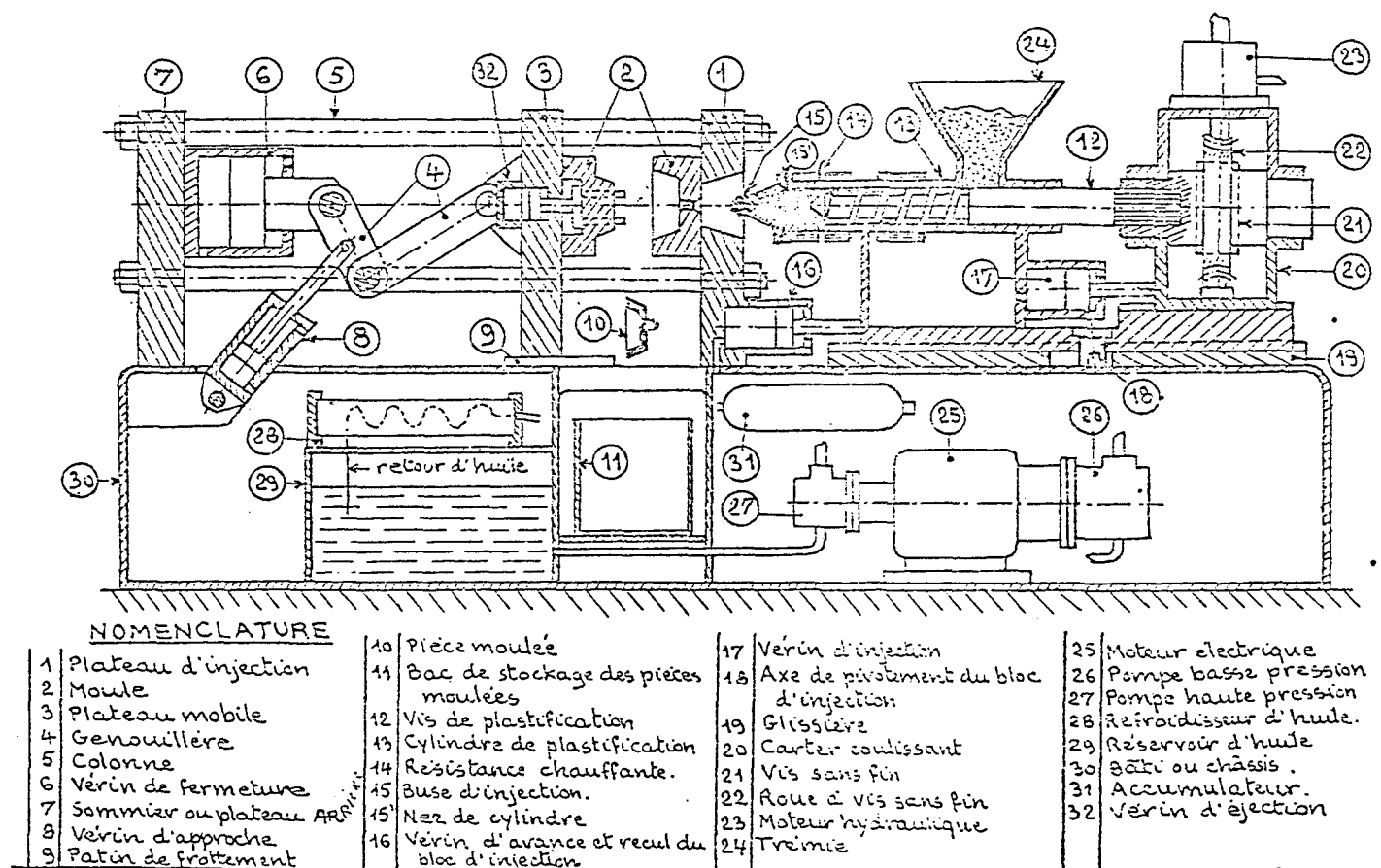


Figure III : Schéma d'une presse à injection telle qu'utilisée lors du projet. La figure est tirée de M. Mourgue, 1980.

La seconde partie de la presse à injection est celle de l'unité de plastification-injection. La plastification de la matière ne se fait pas de façon continue. L'énergie pour plastifier le polymère provient de deux sources. La première consiste en un apport énergétique provenant du transfert de chaleur par conduction entre les parois de l'unité de plastification et le polymère. Le deuxième apport énergétique s'effectue lors du recul de la vis (plastification) quand la matière s'accumule devant celle-ci. Cette énergie calorifique provient de la dissipation visqueuse fournie par le cisaillement de la matière fondue. Elle est principalement causée par la rotation de la vis. La figure II nous montre une coupe de l'unité d'injection standard pour une presse à injection.

La presse à injection utilisée pour le moulage de nos éprouvettes correspond au type de presse illustré à la figure III où les 32 principales composantes de la presse y sont énumérées.

1.3 Le cycle d'injection

Le cycle d'injection débute lorsque le moule se referme avec une vitesse contrôlable (la vitesse de fermeture) et se verrouille avec une pression donnée (la pression de fermeture étant dépendante de la capacité de la presse) proportionnelle à la force de fermeture que l'on veut appliquer sur le moule.

Alors, le ponton s'avance jusqu'à ce que la buse soit en contact avec le moule. Aussitôt le contact établi, l'obturateur de la buse s'ouvre pour laisser passer la matière poussée par la vis de plastification à l'aide du vérin d'injection. La matière avance à une vitesse contrôlée (la vitesse d'injection) avec une pression hydraulique maximale (la pression d'injection) et un temps pré-défini (le temps d'injection), ce qui correspond à la phase d'injection haute pression.

Puis, pendant un temps donné (le temps de maintien), le vérin d'injection applique une pression (la pression de maintien) généralement plus faible que celle de l'injection; c'est la phase de bourrage. Après quoi, l'obturateur se referme, le ponton recule et rompt le contact entre la buse et le moule.

La pression dans le vérin chute alors à une valeur beaucoup plus faible (contre-pression), c'est-à-dire à la pression exercée pendant le recul de la vis. Tout au long de la plastification, la vis tourne sur elle-même avec une vitesse fixée (la vitesse de rotation de la vis) et pour une distance donnée qui déterminera le dosage de matière nécessaire afin de remplir l'empreinte du moule.

La minuterie règle un temps (temps de refroidissement) à la fin duquel le moule s'ouvre avec une vitesse contrôlable (vitesse d'ouverture), sur une distance réglable, de façon à ce que la pièce soit

Figure IV

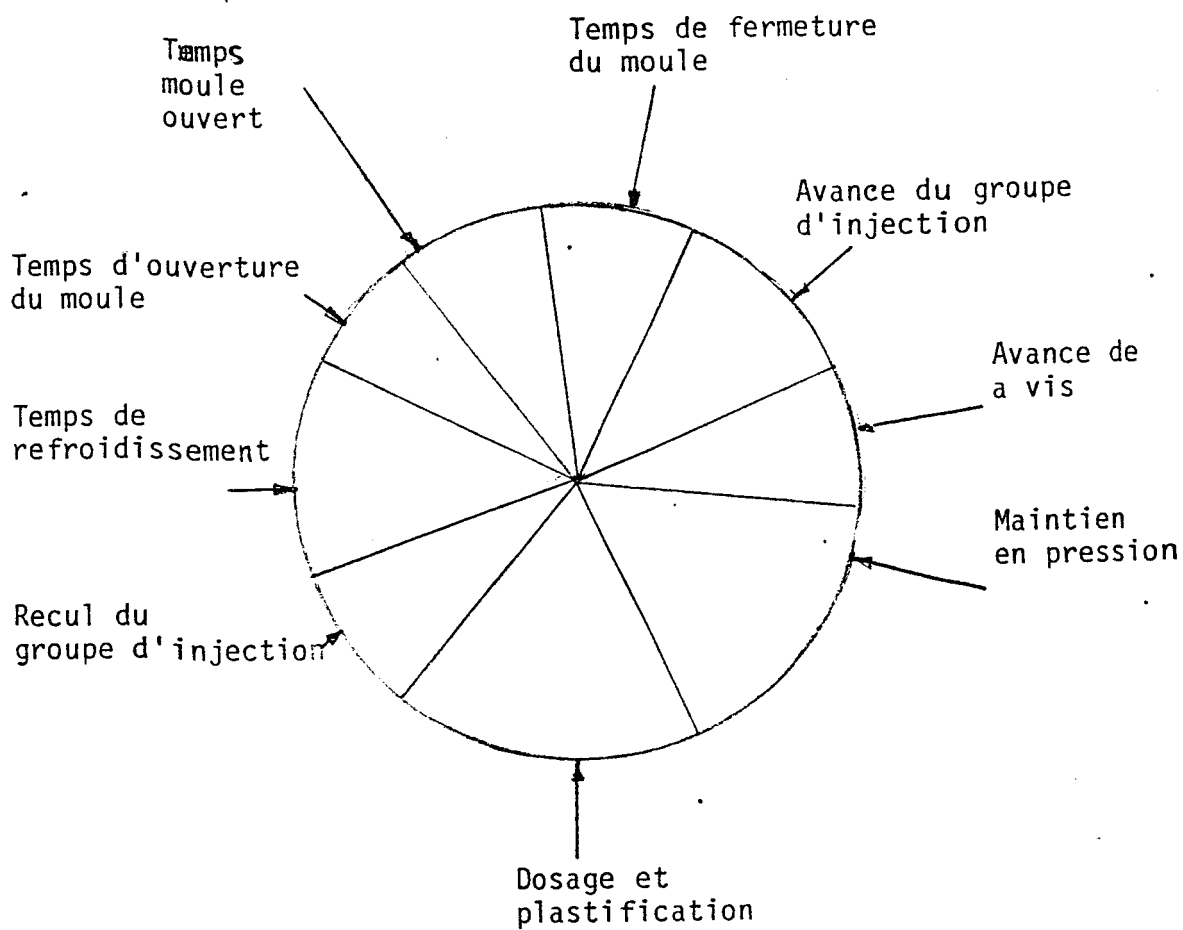


Figure IV : Principales étapes du cycle d'injection.

Figure V

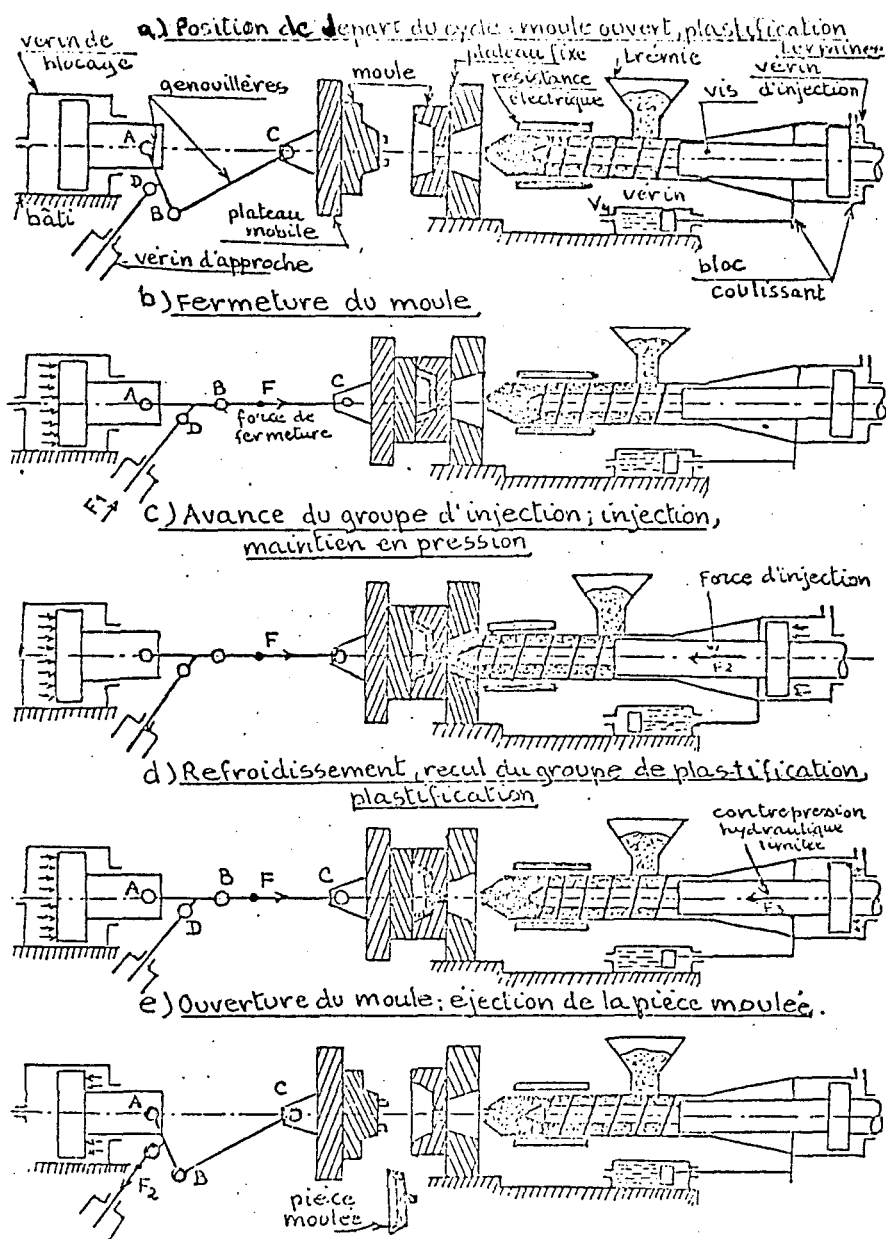


Figure V : Presse à injection aux cinq principales étapes du cycle d'injection. La figure est tirée de M. Mourgue, 1980.

éjectée pendant le temps d'ouverture du moule. Le cycle recommence alors avec la fermeture du moule. La figure IV représente les principales étapes d'un cycle d'injection et la figure V illustre l'ensemble de la presse aux cinq principales étapes du cycle d'injection.

1.4 Les paramètres de moulage

Nous décrivons ici les principaux paramètres de moulage ainsi que leur influence sur la qualité du produit. Nous pouvons classer ces paramètres en quatre grandes catégories: les températures, les pressions, les vitesses et les temps.

1.4.1 Les températures

La température du moule est contrôlée par le débit et la température du réfrigérant circulant dans les circuits de réfrigération de ce moule. Elle influence directement la durée du temps de refroidissement. Une augmentation de la température du moule aura comme effet:

- de favoriser l'écoulement dans le moule;
- d'augmenter le retrait et de diminuer l'anisotropie du retrait;
- d'améliorer la stabilité dimensionnelle;

- de favoriser le taux de cristallinité de la pièce pour les matières semi-cristallines et par conséquent d'affecter certaines propriétés mécaniques de celles-ci.

La température de la matière est définie comme étant la température de la matière dans la buse lors de l'injection. Elle est contrôlée principalement par les températures des bandes chauffantes installées sur le pourtour du cylindre de plastification. Une augmentation de la température de la matière provoque une diminution de:

- la viscosité de la matière;
- l'orientation de la matière;
- l'anisotropie du retrait mais augmente ce dernier;
- l'augmentation de l'allongement à la rupture.

1.4.2 Les pressions

La pression d'injection est la pression hydraulique qui sert à l'injection de la matière lors du remplissage de l'empreinte. L'augmentation de la pression d'injection a pour effet:

- d'augmenter la densité de la pièce;
- de diminuer le retrait;
- d'augmenter l'orientation.

La pression de maintien est la pression exercée par le vérin d'injection lors de la phase de bourrage. Une augmentation de la pression de maintien implique :

- une diminution importante du retrait;
- une augmentation de l'orientation de la matière;
- une augmentation de la densité de la matière;
- une augmentation considérable des contraintes internes de la pièce.

La contre-pression est la pression exercée par le vérin d'injection lors du recul de la vis. Une augmentation de celle-ci accroît l'homogénéité de la matière ou du mélange (matière-colorant).

La pression de fermeture est la pression exercée sur le moule afin de le maintenir fermé. Elle est normalement constante tout au long du cycle d'injection.

1.4.3 Les vitesses

La vitesse d'injection est la vitesse à laquelle le vérin d'injection avance lors du remplissage de l'empreinte. Une augmentation de la vitesse d'injection implique:

- un remplissage plus facile du moule;

- l'amélioration de l'état de surface, sauf en écoulement turbulent lors de la formation d'un jet de matière;
- une augmentation de l'orientation des chaînes moléculaires.

La vitesse de rotation de la vis est la vitesse de rotation de celle-ci lors de la plastification de la matière. Elle influence principalement la plastification de la matière en faisant varier le taux de cisaillement, la température de la matière et l'homogénéité de celle-ci.

Les vitesses d'ouverture et de fermeture du moule doivent être fixées selon le type de pièces moulées. Elle sont généralement en trois phases, lente-rapide-lente, dans le but d'éviter des bris au moule ou à la presse si des anomalies devaient survenir.

1.4.4 Les temps

Le temps d'injection est défini comme étant la durée de la phase de remplissage en haute pression. Si le temps est trop court, le remplissage de l'empreinte se fera avec la pression de maintien qui est généralement plus faible que la pression d'injection. Conséquemment, la densité de la pièce sera plus basse, l'anisotropie du retrait et l'orientation de la matière seront diminuées.

Le temps de maintien est défini comme étant la durée de la phase de bourrage. Une augmentation de celui-ci implique au niveau de la pièce les changements suivants:

- une augmentation de l'orientation moléculaire;
- une augmentation de la densité de la pièce;
- une diminution du retrait.

Le temps de refroidissement s'échelonne de la fin du temps de maintien jusqu'à l'ouverture du moule. Le temps de refroidissement est fonction de la température de la matière, de l'épaisseur de la pièce, de la nature du polymère et de la température du moule. Le temps de refroidissement a une incidence directe sur la durée du cycle et conséquemment sur le prix de revient de la pièce.

1.4.5 L'importance des paramètres de moulage

Les paramètres de moulage, pour une pièce donnée, sont très importants et c'est pourquoi nous avons attaché une grande attention à la répétition et à la précision des paramètres de mise en forme lors de la fabrication des éprouvettes qui ont servi à déterminer la valeur des propriétés étudiées.

1.5 Les colorants, généralités

Généralement, les fabricants de matières premières fournissent des granulés de couleur naturelle qui sont transparents, semi-transparentes ou opaques. Un certain nombre de teintes standards peuvent aussi être achetées; il s'agit là du matériel pré-teint lors de la granulation. Le choix des teintes est limitée, il est donc difficile d'avoir une couleur autre que celle spécifiée par le fabricant de résine, car dans la plupart des cas le volume de matériel acheté est trop faible pour justifier les coûts d'une matière colorée non-standard. Du à ces contingences, la coloration est effectuée principalement dans les usines de transformation des matières plastiques, lors du moulage des pièces.

Les colorants sont très onéreux; leur coût varie entre \$2.00 et \$25.00 le kilogramme. Ils influencent donc le coût de production d'un produit malgré sa faible concentration. Les plastiques consomment environ 4 % des colorants industriels.

Les colorants se présentent sous forme de pigments colorés, ou de particules insolubles dans les plastiques; ils sont opaques et d'origine minérale (principalement) ou organique. Les pigments minéraux sont des oxydes métalliques calcinés entre 550 et 2000°C. Ce sont les pigments les plus stables à la lumière et à la chaleur. Ils ne posent pas de problème de migration. Ils sont plus denses que les autres colorants et leur pouvoir colorant est de trois à dix fois plus faible; par contre,

leurs nuances sont plus ternes et leur pouvoir opacifiant beaucoup plus élevé.

Parmi les pigments minéraux, notons le jaune, l'orange, le rouge de cadmium; les oxydes de fer rouge ou violet, le bleu de manganèse ou de cobalt, et les oxydes de chrome verts. Ces colorants sont utilisables dans tous les plastiques sans précaution spéciale.

Par ailleurs, les jaunes et oranges de chrome, l'orange et le rouge de molybdène, les oxydes de fer jaunes ou noirs, le bleu d'outremer sont très sensibles à la chaleur. Ils ont toutefois une bonne tenue aux intempéries, et ne migrent pas. Mais leur utilisation requiert certaines précautions car ils ne peuvent être incorporés à tous les plastiques.

Les pigments ou laques organiques ont pour leur part comme caractéristiques une faible solubilité et une grande capacité d'absorption de plastifiant. Ils donnent le plus beau lustre. Par contre, les phtalocyanines ne migrent dans aucun plastique et ont une bonne tenue à la chaleur, à la lumière et aux intempéries.

Les principales qualités que l'on recherche d'un colorant sont une basse densité, un prix modéré, la stabilité à la chaleur et à la lumière, la résistance aux intempéries et une bonne dispersion.

La matière basse densité permet de mouler une gamme plus étendue de thermoplastiques; par exemple, le polyéthylène basse densité sera le mélange maître idéal pour les colorants servant à la teinte des polyéthylènes de haute ou basse densité.

La stabilité à la chaleur pour un colorant est très importante, car la matière première est cisailée à de hautes températures lors de son injection dans l'empreinte et les risques de dégradation du colorant sont élevés.

Les colorants doivent être résistants aux intempéries et à la lumière, (résistance aux rayons ultra-violets), car les rayons UV influencent la migration du colorant à l'extérieur du produit et changent la coloration du produit.

En dernier lieu, la dispersion d'un colorant intervient au niveau de l'uniformité de la teinte du produit. Si la dispersion est trop faible, nous aurons des lignes de couleur beaucoup plus prononcées vis-à-vis les écoulements principaux de la matière.

1.6 Composition et types de colorants

La coloration des thermoplastiques peut être effectuée de plusieurs façons. Lorsque la quantité de matière utilisée est très importante et que la couleur est disponible chez le fournisseur (couleur standard),

l'utilisation de résines pré-teintes est rentable. Il s'agit d'une résine dont le colorant a été incorporé lors de l'extrusion- granulation de la matière. Les avantages de ce type de coloration sont une excellente dispersion, un mélange plus homogène et aucune manipulation avant le moulage. Par contre, c'est la méthode la plus onéreuse.

Dans le cas de résines naturelles, lorsque la coloration est effectuée juste avant la transformation, il existe trois méthodes: la coloration à sec, la coloration avec mélanges maîtres en granulés et la coloration dans la masse avec colorants liquides.

La coloration à sec consiste à homogénéiser et à disperser un pigment ou colorant sur la surface des granulés de matière. Elle se pratique le plus généralement dans un tonneau cylindrique tournant autour d'un axe perpendiculaire aux génératrices. Le pigment est dans ce cas sous forme de poudre; ainsi la manipulation devient délicate. Si l'on traite plus d'une couleur à la fois, les risques de pollution de l'air et des colorants entre-eux sont élevés, car les pigments sont des poudres très fines qui se dispersent facilement dans l'atmosphère. Les avantages de la coloration à sec sont l'économie due au coût des pigments seulement, la réduction des inventaires (puisque cette méthode permet le mélange de diverses poudres pour obtenir des teintes différentes) et l'invariabilité du prix concernant la quantité achetée par commande.

PHOTO I



Photo I : Installation mécanique servant à incorporer les colorants en poudre (pigments) aux matières plastiques. (Equipement existant chez I.P.L. inc.).

La photo I nous montre une installation mécanique servant à incorporer (ou enrober) la poudre aux résines (méthode de mélange mécanique la plus utilisée).

D'autre part, la coloration dans la masse avec colorants liquides est un procédé plutôt récent; il s'agit de pigments dispersés dans un liquide compatible avec la plupart des plastiques. Ce liquide ne migre pas si son pourcentage est faible et il peut contenir jusqu'à 70 % de pigments.

La mise en oeuvre de la coloration liquide est effectuée à l'aide d'une pompe qui dose avec précision le colorant et l'envoie directement au-dessus de la vis de la presse à injection. Pour changer de couleur, il suffit de changer le récipient contenant le liquide et le tuyau de dosage, car la pompe n'est pas en contact avec le liquide; elle pince simplement le tuyau de dosage. Les avantages de cette technique sont la correction instantanée du dosage, l'élimination de la poussière, les changements de couleur rapides et la diminution des déchets lors du changement de couleur. Le coût et les risques de manipulation sont les deux principaux désavantages de la coloration dans la masse avec colorant liquide.

Enfin, la technique de coloration avec des mélanges maitres en granulés est aussi très récente, il s'agit de la dispersion des pigments dans un polymère du même type que celui utilisé et parfaitement

PHOTO II



Photo II : Système de mélange de colorants rous forme de mélange maître (concentré). La petite trémie bleue contient le concentré. (Equipement existant chez I.P.L. inc.).

compatible. La mise en oeuvre se fait juste au-dessus de la vis avec un autre système d'alimentation à vis tel que montré sur la photo II. Le mélange maître se retrouve dans une petite trémie à part; il est donc facile de changer de couleur et de diminuer les rejets.

Les inconvénients de cette technique sont le coût élevé de la matière composant le mélange, la faible compatibilité chimique (mélanges de deux polymères) entre les familles de polymères et l'inventaire imposant de mélange maître à garder (un mélange par couleur). La concentration du mélange maître varie de 20 à 50% de pigment. L'avantage premier de cette technique de coloration est la possibilité d'ajouter les agents ultra-violetts, les stabilisants, les anti-oxidants et les anti-statiques nécessaires à la fabrication du produit. De plus, la compatibilité d'un mélange maître à base de résine équivalente à celle du produit est parfaite et la manipulation très propre de cette composante le rend de plus en plus utilisé aujourd'hui dans l'industrie.

1.7 Problématique de la coloration

La coloration des résines, avant le moulage, cause des problèmes au niveau de la mise en forme et affecte ainsi le produit fini. Les problèmes rencontrés diminuent considérablement la productivité et la qualité du produit fini. Ils sont indépendants de la méthode utilisée, malgré que certaines méthodes peuvent avoir des avantages dans certains cas.

TABLEAU I

COULEUR DU COUVERCLE	DUREE DU CYCLE (SECONDES)
BLANC	7,0
JAUNE	7,2
BLEU	8,5
GRIS	8,2
ROUGE	8,0
VERT	7,6

Tableau I : Durée d'un cycle pour le moulage d'un couvercle
en fonction de la couleur de celui-ci.

PHOTO III

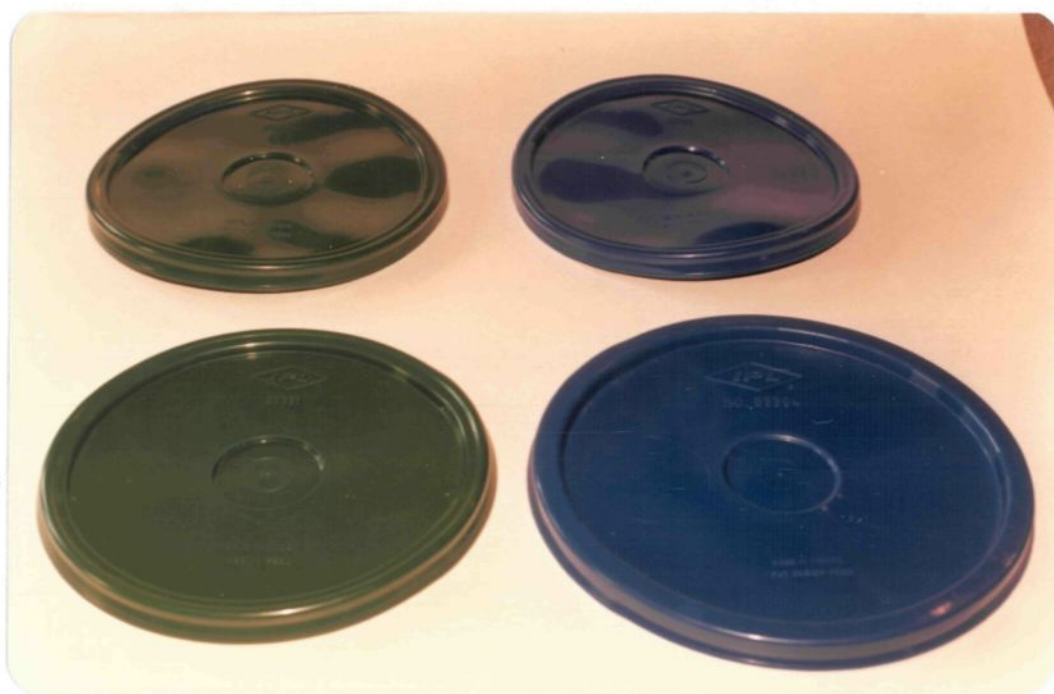


Photo III : Visualisation du gauchissement pour un même type de produit dont le diamètre est différent. (Produits de la compagnie I.P.L. inc.).

1.7.1 Diminution de productivité

Pour bien visualiser la perte de productivité obtenue par le moulage d'une résine colorée, il faut comparer le cycle total d'injection d'une pièce colorée à celui d'une pièce naturelle ou encore, de couleur blanche, le blanc étant souvent le standard pour l'industrie. Le tableau I montre des variations de cycle pour le couvercle d'un seau produit avec différents concentrés. Il est important de noter ici que la variation du cycle dépend presque exclusivement d'une variation du temps de refroidissement. L'objectif premier, pour lequel le temps de refroidissement est modifié, est l'atteinte des dimensions du couvercle selon des tolérances précises.

1.7.2 Augmentation du taux de rejets

Le taux de rejets pour les produits colorés est beaucoup plus élevé que pour ceux moulés avec une résine vierge. La compatibilité entre un colorant et la résine diffère d'un colorant à un autre. La géométrie du produit moulé n'a pas d'influence directe sur l'effet du colorant avec la résine mais accentuera celui-ci. Par exemple, le gauchissement d'une petite pièce est beaucoup plus apparent que celui d'une pièce plus grande; la photo III montre bien la différence de gauchissement pour deux petits couvercles de 205 mm de diamètre et de deux autres de 280 mm moulés à des conditions semblables et injectés par le centre.

PHOTO IV

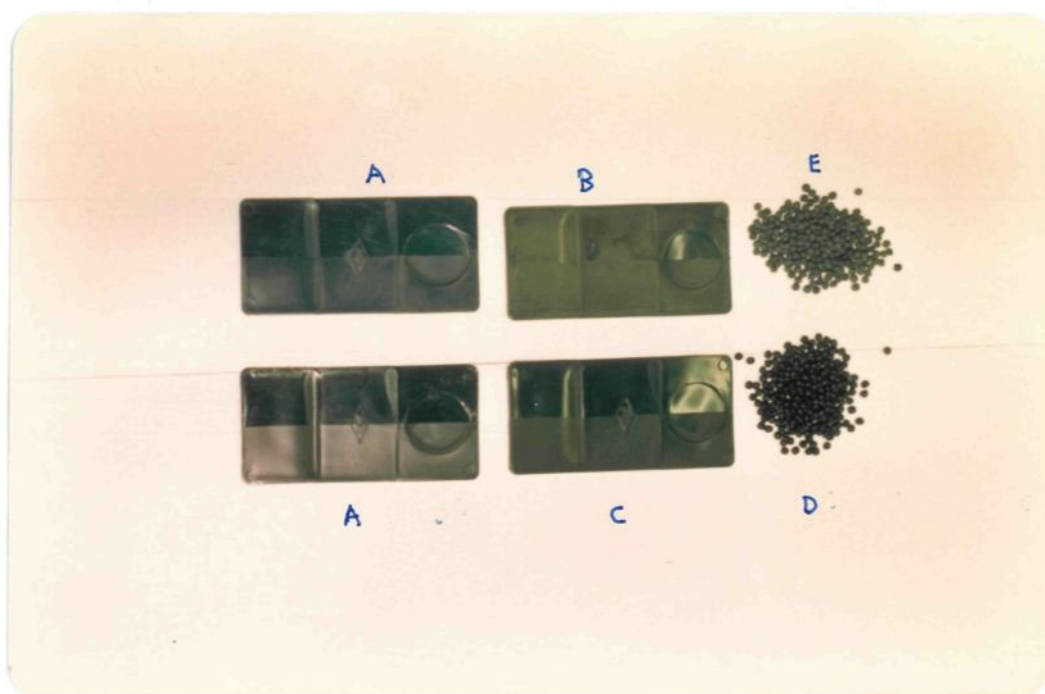


Photo IV : Visualisation du changement de couleur d'une plaquette.
Celui-ci est causé par la migration du pigment jaune.
A: Plaquette de couleur initiale.
B: Plaquette avec pigment en surface.
C: Plaquette décolorée.
D: Granule de couleur originale.
E: Granule avec pigment en surface (deux mois après).
(Plaquettes de laboratoire, propriété de I.P.L. inc).

L'augmentation du taux de rejets provient de différentes sources, dont les principales sont la migration du colorant, les réactions chimiques avec la résine, le gauchissement des pièces, la dispersion inégale et la dégradation thermique du colorant.

La migration du colorant à travers le produit fini provient généralement du fait que le colorant demeure dissout dans le plastique. Certains pigments au contact des agents anti-statiques migrent avec le colorant et se retrouvent à l'extérieur du produit, ceux-ci ayant pour fonction de créer un film à la surface du produit, créant ainsi un conducteur permettant l'élimination de l'électricité statique. La photo IV nous montre trois différentes plaquettes de couleur verte; la première (A) représente la couleur verte voulue avant migration, la deuxième (B) montre la présence du pigment qui a migré à l'extérieur deux mois après le moulage, et la troisième (C) montre bien le changement de coloration. Les granules représentées sur cette photo sont les concentrés utilisés pour la fabrication des plaquettes; nous y constatons aussi une variation de la couleur, le pigment jaune ayant migré à l'extérieur des granules.

Ce genre de problème n'est pas fréquent mais occasionne des dépenses très élevées, car il faut remplacer le produit et même parfois dédommager le client pour la perte de son produit. Un exemple est le moulage d'un seau destiné au transport de la nourriture; la migration du pigment dans ce cas contamine le produit.

PHOTO V



Photo V : Visualisation de points noirs sur un seau provenant d'une réaction chimique entre les anti-statiques contenus dans la résine et un pigment composant le concentré. (Produit de la compagnie I.P.L. inc.).

La composition des colorants étant très différente d'une couleur à l'autre et aussi pour des teintes d'une même couleur, il est possible d'obtenir une même teinte avec des compositions de pigment qui diffèrent. De plus, le choix des pigments est relié aux coûts de ceux-ci; il est donc possible, question d'économie, de fabriquer un colorant qui réagit (réaction chimique) avec la résine ou encore avec une autre composante telle: les anti-oxydants, les anti-statiques et les émulsifs. La photo V montre la paroi d'un seau blanc qui est infectée de petits points noirs. L'apparition de ces points noirs est le produit de la réaction chimique entre les anti-oxydants contenus dans la résine et le stéarate de zinc contenu dans le colorant. La fabrication de ce produit comportait un taux de rejets de plus de huit pourcents lorsque le produit était moulé avec le concentré blanc, dont le pigment pour la lubrification était le stéarate de zinc; le taux de rejets baisse sous le seuil de un pourcent et demi lorsque le lubrifiant est changé pour le stéarate de calcium. Ce type de problème est très complexe et les démarches pour définir la cause exacte du problème sont très longues et onéreuses.

Le problème le plus fréquent est le gauchissement des pièces. La distorsion accentuée provient à la fois du retrait différentiel tout au long de la pièce et des ajustements que l'on doit effectuer sur les conditions de mise en oeuvre pour obtenir des dimensions à l'intérieur des tolérances.

PHOTO VI



Photo VI : Gauchissement d'un couvercle fabriqué aux mêmes conditions de mise en forme mais avec des colorants différents. (Produits de la compagnie I.P.L. inc.).

La photo VI montre le gauchissement prononcé d'un même couvercle moulé aux conditions de mise en forme pour le couvercle blanc. Nous constatons que le retrait varie d'une couleur à l'autre.

L'ajout d'un colorant vient donc modifier le taux de retrait du matériel, en modifiant ses propriétés thermodynamiques et rhéologiques. Le refroidissement de la pièce semble différent lorsque l'on change le colorant. Conséquemment, la cristallisation de la matière est modifiée et nous pouvons faire l'hypothèse de la modification des propriétés mécaniques.

La dispersion inégale d'un colorant dépend de l'action d'homogénéisation de la vis sur le mélange colorant-polymère et de l'importance de la contre-pression appliquée lors du moulage. Plus la contre-pression sera élevée plus le mélange sera homogène, mais dans ce cas le risque de dégradation de la matière est accentué car le cisaillement de celle-ci augmente considérablement lorsque la contre-pression est élevée.

L'indice de viscosité du colorant (mélange maître et pigment) et du polymère doit se rapprocher le plus possible, sinon il y aura un écoulement plus important de celui dont la viscosité est la moindre. En général, il est recommandé d'avoir une vis dont la longueur est au minimum égale à quinze fois celle de son diamètre.

PHOTO VII



Photo VII : La dégradation thermique d'un concentré lors du moulage d'une caisse à lait. Nous constatons les lignes d'écoulements de couleur foncée. (Produit de la compagnie I.P.L. inc.).

PHOTO VIII

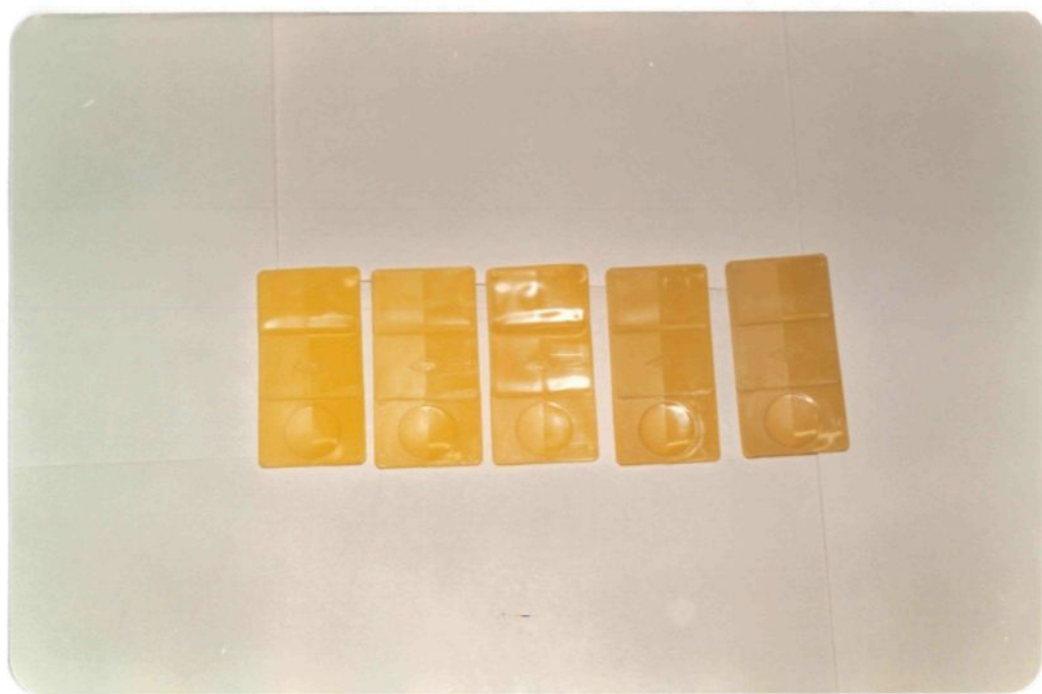


Photo VIII : Plaquettes moulées à différentes températures. On y observe la dégradation thermique. (Plaquettes de laboratoire, propriété de I.P.L. inc.).

PHOTO IX

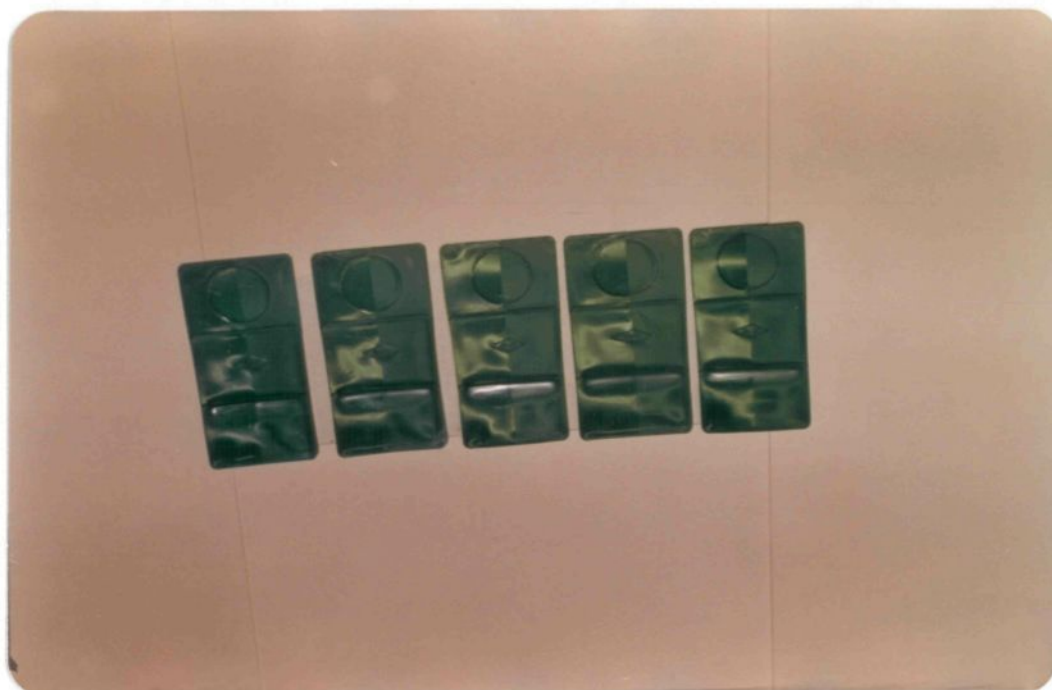


Photo IX : Plaquettes moulées à différentes températures. Il y a dégradation thermique comme sur la photo VIII.
(Plaquettes de la boratoire, propriété de I.P.L. inc.).

Une mauvaise dispersion du colorant présente un problème au niveau de la qualité du fini de la pièce et aussi une variation importante de la résistance au choc tout au long de cette pièce. Le dioxyde de titane utilisé pour la coloration blanche est l'un des colorants les plus difficiles à disperser uniformément.

Le dernier problème que nous traitons est la dégradation du colorant. La photo VII illustre la dégradation d'un colorant vert lors du moulage d'une caisse à lait. La cause principale de ce problème est souvent soit une température de moulage trop élevée ou encore une attaque d'empreinte trop étroite, créant ainsi un taux de cisaillement très élevé d'où la dégradation thermique du colorant. Il est donc important de spécifier la température d'injection de la matière pour la fabrication d'un colorant destiné à une application donnée.

Les photos VIII et IX montrent des variations de couleurs pour des plaquettes moulées à différentes températures. Ces modifications* sont dues principalement à la dégradation des pigments contenus dans le concentré.

Le présent projet de recherche ne vise pas à trouver des solutions pour chacun de ces problèmes. Par contre, il se veut un travail expérimental ayant pour objectif de vérifier si certains colorants affectent la qualité du produit fini (propriété mécanique) ou le procédé d'injection (indice de fluidité, retrait).

1.8 Recherche actuelle sur les colorants

Il existe peu de travaux de recherche sur les colorants, la majorité traitent principalement d'un seul colorant voire même un seul pigment. De plus l'accent de ces recherches est fortement orienté vers la chimie moléculaire des polymères. Nous notons toutefois les principaux travaux de recherche qui s'apparentent au nôtre et qui nous permettent de croire que l'impact de la coloration des thermoplastiques est considérable pour le transformateur.

Le travail de Louis L. Seivard (1979) note les différences plus qu'appréciables de la grosseur des particules d'un pigment à l'autre. Par exemple, le diamètre moyen d'une particule de dioxyde de titane se situe entre 0.2 et 0.3 micron, tandis que celui des phtalocyanines est beaucoup plus petit (0.05 microns).

Nous comprenons de ce travail que l'espace microscopique entre les chaînes polymériques varie considérablement en fonction des pigments utilisés pour la coloration du produit. De plus l'auteur laisse percevoir qu'il est fort probable que les propriétés du polymère soient ainsi transformées.

La deuxième étude que nous citons est celle de John P. Graff (1981). Elle nous laisse croire que les colorants affectent les

propriétés des polymères. Celui-ci explique que les polymères teints se comportent différemment face aux variables suivantes :

- la couleur du polymère naturel;
- les stabilisateurs;
- les renforts;
- les lubrifiants;
- la migration des pigments;
- les réactions chimiques.

Il conclut que la teinte des thermoplastiques modifie :

- les propriétés électriques de ceux-ci;
- leur résistance à l'impact;
- leur taux de rétrécissement;
- leur résistance chimique.

Cependant il ne donne aucune quantification de la variation de ces propriétés. Selon lui, il considère que le travail d'évaluation des variations de propriété dues au changement de couleur d'un polymère, relève des industriels. Il existe trop de combinaisons matières et pigments pour entreprendre une étude de ce genre. Le transformateur n'utilise que quelques combinaisons (pigment-matière), il peut ainsi analyser à fond leurs impacts sur les produits finis.

Le troisième travail que nous citons est celui de F.J. Morpeth (1977). Il traite des méthodes de colorations utilisées dans l'industrie de transformation des matières plastiques en général. Il conclut en affirmant qu'aucune des méthodes (les quatre méthodes ont été cités dans la partie précédente de ce travail) n'est vraiment supérieure.

Le quatrième travail porte sur les grandes familles de pigments servant à la coloration des polymères. L'auteur, R.E. Fielden (1981), explique les précautions que l'on doit prendre lorsque l'on fabrique des colorants. Il cite les avantages de certains groupes de pigment. Nous avons traité de ce sujet juste auparavant.

Dan Y. Perera et D. Vanden Eynde (1981), ont orienté leur travaux sur l'effet de trois pigments (dioxyde de titane, oxydes de fer rouge et jaune) sur les contraintes internes générées dans le polymère lors de l'extrusion de revêtement. Un seul matériel a été étudié: le PVC.

L'influence du noir de carbone en haute concentration dans les polymères fait partie du travail de recherche mené par Gary A. Campbell (1978). Celui-ci porte son intérêt sur les polymères avec de fortes concentrations d'adjuvant ou encore des renforts.

Les autres travaux de recherche qui se rapportent aux colorants sont axés sur la fabrication de ceux-ci, soit le procédé d'extrusion, les extrudeurs eux-mêmes ou encore sur les filières pour l'extrusion.

La recherche bibliographique que nous avons effectuée ne nous a pas permis de trouver de travail similaire au nôtre. Conséquemment à tous ces travaux, notre travail de recherche tire son originalité du fait qu'il traite de l'influence de dix pigments sur des propriétés reliées aux produits finis du moulage par injection.

CHAPITRE II

2. STRATEGIE

Pour l'industriel oeuvrant dans le moulage par injection des thermoplastiques, il est important de savoir si le fait de colorer un polymère affecte la qualité de son produit, c'est-à-dire si les propriétés mécaniques de base telles la contrainte au seuil, l'impact IZOD et la densité sont modifiées de façon significative.

Ce projet a été élaboré en collaboration avec deux industries; et le cheminement que nous avons suivi a été dicté par leurs besoins. L'approche choisie est basée principalement sur l'expérimentation. Nous traitons dans cette partie de la stratégie d'essai préconisée en vue de répondre à nos objectifs de départ. Nous décrivons les étapes poursuivies en définissant tout d'abord le matériel, choisi, les colorants et les pigments étudiés, les propriétés analysées de même que les méthodes expérimentales utilisées.

2.1 Entente Université-Industrie

La réussite d'un tel projet nécessitait la collaboration de l'industrie de transformation qui utilise les colorants, ainsi que de celle qui les distribue. Pour ce qui est du choix de l'industrie de transformation, nous avons travaillé principalement avec IPL Inc.. Il s'agit d'un des leaders (l'une des industries de pointe) dans le secteur du moulage par injection au Canada. IPL Inc. a son siège social à St-Damien de Bellechasse dans la région de Québec. La participation de cette entreprise fut appréciable du fait qu'elle nous a permis l'accès aux locaux de son laboratoire de recherche pour pouvoir évaluer les propriétés des mélanges ainsi que pour effectuer le moulage des éprouvettes.

Un autre avantage de cette entente fut l'échange au niveau des connaissances pratiques et théoriques. M. Jean-Marie Chabot, vice-président Recherche et Développement chez IPL Inc. fut notre principal conseiller industriel lors de la définition de notre stratégie d'expérimentation et aussi tout au long de ce projet.

Le deuxième partenaire industriel impliqué dans ce projet est le fabricant de colorants Korlin Concentrate Inc. Celui-ci a son siège social à Brandford, Ontario. Il nous a fourni la composition exacte de chacun des colorants que nous avons étudiés. Sans cette information, nous ne pouvions effectuer les régressions permettant de vérifier la

relation entre le pourcentage de pigment et les propriétés du polymère teint.

IPL Inc. a accepté de signer un protocole de confidentialité et de non production de concentré avec Korlin Concentrate pour l'obtention de ses composantes. Le projet étant supervisé par deux fabricants, nous avons donc orienté celui-ci afin de répondre à leurs besoins particuliers. Nous allons maintenant traiter du choix de chacun des paramètres, des colorants ainsi que des pigments étudiés, mais auparavant nous définissons clairement nos objectifs.

2.2 Les objectifs

Le problème de la coloration étant très complexe, nous avons dû limiter nos objectifs. Le premier consiste à vérifier s'il existe une relation entre la couleur d'un produit (éprouvette) et la valeur de certaines propriétés. Par exemple, vérifier si la contrainte au seuil des produits moulés avec un colorant jaune est semblable d'un jaune à l'autre. Pour réaliser cet objectif, nous avons moulé vingt colorants différents.

Le deuxième objectif découle de la fabrication même des colorants. Ceux-ci étant constitués de plusieurs pigments, notre objectif consiste à vérifier s'il est possible de prédire les variations de certaines propriétés en connaissant la composition exacte des concentrés utilisés.

Nous avons développé un modèle mathématique prédisant la valeur d'une propriété à partir de la composition d'un colorant. Pour ce faire, nous avons analysé dix pigments avec des concentrations différentes.

2.3 Les propriétés étudiées

Le choix des propriétés étudiées, est relié en grande partie aux équipements disponibles et aux besoins de l'industrie qui exigeait de connaître l'influence d'un colorant au niveau des propriétés mécaniques et de la mise en forme.

Nous avons donc choisi les propriétés suivantes au niveau de la mise en forme:

- l'indice de fluidité;
- le retrait longitudinal d'une plaque;
- le retrait transversal d'une plaque;
- le retrait selon l'épaisseur d'une plaque;
- le poids de la pièce.

Nous relevons 9 valeurs, puisque nous mesurons le retrait transversal et le retrait selon l'épaisseur en trois endroits, pour chacune des éprouvettes moulées. Nous accordons une importance capitale à l'étude du retrait puisqu'une légère variation de celui-ci implique une variation importante des mesures de la pièce.

Considérons par exemple, la fabrication d'une règle de 30.48 cm (approximativement 12 po.); le client veut avoir une règle de 30.49 cm \pm 0.01 cm. Nous savons que le retrait d'un polyéthylène haute densité peut varier de 0.017 cm/cm à 0.027 cm/cm. En conséquence, le fabricant du moule doit tenir compte du retrait s'il veut obtenir la précision exigée et une productivité acceptable (conditions de moulage optimisées). Pour la règle de 30.49 cm, cette variation de retrait implique une variation de \pm 0.015 cm, ce qui représente plus que la tolérance permise.

Le concepteur est aux prises avec le calcul du retrait pour obtenir un produit conforme aux tolérances exigées, l'importance du retrait devient encore plus importante lorsque la dimension de la pièce augmente. En effet, puisque le retrait est donné par unité de longueur (augmente proportionnellement avec le nombre d'unités) et qu'il est étroitement relié à la perte de charge lors de l'écoulement de la matière, le phénomène est plus important lorsque l'écoulement de la matière est importante

Si nous revenons à notre exemple de règle et supposons que le moule a été fabriqué, que les essais de mise en production ont été effectués et que le produit correspond aux exigences du client (pour une règle produite avec un polyéthylène haute densité non-coloré). La dimension

de la règle se situe entre 30.482 et 30.492. Si nous utilisons un concentré qui affecte le taux de rétrécissement de la matière, nous risquons de nous retrouver en dehors des limites permises. Ainsi nous comprenons l'importance de prédire le retrait pour des pièces colorées, avant la fabrication du moule, car la production doit se faire avec un seul moule de dimensions fixes.

Généralement, il est possible de mouler un produit à différentes colorations avec le même moule, cependant nous devons sacrifier la productivité du produit et réduire ainsi la profitabilité de celui-ci. Le fait de connaître le taux de retrait pour toutes les teintes voulues, nous permet d'optimiser les dimensions du moule pour diminuer les pertes de productivité.

Ces données concernant le retrait sont donc vitales pour l'industrie car le retrait affecte directement la profitabilité des produits moulées.

Pour les propriétés mécaniques, nous nous sommes limités à:

- la densité;
- la contrainte au seuil haut;
- la contrainte au seuil bas;

FIGURE VI

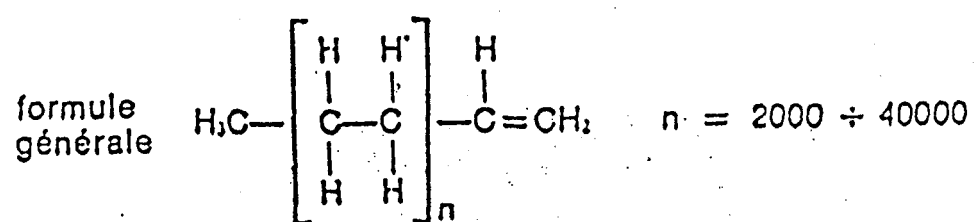


Figure VI : Schéma de la structure moléculaire du polyéthylène haute densité. La figure est tirée du livre de Trotignon J.P., (1981).

- le pourcentage d'élongation à la rupture;
- la contrainte à la rupture;
- la résistance à l'impact.

2.4 Le matériau étudié

Le matériau étudié est le polyéthylène haute densité, car c'est le polymère le plus couramment utilisé dans l'industrie du moulage par injection, principalement dû au fait que son coût de production est relativement bas. Le processus général à partir du produit naturel est le suivant :

pétrole ... éthylène... polyéthylène.

La macro-molécule de base du polyéthylène est composée d'une chaîne dont le motif répétitif est le monomère de base, soit l'éthylène C_2H_4 . Le schéma de structure est représenté à la figure VI, accompagné du schéma de la chaîne moléculaire.

La structure est dite linéaire et c'est ce qui caractérise les thermoplastiques, à savoir une matière susceptible de se ramollir chaque fois qu'elle est chauffée à une température suffisante; on dit alors que la matière est douée de thermoplasticité.

Le polyéthylène se présente comme un matériau semi-cristallin; il se situe alors entre les corps purs solides élastiques (solide de Hooke) et les liquides parfaits (liquide de Newton, sans viscosité). Le comportement mécanique du polyéthylène est semblable à celui des matériaux viscoélastiques.

Le polyéthylène étudié a les caractéristiques suivantes:

- l'indice de fluidité : 7.5 g/10 min.
- la densité : 0.955 g./ cm³
- la contrainte au seuil : 25.5 MPa.
- le % d'élongation à la rupture : 1250 %
- la contrainte à la rupture : 20 MPa.
- le taux de rétrécissement : 0.017 cm/cm
- la coloration : translucide

2.5 Choix des colorants

Dans le but de répondre à notre premier objectif, nous avons choisi plus d'un colorant par couleur. Les couleurs choisies sont des couleurs couramment utilisées dans les produits de la compagnie IPL Inc. et les colorants incorporés présentent des difficultés au niveau de la mise en forme ou encore au niveau du gauchissement des pièces.

TABLEAU II

Tableau de nomenclatures

CODE	COULEUR	NO-IPL	NO-KORLIN
CONC-00	NATUREL	AA	##-####
CONC-01	BLANC	BD	WH-7576
CONC-02	BLANC	BE	WH-7172
CONC-03	BEIGE	PD	BE-7472
CONC-04	BEIGE	PC	BE-7410
CONC-05	JAUNE	HA	YE-7155
CONC-06	JAUNE	HE	YE-7413
CONC-07	JAUNE	HF	YE-7693
CONC-08	ORANGE	JC	OG-7427
CONC-09	ORANGE	JD	OG-7572
CONC-10	ORANGE	JA	OG-7164
CONC-11	ROUGE	FA	RD-7167
CONC-12	ROUGE	FC	RD-7430
CONC-13	VERT	LG	GR-7414
CONC-14	VERT	LH	GR-7610
CONC-15	VERT	LF	GR-7417
CONC-16	VERT	LD	GR-7168
CONC-17	GRIS	RA	GY-7720
CONC-18	BLEU	DE	BL-7438
CONC-19	BLEU	DA	BL-7174
CONC-20	BLEU	DD	BL-7172

Tableau II : Nomenclature de chacun des concentrés pour les partenaires industriels.

Nous avons donc fait une première sélection des colorants utilisés dans l'industrie en général. Puis, nous avons limité notre étude à ces vingt colorants, soit:

- | | |
|-------------|------------|
| - 2 blancs | - 2 rouges |
| - 2 beiges | - 4 verts |
| - 3 jaunes | - 1 gris |
| - 3 oranges | - 3 bleus |

Puisque les colorants portent une nomenclature différente pour chacun des partenaires industriels impliqués, nous avons défini un code que nous utiliserons maintenant tout au long de ce rapport. Le tableau II nous donne la correspondance de chaque code, pour chacune des industries.

2.6 Les pigments étudiés

Le choix de pigments étudiés est basé principalement sur la composition des colorants qui donnaient les déformations majeures au point de vue des pièces moulées et qui représentaient à la fois le plus gros volume d'achat pour IPL Inc.. De plus nous avons discuté ce choix avec nos partenaires industriels, pour travailler vers des objectifs communs.

2.6.1 Pigment 01

Le premier pigment étudié est l'acide titanique (rutile), (PI01); il est utilisé principalement dans la composition des blancs. Sa composition est la suivante:

- Dioxyde de titane (cristaux .18-.22 microns):	96.70 %
- Oxyde de zinc	0.02 %
- Alumine (Al_2O_3)	1.20 %
- Silice (SiO_2)	0.90 %
- Pentoxyde de phosphore	0.17 %
- Humidité et matières volatiles à 105°C	0.26 %
- Carbone organique	0.28 %
- Perte au feu	1.01 %

Nous le retrouvons dans seize concentrés étudiés, nous citons le pourcentage que représente leurs concentrations respectives:

CONC-01	39.8485 %	CONC-10	2.8085 %
CONC-02	48.6088 %	CONC-12	3.5319 %
CONC-03	31.1327 %	CONC-13	9.7430 %
CONC-04	45.1122 %	CONC-16	1.6647 %
CONC-05	21.0873 %	CONC-17	25.2289 %
CONC-06	27.0924 %	CONC-18	20.5982 %
CONC-08	8.3333 %	CONC-19	11.5181 %
CONC-09	4.1325 %	CONC-20	8.8595 %

2.6.2 Pigment 02

Le deuxième pigment choisi est le carbonate de calcium (PI02); nous le retrouvons dans quatorze des concentrés étudiés. La concentration (%) pour chacun de ceux-ci est:

CONC-01	18.000 %	CONC-13	35.000 %
CONC-03	12.000 %	CONC-15	31.000 %
CONC-07	15.000 %	CONC-16	32.000 %
CONC-08	14.700 %	CONC-17	27.000 %
CONC-09	19.500 %	CONC-18	24.000 %
CONC-11	15.000 %	CONC-19	26.500 %
CONC-12	5.000 %	CONC-20	22.400 %

2.6.3 Pigment 03

Le troisième pigment étudié est le titanate d'antimoine et de nickel (PI03). On le retrouve dans le CONC-07 et le CONC-14 avec des concentrations respectives de 11.5599 % et 37.0183 %.

Le choix de ce pigment se justifie par sa présence à un pourcentage élevé dans un concentré vert, couleur pour laquelle IPL Inc. connaît des problèmes de gauchissement.

2.6.4 Pigment 04

Le quatrième pigment est un sulfure de cadmium (PI04) avec une composition de sulfure de cadmium à 35 % et de sulfate de baryum à 65 %. Nous le retrouvons dans les deux concentrés suivant: CONC-05 et CONC-14 ayant une concentration respective de 22.82 % et de 16.7918 %.

2.6.5 Pigment 05

Le cinquième pigment est le titanate d'antimoine et de chrome (PI05). Il se retrouve dans la composition de quatre des colorants étudiés. Sa concentration (%) pour chacun des concentrés est de:

CONC-02	0.3866 %	CONC-07	31.8320 %
CONC-03	5.8523 %	CONC-17	1.4433 %

2.6.6 Pigment 06

Le sixième pigment (PI06) est le ferrite de zinc; il se retrouve principalement dans la composition des bruns. Cependant, il ne fait partie d'aucun de nos concentrés étudiés. Son choix se justifie par un usage important de concentré brun de la part de la compagnie IPL Inc.

2.6.7 Pigment 07

L'oxyde de fer est le septième pigment (PI07) que nous avons choisi; il se retrouve dans la composition de sept de nos concentrés, mais en faible concentration (%) telle que:

CONC-02	0.0028 %	CONC-14	0.5389 %
CONC-04	1.4821 %	CONC-15	0.7762 %
CONC-06	0.4527 %	CONC-16	0.5284 %
CONC-12	18.1814 %		

2.6.8 Pigment 08

Le sulfo-sélénure de cadmium (PI08), composé de sulfo-sélénure de cadmium à 50% et de sulfate de barium à 50 % est le huitième pigment étudié (PI08). Nous le retrouvons dans la composition des concentrés suivants avec un pourcentage de contraction de :

CONC-08	1.9380 %	CONC-11	32.2603 %
CONC-09	25.3593 %	CONC-20	0.3497 %
CONC-10	46.1678 %		

FIGURE VII

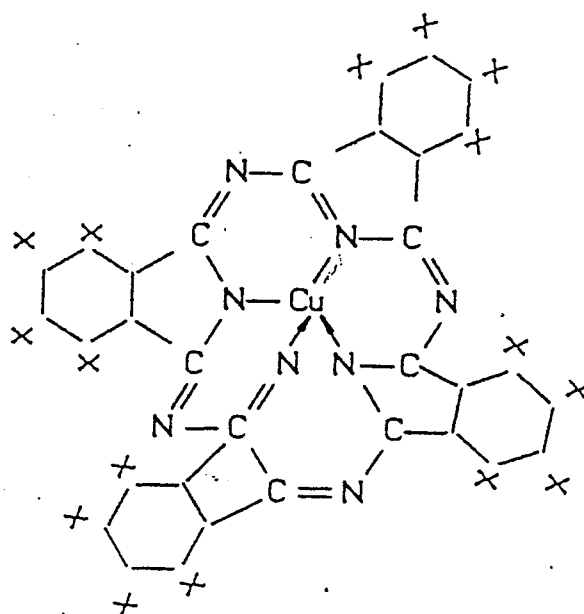


Figure VII : Shéma de la formule chimique du pigment 10.

2.6.9 Pigment 09

Le neuvième pigment (PI09) se retrouve pour sa part dans un seul des concentrés étudiés, soit le CONC-19 avec une concentration de 0.9233 %. Nous étudierons ce pigment car il compose le concentré qui a le plus grand taux de rejet pour une pièce moulée. Nous avons décidé de l'étudier en profondeur; ce pigment est l'ultra-marine (cristal de zéolite) $(\text{NA}_{(6-8)} \text{Al}_6 \text{Si}_6 \text{O}_{24} \text{S}_{(4-2)})\text{N}$.

2.6.10 Pigment 10

Enfin, le dernier pigment étudié est le polychloro-phtalocyanine cuivreux, (PI10), il se retrouve principalement dans les produits dont le taux de rétrécissement est élevé. Nous le retrouvons dans 6 des vingt concentrés étudiés avec leurs concentrations (%) respectives dont la liste est la suivante:

CONC-13	2.6930 %	CONC-18	4.2946 %
CONC-14	0.6510 %	CONC-19	10.2634 %
CONC-15	0.9631 %	CONC-20	11.3908 %

La figure VII illustre sa formulation chimique.

FIGURE VIII

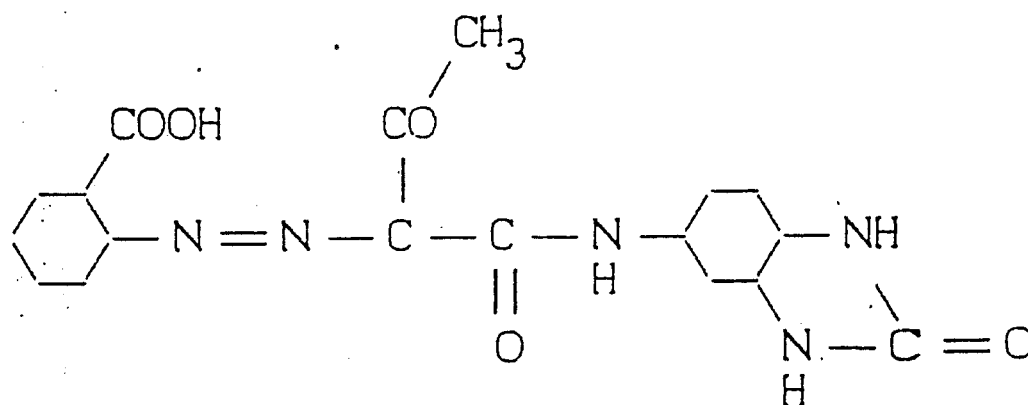


Figure VIII : Shéma de la formule chimique du pigment 12.

2.6.11 Pigments 11 à 20

Les pigments 11 à 20 sont les pigments qui composent les 20 concentrés étudiés, mais qui n'ont pas été évalués individuellement.

Le onzième pigment est le stéarate de calcium (PI11) et il est utilisé comme lubrifiant, ce qui explique que nous le retrouvons dans tous les mélanges et dans toutes les compositions. Il est généralement utilisé à 1 % de la composition du concentré.

Le douzième pigment (PI12) est le 5(2-(2'carboxyphenylazo)-acétoacetylamin) benzimidazolone. On le retrouve dans le CONC-05 et le CONC-07 à une concentration (%) respective de 6.0711 et 0.5747 %. La figure VIII illustre le schéma de sa formule chimique.

Le treizième pigment (PI13), que l'on retrouve généralement en faible quantité, est le noir de carbone; les concentrés suivants sont fabriqués avec celui-ci (concentration en pourcentage):

CONC-02	0.0018 %	CONC-09	0.0882 %
CONC-03	0.0150 %	CONC-10	0.0267 %
CONC-05	0.0146 %	CONC-17	0.2387 %
CONC-06	0.0320 %	CONC-19	0.0452 %
CONC-07	0.0334 %		

FIGURE IX

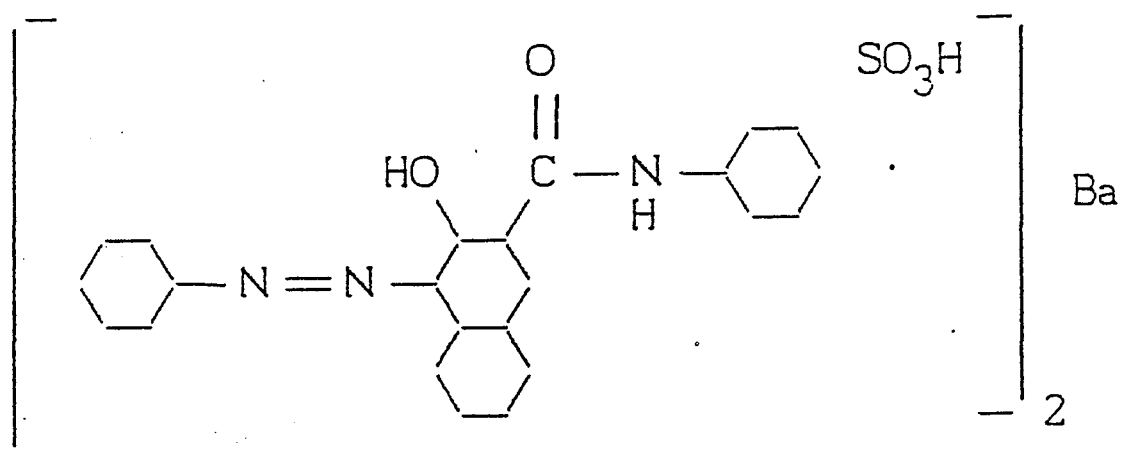


Figure IX : Shéma de la formule chimique du pigment 14.

FIGURE X

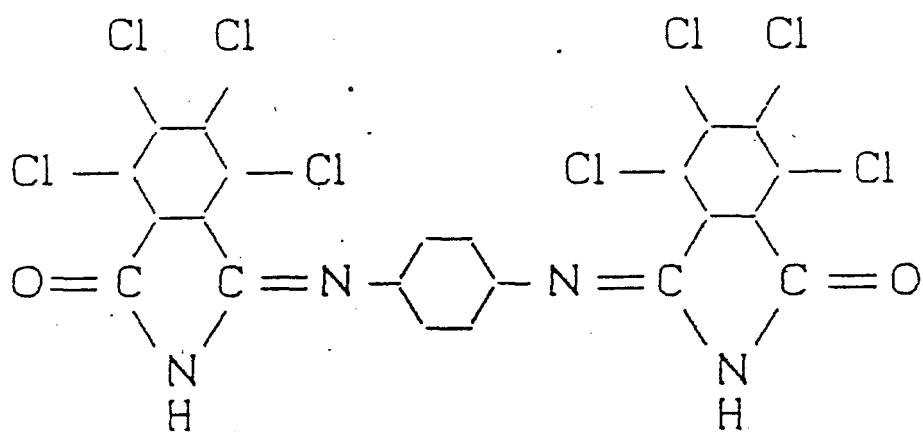


Figure X : Shéma de la formule chimique du pigment 18.

Le quatorzième pigment (PI14) est présent lui dans la formulation du CONC-11 avec une concentration de 1.7397. Il s'agit du monoazoïque laqué de baryum dont la représentation chimique est reproduite à la figure IX.

Le quinzième pigment (PI15) est le polychlorobromo phtalocyanine cuivreux (halogénéation 8-16). Nous le retrouvons dans la formulation des concentrés CONC-16, CONC-17 et CONC-18 à des concentrations respectives de 13.2203 %, 0.0897 % et 0.1072 %.

Le seizième pigment est le titanate d'antimoine de nickel et de chrome (PI16). Il se retrouve dans un des concentrés étudiés soit le CONC-16 avec une concentration de 1.5866 %.

Le dix-septième pigment (PI17) sert de son côté surtout à la fabrication du CONC-08; il s'agit du mollybdate de plomb cuivreux enduit de silice. Sa concentration est toutefois importante, étant de 13.4887 %.

Le tetrachlorosoindolinone est le dix-huitième (PI18) pigment composant un des concentrés étudiés. Il se retrouve avec une concentration de 2.4047 % dans le CONC-04. La figure X nous montre la formule chimique de ce pigment.

FIGURE XI

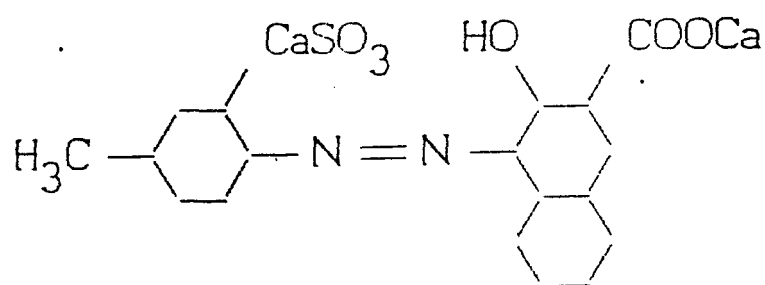


Figure XI : Shéma de la formule chimique du pigment 20.

TABLEAU III

NOMENCLATURE DES PIGMENTS
français \ anglais

PI01	ACIDE TITANIQUE (RUTILE) \ TITANIUM DIOXIDE
PI02	CARBONATE DE CALCIUM \ CALCIUM CARBONATE
PI03	TITANATE D'ANTIMOINE ET DE NICKEL \ NICKEL ANTIMONY TITANATE
PI04	SULFURE DE CADMIUM \ CADMIUM SULPHIDE
PI05	TITANATE D'ANTIMOINE ET DE CHROME \ ANTIMONY TITANATE CHROME
PI06	FERRITE DE ZINC \ ZINC FERRITE
PI07	OXYDE DE FER \ IRON OXYDE
PI08	SULFO-SELENIURE DE CADMIUM \ CADMIUM SUPHO-SELENIDE
PI09	ULTRA-MARINE (CRISTAL DE ZEOLITE) \ UTRAMARINE (ZEOLITE CRYSTAL)
PI10	POLYCHLORO-PHTALOCYANINE CUIVREUX \ \ POLYCHLORO-COOPER PHTALOCYANINE
PI11	STEARATE DE CALCIUM \ CALCIUM STEARATE
PI12	5 [2 (2'CARBOXYPHENYLAZO) -ACETACETYLAMINA] BENZIMIDAZOLON
PI13	NOIR DE CARBONE \ FURNACE CARBON BLACK
PI14	MONOAZOIQUE LAQUE DE BARYUM \ BARIUM LAKED MONOAZO
PI15	POLYCHLOROBROMO PHTALOCYANINE CUIVREUX \ POLYCHLOROBROMO COOPER PHTALOCYANINE
PI16	TITANATE D'ANTIMOINE DE NICKEL ET DE CHROME \ CHROME NICKEL ANTIMONY TITANATE
PI17	MOLYBDATE DE PLOMB CUIVREUX ENDUIT DE SILICE \ SILICA COATED LEAD CHROME MOLYBDATE
PI18	TETRACHLOROSOINDOLINONE
PI19	CHROMATE DE PLOMB ENDUIT D'ISOPYLESTER (ACIDE GRAS) \ ISOPROPYLESTER (FATTY ACID) COATED LEAD CHROMATE
PI20	SEL DE CALCIUM \ CALCIUM SALT

Tableau III : Nomenclature des pigments étudiés. La traduction anglais\français est faite au meilleur de notre connaissance. Les pigments 12 et 18 sont intraduisibles.

Le dix-neuvième pigment est le chromate de plomb enduit d'isopylester (acide gras) (PI19). Il se retrouve dans les quatre concentrés suivants:

CONC-06	21.4229 %	CONC-12	17.9600 %
CONC-08	10.5400 %	CONC-15	12.7374 %

Le vingtième pigment (PI20) est un sel de calcium. Sa formule chimique est représentée à la figure XI. On le retrouve à une concentration de 4.3267 % dans le CONC-12.

Le tableau III présente la nomenclature qui sera utilisée tout au long du présent rapport pour identifier chacun des 20 pigments étudiés.

Comme ce travail nécessite l'acquisition de plusieurs données expérimentales et de nombreux résultats des modèles mathématiques, nous regroupons toutes ces données dans un deuxième volume. L'objectif étant de rendre plus facile la lecture de ce document. En conséquence tous les appendices que nous citons lors de ce travail, se retrouvent dans le deuxième volume.

Nous trouvons à l'appendice "A", (volume 2), une description détaillée de la formulation de chacun des concentrés en fonction des pigments étudiés.

CHAPITRE 3

3. PHASE EXPERIMENTALE

Dans le cadre de ce projet de recherche, nous avons dû tout d'abord mouler des échantillons. Nous traitons de cette étape dans la première partie du présent chapitre. De plus, nous décrivons l'équipement utilisé, la procédure de moulage, la cueillette des données et nous présentons les résultats obtenus, sans toutefois discuter de la modélisation.

Nous enchainons avec le moulage des plaques pour le retrait, l'évaluation de l'indice de fluidité, de la densité, de l'essai de traction, de l'impact et du retrait. Pour chacun de ces facteurs, nous indiquerons l'équipement utilisé, la procédure d'essai et la méthode de cueillette des données tout en présentant les résultats.

3.1 Moulage des échantillons

Tous les échantillons utilisés pour vérifier l'indice de fluidité, la densité, l'impact et les données de l'essai de traction, ont été moulés simultanément à l'aide d'un moule multi-empreintes.

PHOTO X

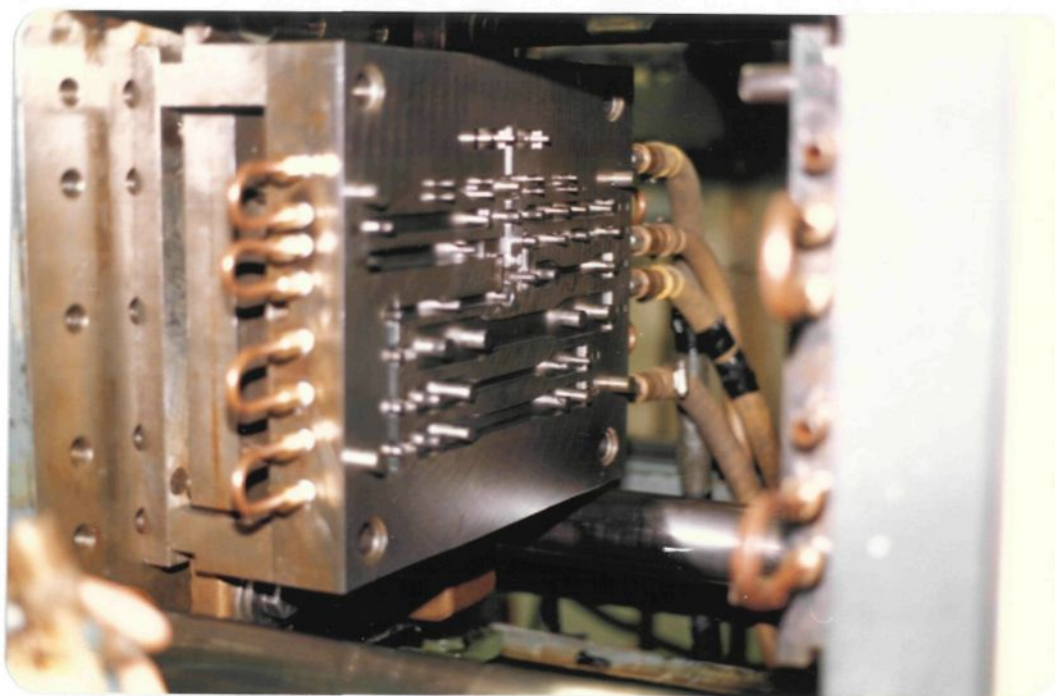


Photo X : Moule servant à la fabrication des éprouvettes pour l'évaluation des propriétés mécaniques. (Moule de la boratoire, propriété de I.P.L. inc.).

PHOTO XI

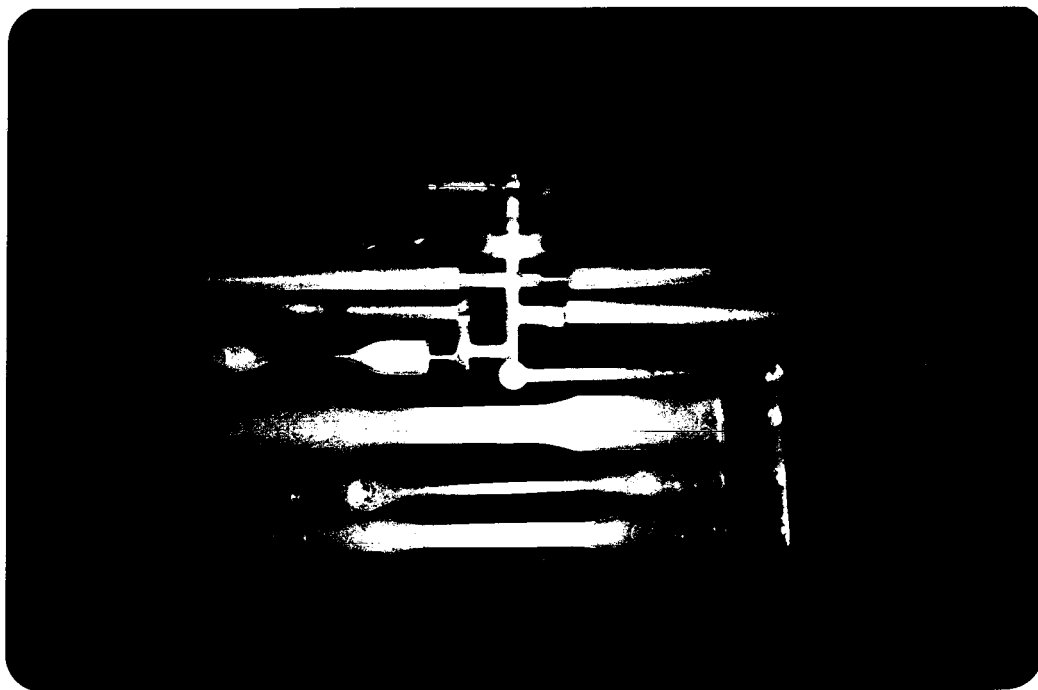


Photo XI : Echantillon des éprouvettes moulées. (Echantillons de laboratoire, propriété de I.P.L. Inc.).

PHOTO X

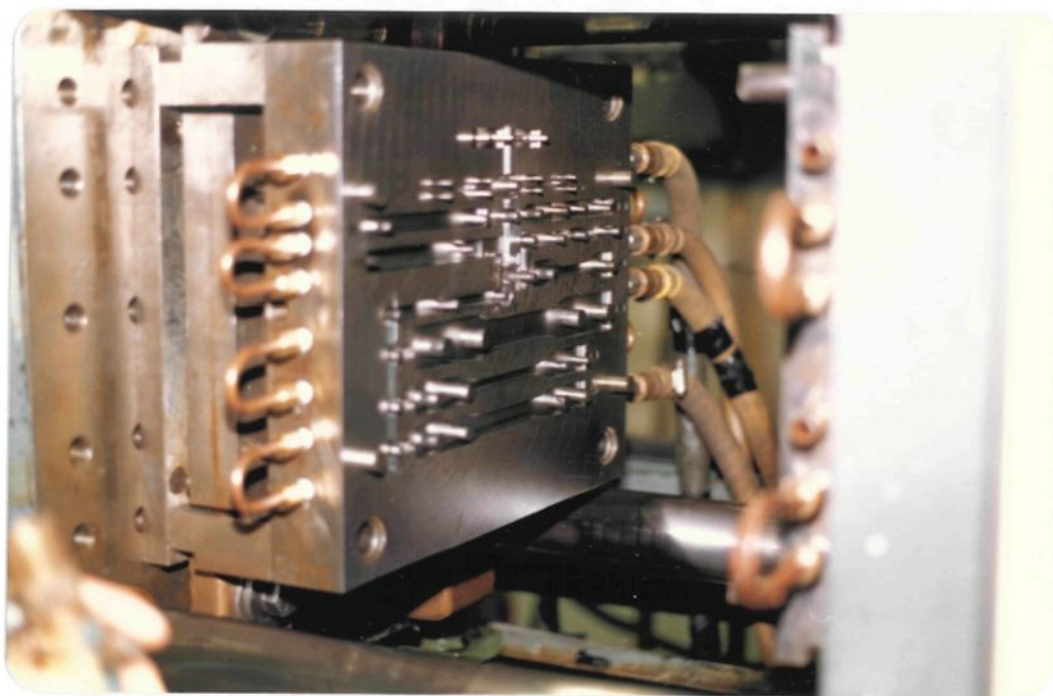


Photo X : Moule servant à la fabrication des éprouvettes pour l'évaluation des propriétés mécaniques. (Moule de la boratoire, propriété de I.P.L. inc.).

PHOTO XI

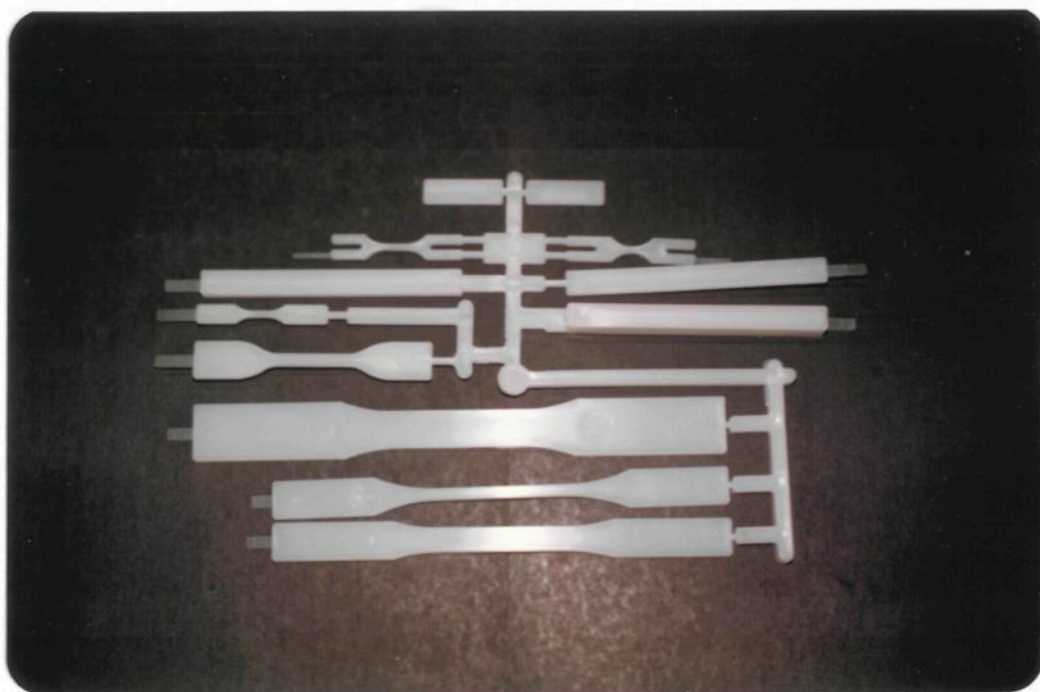


Photo XI : Echantillon des éprouvettes moulées. (Echantillons de laboratoire, propriété de I.P.L. Inc.).

FIGURE XII

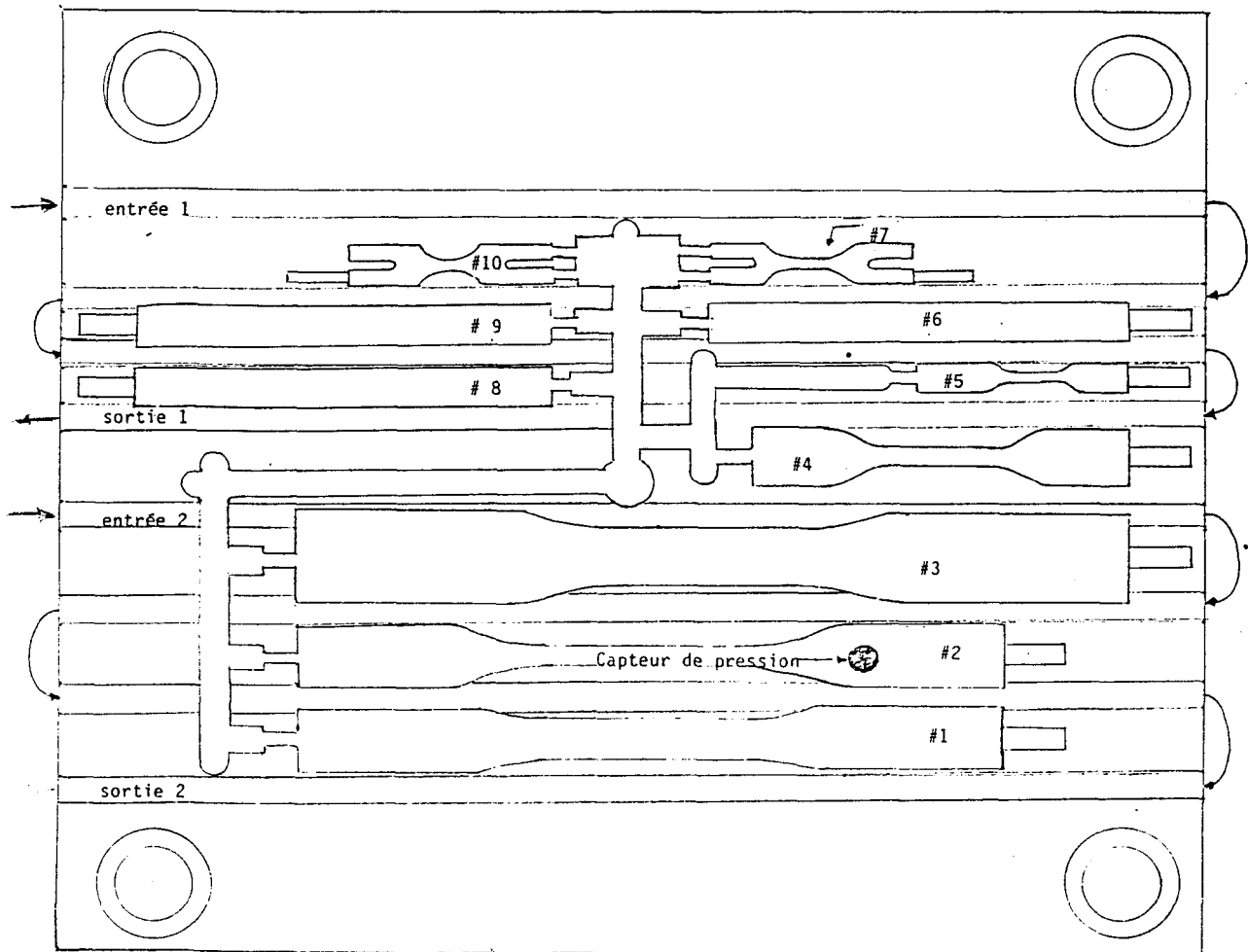


Figure XII : Schéma de la partie mobile du moule, montrant la position du capteur de pression dans la cavité 2 et les circuits réfrigérants 1 et 2.

FIGURE XIII

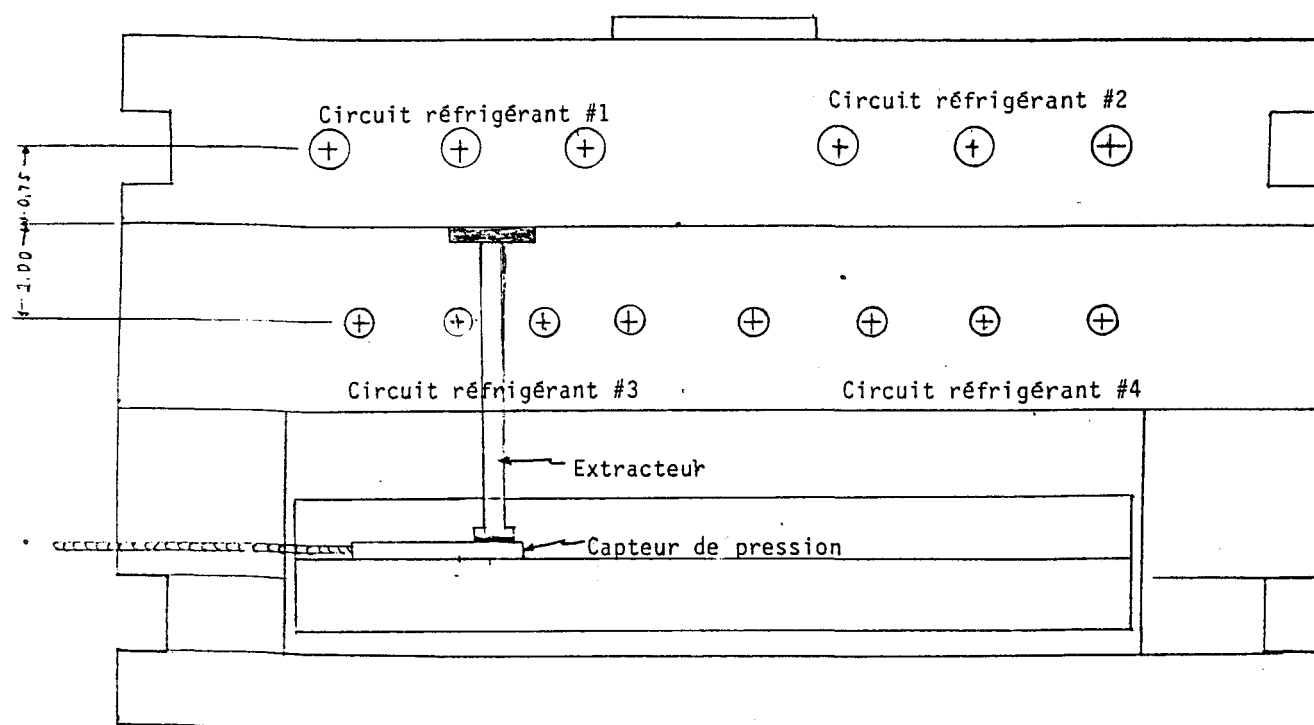


Figure XIII : Coupe schématique du moule démontrant la position du capteur de pression et la localisation des circuits réfrigérants 1 à 4.

TABLEAU IV

Caractéristiques du moule

Nom du moule	:	Moule éprouvette
Numéro du moule	:	Lab 02
Nombre d'empreintes	:	10
Volume des empreintes	:	110.6 cm ³
Type d'injection	:	carotte froide
Type d'éjection	:	éjecteur mécanique
Nombre de circuits réfrigérants	:	4
Liquide réfrigérant	:	eau
Dimensions hors tout - longueur	:	51 cm
- largeur	:	30.5 cm
- épaisseur	:	19 cm
Nombre de capteurs de pression	:	1
Nombre de thermocouples	:	aucun

Tableau IV : Caractéristiques du moule pour la mise en forme des éprouvettes.

Les conditions de mise en forme étant directement reliées aux propriétés du matériel, nous avons porté une attention toute spéciale tant aux équipements utilisés qu'aux conditions de moulage.

3.1.1 Le moule pour échantillons

Le moule utilisé est un moule de laboratoire à multi-empreintes (10 cavités); il permet de fabriquer les éprouvettes nécessaires à caractériser sommairement un polymère. La photo X montre la partie mobile du moule contenant les empreintes, tandis que la photo XI présente un échantillon des éprouvettes moulées.

Ce moule possède un capteur de pression dans l'empreinte numéro 2, tel que montré aux figures XII et XIII. Le contrôle du procédé s'effectue à cet endroit. La figure XII illustre aussi les circuits réfrigérants de la partie mobile du moule et la localisation du capteur de pression. La figure XIII, nous montre une coupe partielle du moule, nous permettant de visualiser la localisation des circuits réfrigérants et la position du capteur de pression sous l'extracteur. Les circuits 1 et 2 servent pour le refroidissement de la partie mobile et les circuits 3 et 4 pour le refroidissement de la partie fixe du moule.

Les principales caractéristiques du moule éprouvette sont représentées au tableau IV.

TABLEAU V

Caractéristiques de la presse

Type de fermeture	: fermeture à genouillère
Force de fermeture	: 120 tonnes
Capacité effective	: 180 cm ³
Capacité polystyrène	: 190 g
Débit d'injection maximum	: 145 cm ³ /sec.
Pression maximale (plastique)	: 1350 kg/cm ²
Rapport longueur / diamètre vis	: 18
Surface maximale de moulage	: 350 cm ²

Tableau V : Caractéristiques de la presse servant pour la mise en forme des éprouvettes.

FIGURE XIV

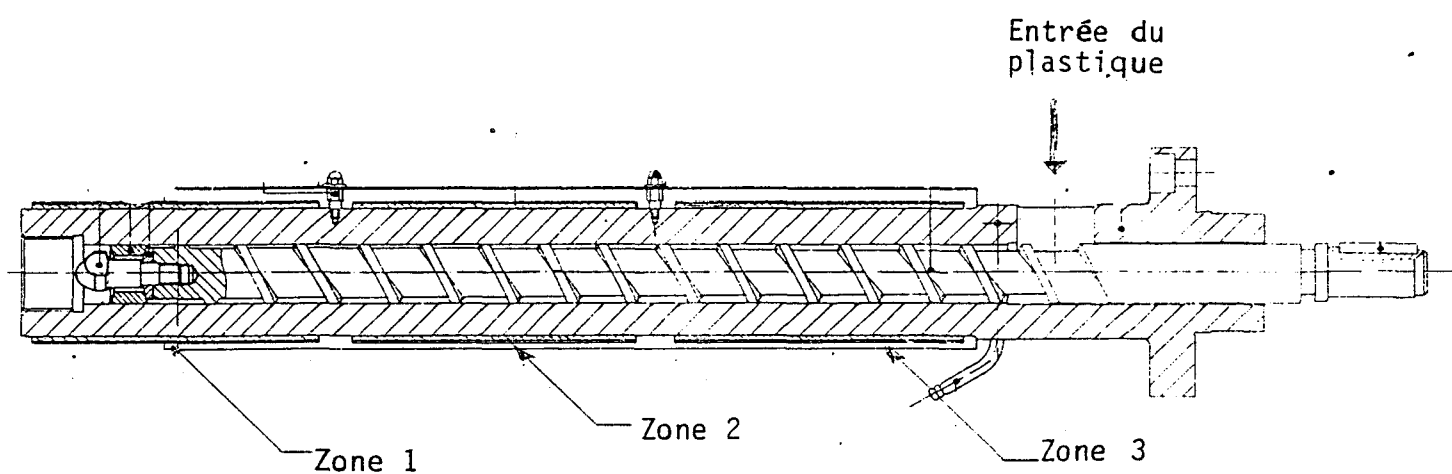


Figure XIV : Schéma des zones de chauffage du fourreau de la presse à injection. La figure est tirée du plan de la presse à injection.

PHOTO XII

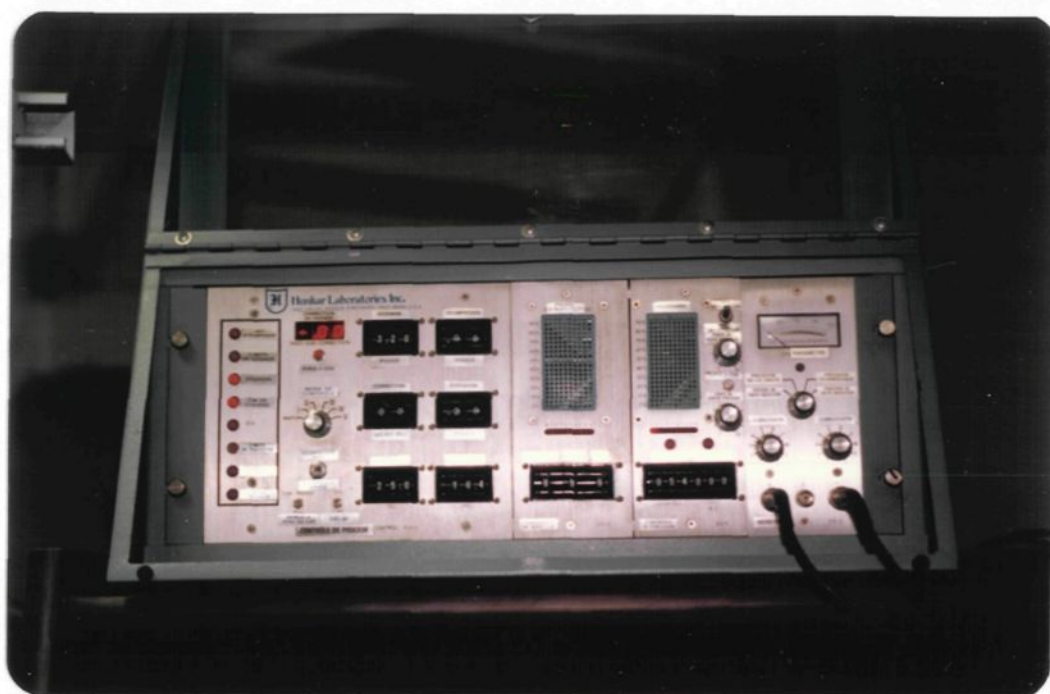


Photo XII : Contrôleur de procédé en boucle fermée (HUNKAR).
(Equipement, propriété de I.P.L. Inc.).

3.1.2 Presse à injection

La presse à injection qui a servi à la fabrication des échantillons est une presse de laboratoire. Elle a servi pour un projet de recherche concernant le retrait des thermoplastiques, celui-ci étant réalisé conjointement avec I.P.L. Inc. et l'Institut de Génie des Matériaux (I.G.M.) et le Conseil National de Recherche du Canada (C.N.R.C.). Cette presse est unique, elle est équipée de deux micro-processeurs, l'un servant au contrôle du procédé et l'autre à l'analyse statistique des données concernant le moulage.

La liste des principales caractéristiques de cette presse à injection est énumérée au tableau V. La figure XIV nous fait voir un schéma permettant d'identifier les zones de chauffage du fourreau.

3.1.3 Contrôleur de procédé

Le contrôleur de procédé utilisé (photo XII) opère en boucle fermée. L'auto-correction de la presse se fait sur la quantité de matière à injecter. Le contrôleur permet trois différents modes de contrôle: celui par la pression dans la cavité, celui par la pression hydraulique et celui par le coussin de matière.

Pour le moulage des échantillons, le contrôle se fait par le mode de la pression hydraulique, car le moule est un multi-empreintes et il

FIGURE XV

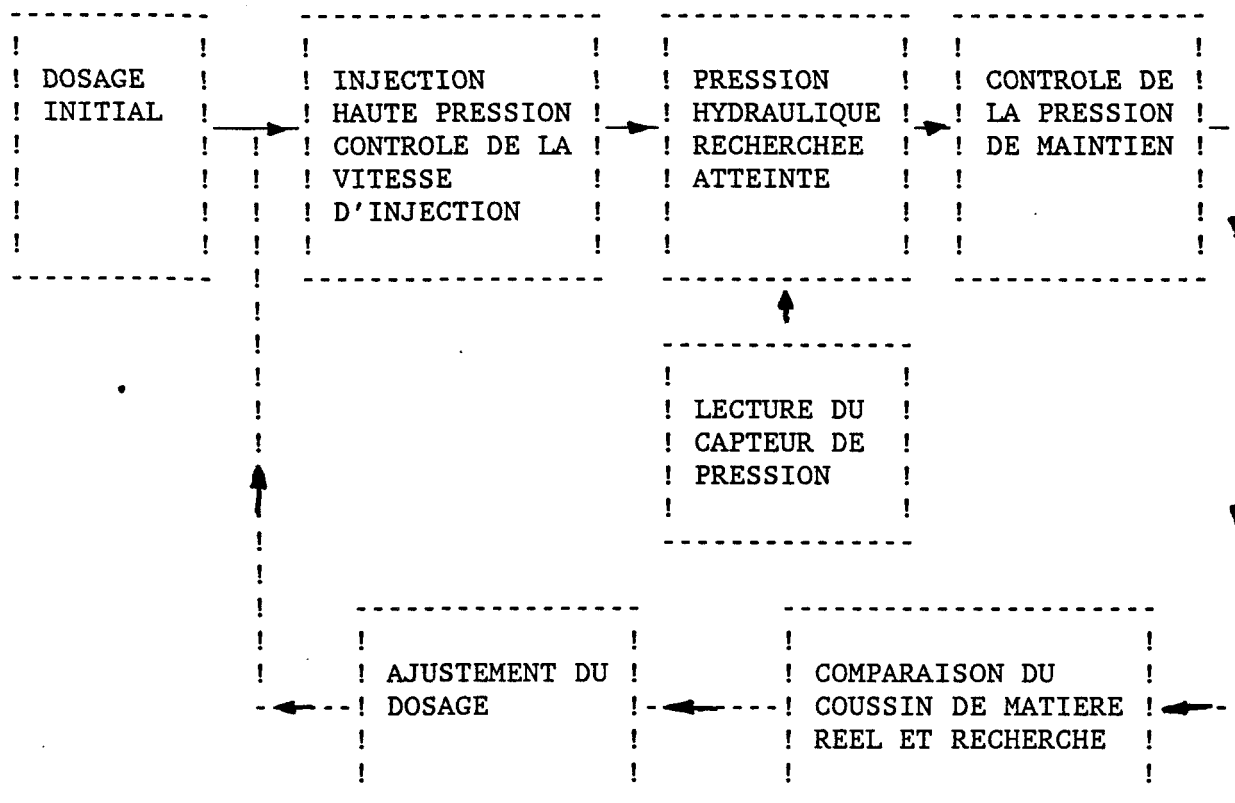


Figure XV : Schéma de contrôle par la pression hydraulique lors du moulage des échantillons qui serviront à l'évaluation des propriétés.

est muni d'un seul capteur. La pression hydraulique nous donne dans ce cas un meilleur contrôle, puisqu'elle représente l'ensemble du moule et non seulement un point localisé dans une cavité.

Pour bien comprendre le type de contrôle exercé, la figure XV nous présente un schéma de contrôle. L'injection se fait à haute pression jusqu'à ce que la pression hydraulique atteigne le point de contrôle. Tout au long de cette phase de remplissage, la vitesse d'injection est contrôlée suivant un profil précis (dix points de contrôle). Au moment où la pression hydraulique atteint l'objectif de contrôle, la phase de bourrage débute avec la pression de maintien; celle-ci est contrôlée en dix intervalles de même longueur mais de pression variable, c'est le profil de basse pression. Lorsque l'injection est terminée, le système vérifie si le coussin de matière (matière demeurée dans le cylindre de plastification) correspond à celui exigé; si le coussin est plus petit, le système augmentera le dosage ou encore diminuera celui-ci si le coussin de matière excède la quantité recherchée. L'auto-corrrection se fait sur la course du piston (dosage).

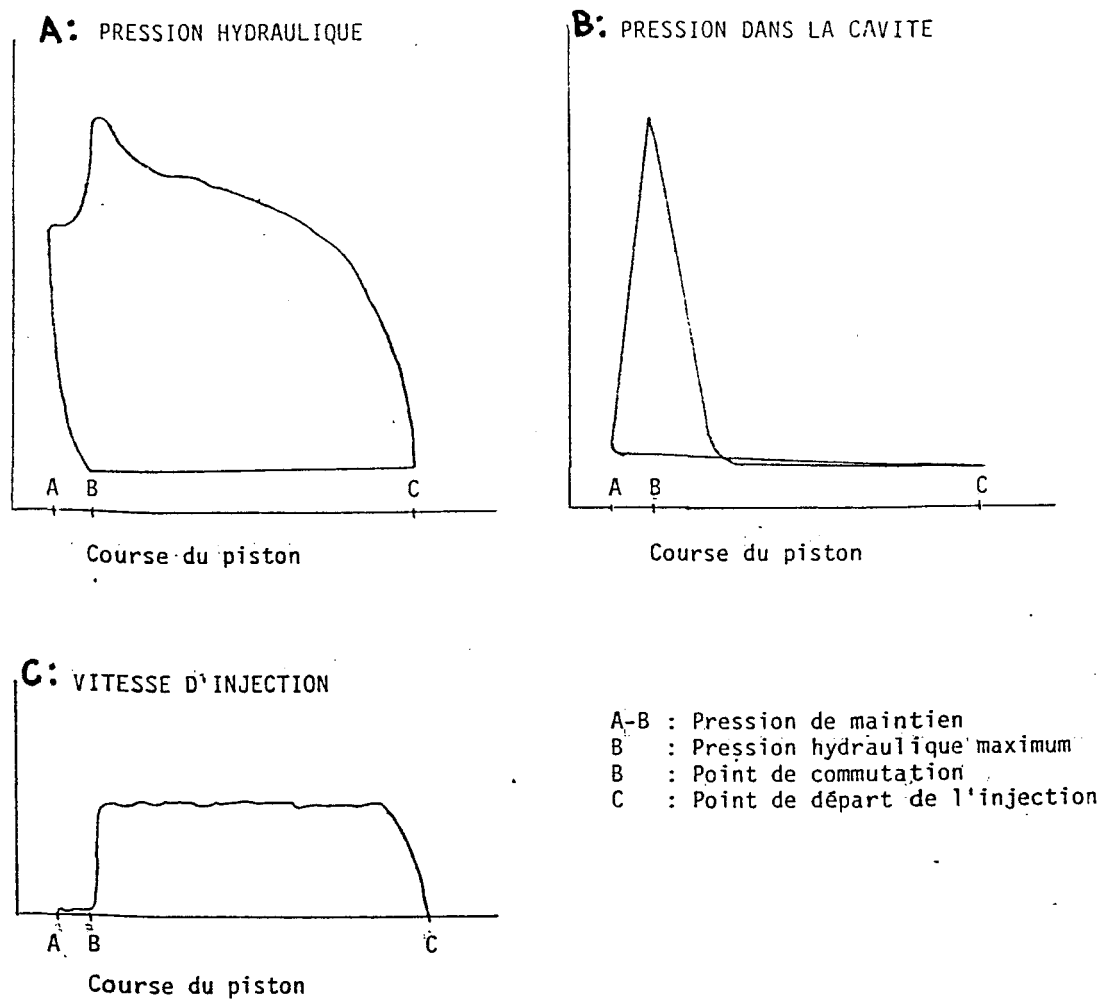
Le procédé a donc la possibilité de s'auto-corriger pour obtenir des conditions d'opération toujours similaires.

PHOTO XIII



Photo XIII : Système de cueillette de données statistiques relatives aux paramètres de moulage. (Équipement, propriété de I.P.L. Inc.).

GRAPHIQUE I



Graphique I : Paramètres de moulage enregistrés avec l'oscilloscope

- A) Graphique de la pression hydraulique;
- B) Graphique de la pression dans la cavité;
- C) Graphique de la vitesse d'injection en fonction de la course du piston.

3.1.4 Contrôleur statistique

La presse à injection utilisée possède aussi un système de cueillette de données statistiques se rapportant aux conditions de moulage (photo XIII). Ce contrôleur permet de vérifier avec exactitude le procédé en cours.

Il donne les valeurs de la moyenne et de l'écart-type pour chacun des paramètres suivants:

- Temps d'injection
- Temps de maintien
- Temps de plastification
- Temps de refroidissement
- Temps total du cycle
- Pression d'injection hydraulique (maximum)
- Pression d'injection dans l'empreinte (maximum)
- Pression de maintien moyenne (hydraulique)
- Pression de recul de l'unité d'injection (hydraulique)
- Dosage de la matière
- Température de la matière dans la buse

FIGURE XVI

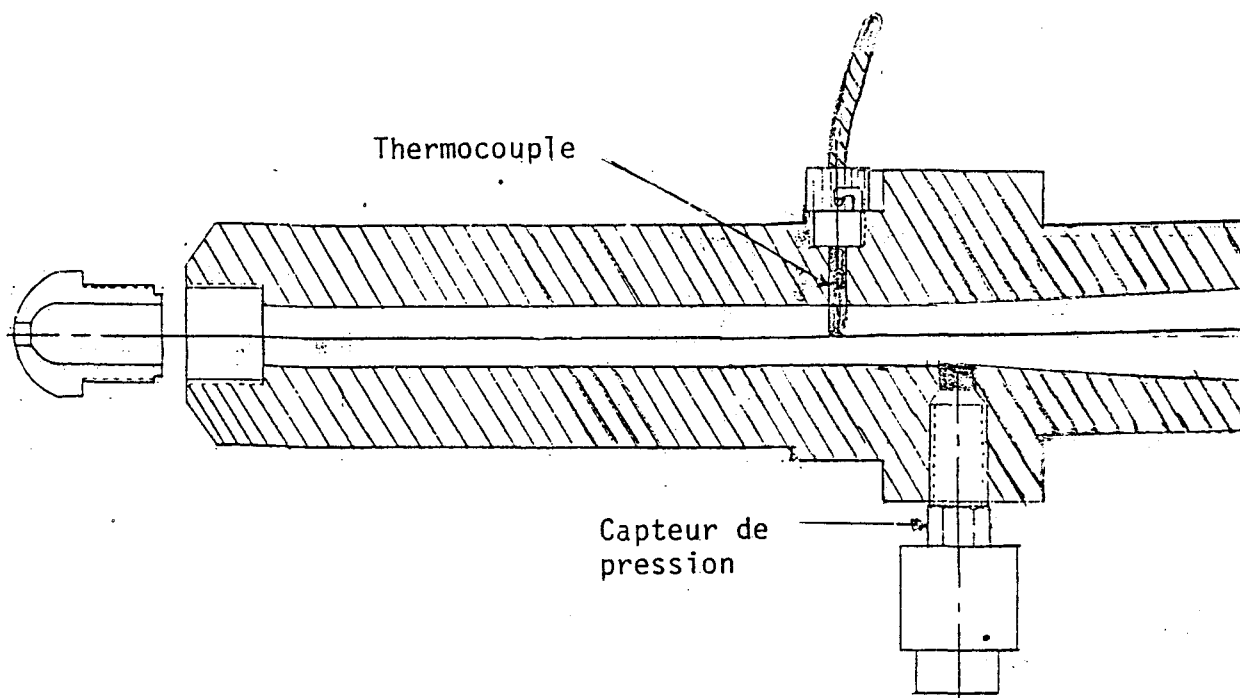


Figure XVI : Schéma de localisation du thermocouple dans la buse de la presse.

PHOTO XIV



Photo XIV : Contrôleur de température du réfrigérant. (Equipement, propriété de I.P.L. Inc.).

3.1.5 Oscilloscope

En plus de connaître les valeurs maxima de la pression hydraulique et de la pression dans l'empreinte, un oscilloscope permet de visualiser: les courbes de la pression hydraulique, la pression dans la cavité et la vitesse d'injection, en fonction du déplacement du piston. Le graphique I reproduit un exemple de chacune de ces courbes.

Ces courbes donnent des valeurs qualitatives au niveau du contrôle du procédé et des conditions de moulage utilisées. Par exemple, on peut vérifier facilement le rapport entre la pression de maintien et la pression d'injection maximum.

Pour compléter l'équipement de la presse, un capteur de pression hydraulique est installé à l'entrée du cylindre d'injection, en plus d'un potentiomètre linéaire pour la mesure du dosage et d'un thermocouple à l'intérieur de la buse du cylindre (figure XVI). Ainsi la fabrication des éprouvettes est minutieusement contrôlée et vérifiée à chaque étape du moulage.

3.1.6 Système de refroidissement du moule.

Pour mieux contrôler le procédé, nous devons contrôler la température du moule. Ainsi, deux contrôleurs de température (photo XIV), servent à maintenir la température du réfrigérant (eau) à une

PHOTO XV

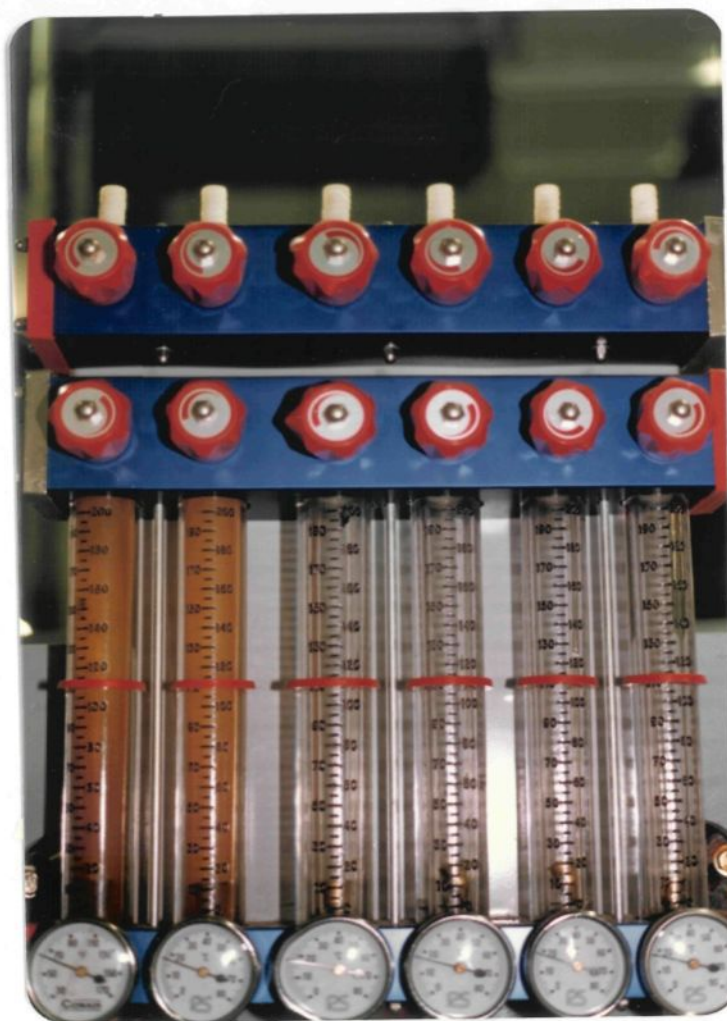


Photo XV : Débitmètres régularisant le réfrigérant dans chacun des circuits du moule. (Equipement, propriété de I.P.L. Inc.).

FIGURE XVII

ETAPE		HEURE		
DEMARRAGE		08:00 à 08:30	XX	
MISE EN OPERATION		08:30 à 09:00	XXX	Y
MATERIEL BASE	PI01.00	09:00 à 09:45	YYY	
TRANSITION		09:45 à 10:15		XY
CONCENTRE 1	PI01.10	10:15 à 11:00	YYY	
TRANSITION		11:00 à 11:30		XY
CONCENTRE 2	PI01.20	11:30 à 12:15	YYY	
TRANSITION		12:15 à 12:45		XY
CONCENTRE 3	PI01.30	12:45 à 13:30	YYY	
TRANSITION		13:30 à 14:00		XY
CONCENTRE 4	PI01.40	14:00 à 14:45		YYY
TRANSITION		14:45 à 15:15		XY
CONCENTRE 5	PI01.50	15:15 à 16:00		YYY
ARRET DE LA PRESSE		16:00 à 16:30		XX

Figure XVII : Plan d'opération pour le moulage des échantillons avec pigments à diverses concentrations.
 N.b. Le "Y" correspond a un échantillonnage.

température fixe; l'un pour la partie fixe du moule et l'autre pour la partie mobile. De plus, un système de débitmètres permet de contrôler la quantité de réfrigérant dans chacun des circuits réfrigérants du moule (photo XV). Nous assurons ainsi une température constante et indépendante dans chacune des parties du moule.

3.1.7 Procédure de moulage.

Le moulage des éprouvettes est effectué selon une procédure qui assure la répétition journalière du fonctionnement de la presse à injection jour après jour, en plus de sélectionner des échantillons et d'atteindre un régime permanent pour chacun des différents colorants évalués.

La journée d'expérimentation est divisée en sept (7) parties pour le moulage des éprouvettes qui concernent l'étude des pigments à diverses concentrations, et en six (6) parties pour celle du moulage des colorants.

3.1.7.1. Moulage des échantillons avec pigments à diverses concentrations

La figure XVII représente chacune des étapes d'une journée d'expérimentation pour le moulage des pigments. Au cours de la première demi-heure, la phase de démarrage est en cours; il faut atteindre les

TABLEAU VI

Recette pour le mélange des pigments

No	Polyéthylène haute densité g.	Polyéthylène basse densité g.	Pigments ## g.	Lubrifiant Pigment 11 g.
PI##.00	99.49	0.50	0.00	0.01
PI##.10	99.39	0.50	0.10	0.01
PI##.20	99.29	0.50	0.20	0.01
PI##.30	99.19	0.50	0.30	0.01
PI##.40	99.09	0.50	0.40	0.01
PI##.50	98.99	0.50	0.50	0.01

Tableau VI : Recette des mélanges pour le moulage des échantillons avec pigments à diverses concentrations.

températures requises pour le cylindre de plastification et pour le moule; c'est la phase de démarrage de la presse à injection.

Après cela, la presse est mise en opération aux conditions voulues pour une durée d'une (1) heure. L'objectif est d'atteindre le régime permanent de la presse à injection. Cela se produit lorsque la température du moule et celle de l'huile pour les pressions hydrauliques sont stabilisées, et que les températures du cylindre de plastification sont sous contrôle. Ceci termine l'étape de vérification journalière.

Pour les autres étapes, il s'agit de la même procédure, sauf que la matière moulée est différente d'une étape à l'autre. Elles ont une durée d'une (1) heure et, pour chacune d'elles, nous effectuons un échantillonnage de cinq (5) pièces à toutes les quinze (15) minutes. Une zone de transfert de matériel d'une demi-heure est nécessaire.

L'étude d'un pigment se fait en cinq étapes. Nous moulons en premier lieu le matériel naturel pour vérifier à chaque journée d'expérimentation si notre procédé est sous contrôle. Pour ce faire, la recette utilisée est représentée au tableau VI. La nomenclature pour les étapes correspond au numéro du pigment étudié, suivi du pourcentage de celui-ci contenu dans le mélange.

FIGURE XVIII

ETAPE	HEURE	
DEMARRAGE	8:00 à 08:30	XX
MISE EN OPERATION	8:30 à 09:00	XXXY
MAT. BLANC (00)	9:00 à 09:45	YYY
TRANSITION	9:45 à 10:30	XXY
CONCENTRE 1 (01)	10:30 à 11:15	YYY
TRANSITION	11:15 à 12:00	XXY
CONCENTRE 2 (02)	12:00 à 12:45	YYY
TRANSITION	12:45 à 13:30	XXY
CONCENTRE 3 (03)	13:30 à 14:15	YYY
TRANSITION	14:15 à 15:00	XXY
CONCENTRE 4 (04)	15:00 à 15:45	YYY
TRANSITION	15:45 à 16:30	XXY
CONCENTRE 5 (05)	16:30 à 17:15	YYY
ARRET	17:15 à 17:45	XX

Figure XVIII : Plan d'opération pour le moulage des échantillons avec les concentrés 01 à 20.
N.b. Le "Y" correspond a un échantillonnage.

Les éprouvettes moulées ne contiennent en fait que 0.0 à 0.5% de pigment. Ceci a pour but d'étudier la plage de concentration utilisée dans l'industrie, le concentré étant généralement composé de 50 % de mélange maître (polyéthylène basse densité) et de 50 % de pigment. Le pigment 11, servant de lubrifiant, est ajouté à tous les mélanges. Le polyéthylène basse densité utilisé remplace le mélange maître que l'on retrouve dans un concentré.

3.1.7.2 Moulage des éprouvettes avec concentrés

La procédure pour le moulage des éprouvettes colorées (CONC-00 à CONC-20) est similaire à celle énumérée précédemment, sauf que le temps de transfert est de quarante-cinq (45) minutes, car il faut s'assurer que l'ancienne couleur soit bien écoulée lors du nettoyage de la vis avec de la matière vierge et du mélange nettoyant. La figure XVIII, nous montre le schéma d'expérimentation.

3.1.8 Conditions d'opération

Pour le moulage des éprouvettes normalisées nous fixons tous les paramètres de moulage, et seul le matériel diffère d'une étape à l'autre. Les conditions de base établies sont celles recommandées par le fournisseur de matière première Dow Chemicals (Canada). Lorsque les éprouvettes sont moulées sous ces conditions, nous obtenons des valeurs de propriétés similaires d'un laboratoire à un autre.

TABLEAU VII

DESCRIPTION	VALEUR
Température du réfrigérant pour les circuits 1 et 2	: 21 °C
Débit du réfrigérant pour les circuits 1 et 2	: 1.2 L/S
Température du réfrigérant pour les circuits 3 et 4	: 21 °C
Débit du réfrigérant pour les circuits 3 et 4	: 1.2 L/S
Température du fourreau, zone arrière	: 165 °C
Température du fourreau, zone centrale	: 210 °C
Température du fourreau, zone avant	: 215 °C
Température de la buse	: 215 °C
Rotation de la vis	: 100 RPM
Pression hydraulique maximum	: 75 Bars
Pression de maintien moyenne	: 50 Bars
Temps de maintien	: 10 sec.
Cycle complet	: 30 sec.
Autocorrection du dosage	: 0.03 cm
Dosage	: 7.70 cm
Profil de pression de maintien plat	
Profil de vitesse d'injection plat	

Tableau VII : Conditions de mise en forme pour le moulage
des échantillons.

TABLEAU VIII

COND01:	Température du réfrigérant à l'entrée du circuit 1.
COND02:	Température du réfrigérant à la sortie du circuit 1.
COND03:	Débit du réfrigérant à la sortie du circuit 1.
COND04:	Température du réfrigérant à l'entrée du circuit 2.
COND05:	Température du réfrigérant à la sortie du circuit 2.
COND06:	Débit du réfrigérant à l'entrée du circuit 3.
COND07:	Température du réfrigérant à l'entrée du circuit 3.
COND08:	Température du réfrigérant à la sortie du circuit 3.
COND09:	Débit du réfrigérant à l'entrée du circuit 4.
COND10:	Température du réfrigérant à l'entrée du circuit 4.
COND11:	Température du réfrigérant à la sortie du circuit 4.
COND12:	Débit du réfrigérant à la sortie du circuit 4.
COND13:	Température du fourreau, zone arrière.
COND14:	Température du fourreau, zone centrale.
COND15:	Température du fourreau, zone avant.
COND16:	Température de la buse.
COND17:	Vitesse de rotation de la vis d'injection.
COND18:	Pression maximum dans l'empreinte no. 2
COND19:	Pression hydraulique maximum.
COND20:	Pression hydraulique moyenne durant la phase de bourrage.
COND21:	Contre-pression hydraulique moyenne lors du recul de la vis (plastification).
COND22:	Temps d'injection (haute pression).
COND23:	Temps de maintien (phase de bourrage).
COND24:	Temps de plastification (recul de l'unité d'injection).
COND25:	Temps de refroidissement (début de la phase de bourrage jusqu'à l'ouverture du moule).
COND26:	Temps du cycle complété.
COND27:	Dosage évalué au recul de l'unité d'injection.
COND28:	Température de la matière dans la buse lorsque la pression hydraulique maximum était atteinte.

Tableau VIII : Nomenclature des conditions de moulage pour les échantillons moulés avec pigments à diverses concentrations.

TABLEAU IX

CONDITIONS DE MISE EN FORME

#1		CONC-00	CONC-01	CONC-02	CONC-03	CONC-04	CONC-05
COND01	°C	21.1	21.1	21.1	21.1	21.1	21.1
COND02	°C	21.6	21.6	21.6	21.6	21.6	21.6
COND03	L/S	1.2	1.2	1.2	1.2	1.2	1.2
COND04	°C	21.1	21.1	21.1	21.1	21.1	21.1
COND05	°C	21.1	21.6	21.6	21.6	21.6	21.6
COND06	L/S	1.2	1.2	1.2	1.2	1.2	1.2
COND07	°C	21.1	21.1	21.1	21.1	21.1	21.1
COND08	°C	21.6	21.6	21.6	21.6	21.6	21.6
COND09	L/S	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
COND10	°C	21.6	21.1	21.1	21.1	21.1	21.1
COND11	°C	21.6	21.6	21.6	21.6	21.6	21.6
COND12	L/S	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
COND13	°C	162	162	162	161	162	162
COND14	°C	211	217	217	216	212	213
COND15	°C	215	217	216	217	217	215
COND16	°C	208	210	211	211	209	211
COND17	RPM	100	100	100	100	100	100
COND18	BAR	351.8	354.3	354.8	348.2	345.9	350.2
COND19	BAR	75.0	75.0	74.9	75.0	74.9	74.9
COND20	BAR	50.6	50.6	50.6	50.5	50.5	50.6
COND21	BAR	1.9	1.8	1.9	1.9	1.9	1.9
COND22	SEC	1.63	1.75	1.76	1.66	1.75	1.75
COND23	SEC	10.05	10.07	10.06	10.07	10.07	10.07
COND24	SEC	6.86	6.86	6.89	6.86	6.92	6.88
COND25	SEC	25.17	25.13	25.17	25.14	25.14	25.13
COND26	SEC	29.92	29.88	29.92	29.89	29.89	29.88
COND27	CM	7.87	7.70	7.70	7.70	7.70	7.60
COND28	°C	216	211	216	214	213	212

Tableau IX : Conditions de mise en forme (moulage des éprouvettes)

Les conditions de mise en forme pour le moulage des échantillons sont présentées au tableau VII.

3.1.9 Cueillette des données de moulage et nomenclature

Pour chacune des étapes, au cours d'une journée d'expérimentation, nous relevons des données concernant le moulage des éprouvettes. Le tableau VIII décrit les paramètres pour lesquels nous relevons une valeur. Celui-ci fait référence aux figures XII et XIII, qui montrent le schéma du refroidissement du moule et à la figure XIV, illustrant le schéma des zones de température du fourreau de la presse d'injection.

Toutes les valeurs enregistrées sont à l'appendice "B", (volume 2), sous forme de tableau, tel le tableau IX qui représente les valeurs obtenues pour le moulage de CONC00, CONC01, CONC02, CONC03, CONC04 et CONC05. Elles sont classées par journée d'expérimentation.

3.1.10 Analyse des paramètres de moulage (éprouvettes)

Nous analysons les valeurs des paramètres de moulage des éprouvettes car celles-ci influencent la précision et la valeur des résultats pour l'évaluation des propriétés de la matière. Donc, l'objectif premier de cette collecte de données est de vérifier si toutes les éprouvettes sont moulées dans les mêmes conditions.

TABLEAU X

Plan de moulage pour chaque journée d'expérimentation

Journée	Mélanges moulés
01	CONC-00, CONC-01, CONC-02, CONC-03, CONC-04, CONC-05
02	CONC-00, CONC-06, CONC-07, CONC-08, CONC-09, CONC-10
03	CONC-00, CONC-11, CONC-12, CONC-13, CONC-14, CONC-15
04	CONC-00, CONC-16, CONC-17, CONC-18, CONC-19, CONC-20
05	PI01.00, PI01.10, PI01.20, PI01.30, PI01.40, PI01.50
06	PI02.00, PI02.10, PI02.20, PI02.30, PI02.40, PI02.50
07	PI03.00, PI03.10, PI03.20, PI03.30, PI03.40, PI03.50
08	PI04.00, PI04.10, PI04.20, PI04.30, PI04.40, PI04.50
09	PI05.00, PI05.10, PI05.20, PI05.30, PI05.40, PI05.50
10	PI06.00, PI06.10, PI06.20, PI06.30, PI06.40, PI06.50
11	PI07.00, PI07.10, PI07.20, PI07.30, PI07.40, PI07.50
12	PI08.00, PI08.10, PI08.20, PI08.30, PI08.40, PI08.50
13	PI09.00, PI09.10, PI09.20, PI09.30, PI09.40, PI09.50
14	PI10.00, PI10.10, PI10.20, PI10.30, PI10.40, PI10.50

Tableau X : Plan de moulage pour chaque journée d'expérimentation.

TABLEAU XI

Données statistiques

GLOBAL		MOYENNE	EC.TY.	MAX	MIN
COND01	°C	21.10	0.01	21.1	21.1
COND02	°C	21.60	0.00	21.6	21.6
COND03	L/S	1.20	0.00	1.2	1.2
COND04	°C	21.10	0.00	21.1	21.1
COND05	°C	21.46	0.23	21.6	21.1
COND06	L/S	1.20	0.00	1.2	1.2
COND07	°C	21.14	0.37	22.2	20.6
COND08	°C	21.61	0.29	22.2	21.1
COND09	L/S	1.45	0.02	1.5	1.5
COND10	°C	21.29	0.42	22.2	20.6
COND11	°C	21.61	0.29	22.2	21.1
COND12	L/S	1.46	0.02	1.5	1.5
COND13	°C	162.34	0.66	163.3	161.1
COND14	°C	215.29	2.94	218.9	211.0
COND15	°C	215.96	0.71	217.0	215.0
COND16	°C	209.15	1.17	211.1	208.0
COND17	RPM	100.00	0.00	100.0	100.0
COND18	BAR	361.64	6.72	369.9	351.8
COND19	BAR	75.05	0.05	75.2	75.0
COND20	BAR	50.73	0.12	50.9	50.6
COND21	BAR	1.73	0.11	1.9	1.6
COND22	SEC	1.72	0.05	1.8	1.6
COND23	SEC	10.04	0.01	10.1	10.0
COND24	SEC	6.92	0.18	7.5	6.8
COND25	SEC	25.21	0.05	25.3	25.2
COND26	SEC	29.96	0.05	30.1	29.9
COND27	CM	7.66	0.13	7.9	7.5
COND28	°C	214.70	0.92	216.0	213.3

Tableau XI : Données statistiques concernant le moulage des échantillons aux conditions de base avec le matériel naturel (vérification des conditions journalières).

Que ce soit les éprouvettes moulées avec un concentré ou encore avec un pigment, il faut s'assurer que pour chacune d'elle leurs conditions de moulage réelles ne diffèrent pas des conditions exigées. Nous suivons un plan de moulage basé sur quatorze journées d'expérimentation. Le tableau X nous indique les mélanges moulés pour chaque journée d'expérimentation.

Nous analysons les données recueillies en fonction de trois différents aspects, soit les suivants:

- comparaison des conditions de base de chaque journée d'expérimentation (répétition d'une journée à une autre);
- évaluation des conditions d'opération de la presse au cours de chaque journée;
- évaluation globale des conditions d'opération de la presse pour toutes les éprouvettes moulées (au cours des 14 journées).

3.1.10.1 Comparaison des conditions de base

L'objectif visé est de vérifier si la presse à injection et le contrôleur de procédé reproduisent de jour en jour les mêmes conditions d'opération, ce qui signifie pour nous des échantillons moulés aux mêmes conditions. Le tableau XI rapporte les données statistiques concernant les conditions d'opération de base.

Nous remarquons que la température du réfrigérant varie très peu (moins de 1°C), ce qui signifie que notre contrôleur de température fonctionne sous les mêmes conditions. Le débit de réfrigérant demeure aussi le même, car la précision de notre appareil est de ± 0.1 litre à la seconde. A ce niveau, les variations sont plus petites que la précision de nos appareils de lecture; toutefois cette précision est acceptable pour ces paramètres.

Pour la rotation de la vis nous retrouvons le même cas, c'est-à-dire que les variations demeurent inférieures à notre erreur de lecture se chiffrant à ± 25 RPM (révolutions par minute). Ce paramètre se reflète sur le temps de plastification, car la révolution de la vis de plastification est directement reliée à ce dernier. Il est le paramètre pour lequel nous avons obtenus le plus de variation, le maximum étant de 7.5 secondes et le minimum de 6.8 secondes. Toutefois, cette variation influence peu le moulage.

Pour ce qui est des autres temps enregistrés, les variations sont inférieures à 0.2 seconde. Pour les pressions, celle qui est la plus importante puisqu'elle contrôle le procédé, c'est la pression obtenue dans l'empreinte. La variation obtenue étant dans ce cas inférieure à 20 bars, nous pouvons considérer que la presse à injection a moulé les échantillons à des conditions similaires, et ce pour chacune des journées d'expérimentation.

3.1.10.2 Evaluation des conditions de moulage pour chacune des journées

Nous évaluons les valeurs obtenues pour chacune des 14 journées d'expérimentation. Toutefois, nous citons seulement les paramètres dont les variations sont importantes. Les données recueillies se retrouvent à l'appendice "B", (volume 2), sous forme de tableaux représentant chacun une journée d'expérimentation.

3.1.10.2.1 Moulage de CONC-00, CONC-01, CONC-02, CONC-03, CONC-04, CONC-05.

Nous obtenons des variations négligeables au niveau des températures du réfrigérant et des zones de chauffage du fourreau. Les pressions sont similaires et très près des valeurs cibles. La variation du cycle d'injection est inférieure à une demi-seconde, ce qui confirme que notre procédé est sous contrôle.

3.1.10.2.2 Moulage de CONC-00, CONC-06, CONC-07, CONC-08, CONC-09, CONC-10.

Pour ces six étapes, nous n'enregistrons aucune variation nécessitant des explications. Les données sont vraiment similaires pour chacun des mélanges.

3.1.10.2.3 Moulage de CONC-00, CONC-11, CONC-12, CONC-13,
CONC-14, CONC15.

Nous notons une variation de la température dans la buse pour le moulage du concentré 12; la température monte jusqu'à 217 °C au lieu de 211 °C normalement. Toutefois, cela représente une variation très minime. Tous les autres paramètres demeurent dans des plages d'opération normales.

3.1.10.2.4 Moulage de CONC-00, CONC-16, CONC-17, CONC-18,
CONC-19, CONC20.

Nous ne notons rien d'anormal dans ce cas; ces éprouvettes sont toutes moulées à des conditions similaires, c'est à dire que les variations entre elles sont négligeables par rapport aux propriétés que nous étudions.

3.1.10.2.5 Moulage de PI01.00, PI01.10, PI01.20, PI01.30,
PI01.40, PI01.50.

Nous remarquons que pour le moulage des éprouvettes PI01.10, nous avons un cycle d'injection de 27.70 sec. Il s'agit là probablement d'une erreur de lecture, car tous les autres temps sont dans la moyenne. Le temps devrait probablement se lire à 29.70 sec. Cette supposition

est vraisemblable car le temps de refroidissement est de 25.15 sec., tel que pour toutes les autres étapes (phase de bourrage à ouverture du moule) et le temps d'injection est de 1.73 sec. Il ne resterait ainsi que 1 sec. pour l'extraction de la pièce et la fermeture du moule, ce qui est invraisemblable.

3.1.10.2.6 Moulage de PI02.00, PI02.10, PI02.20, PI02.30,
PI02.40, PI02.50.

Lors du moulage de PI02.30, nous enregistrons une valeur de pression dans la cavité de 402 bars, alors que la moyenne se situe autour de 357 bars. Cette valeur semble erronée puisque la pression hydraulique maximum, qui correspond au même moment du cycle, demeure similaire aux autres données. Nous ne savons pas exactement pourquoi nous obtenons cette valeur mais ceci est peut-être causé par un non retour à zéro de l'extracteur (blocage mécanique), d'où une pression plus grande que zéro lorsque l'empreinte est vide. Nous sommes cependant persuadés que ce n'est pas l'influence du pigment 02 qui a produit cette valeur.

3.1.10.2.7 Moulage de PI03.00, PI03.10, PI03.20, PI03.30,
PI03.40, PI03.50.

Moulage de PI04.00, PI04.10, PI04.20, PI04.30,
PI04.40, PI04.50.

Moulage de PI05.00, PI05.10, PI05.20, PI05.30,
PI05.40, PI05.50.

Moulage de PI06.00, PI06.10, PI06.20, PI06.30,
PI06.40, PI06.50.

Moulage de PI07.00, PI07.10, PI07.20, PI07.30,
PI07.40, PI07.50.

Moulage de PI08.00, PI08.10, PI08.20, PI08.30,
PI08.40, PI08.50.

Moulage de PI09.00, PI09.10, PI09.20, PI09.30,
PI09.40, PI09.50.

Pour toutes ces journées d'expérimentation nous ne notons aucun
changement appréciable des paramètres.

3.1.10.2.8 Moulage de PI10.00, PI10.10, PI10.20, PI10.30,
PI10.40, PI10.50.

Pour le moulage de ce pigment, nous notons une variation de
plusieurs paramètres. Tout semble être proportionnel ou directement
relié à la quantité de pigment contenu dans la matière moulée.

TABLEAU XII

GLOBAL		MOYENNE	EC.TY.	MAX	MIN
COND01	°C	21.11	0.13	21.60	20.60
COND02	°C	21.56	0.14	21.60	21.10
COND03	L/S	1.20	0.00	1.21	1.20
COND04	°C	21.11	0.13	21.60	20.60
COND05	°C	21.53	0.18	21.60	21.10
COND06	L/S	1.20	0.00	1.21	1.20
COND07	°C	21.12	0.45	22.70	20.10
COND08	°C	21.52	0.33	22.70	20.60
COND09	L/S	1.45	0.01	1.50	1.45
COND10	°C	21.14	0.48	22.70	20.06
COND11	°C	21.53	0.31	22.70	20.60
COND12	L/S	1.46	0.02	1.50	1.45
COND13	°C	163.20	1.74	168.89	161.00
COND14	°C	214.57	3.65	219.00	200.56
COND15	°C	216.06	0.91	217.80	211.00
COND16	°C	209.94	1.15	212.78	208.00
COND17	RPM	100.00	0.00	100.00	100.00
COND18	BAR	357.80	8.53	402.10	331.29
COND19	BAR	74.96	0.10	75.16	74.60
COND20	BAR	50.66	0.11	50.90	50.27
COND21	BAR	1.73	0.08	1.90	1.62
COND22	SEC	1.74	0.03	1.76	1.57
COND23	SEC	10.02	0.35	10.08	6.80
COND24	SEC	6.95	0.41	10.06	6.30
COND25	SEC	25.19	0.04	25.32	25.10
COND26	SEC	29.91	0.25	30.07	27.70
COND27	CM	7.61	0.07	7.87	7.54
COND28	°C	211.33	3.52	217.00	198.89

Tableau XII : Données statistiques concernant les conditions de moulage de tous les échantillons.

Nous constatons que ce pigment ne se comporte pas de la même manière que tous les autres analysés auparavant. La température de la matière dans la buse chute graduellement sous les 200 °C jusqu'à ce que le pourcentage de pigment soit supérieur à 30%. Le temps de plastification augmente, ce qui implique une diminution de la viscosité; d'où la difficulté pour la vis de préparer le dosage requis. Puisque la viscosité est moins grande, nous obtenons une augmentation de la pression dans la cavité sous l'effet toutefois d'une même pression hydraulique. Ce pigment modifie donc la matière première, et ce jusqu'à ce que sa concentration soit supérieure 0.3% de la matière.

3.1.10.3 Evaluation globale des conditions de moulage.

Le tableau XII contient les données statistiques pour les 84 étapes de moulage. Les données recueillies montre que le procédé est contrôlé efficacement. Le seul pigment qui a un effet sur les conditions de moulage est le pigment 10.

3.2 MOULAGE DES PLAQUES POUR L'EVALUATION DU RETRAIT

Le phénomène de retrait d'une pièce est très complexe et est directement lié aux conditions de moulage. En exemple, la variation de la pression de maintien influence directement le retrait d'une plaque, car celle-ci influence directement la compression de la matière, et par conséquent le retrait de la pièce. Pour vérifier l'influence des

FIGURE XIX

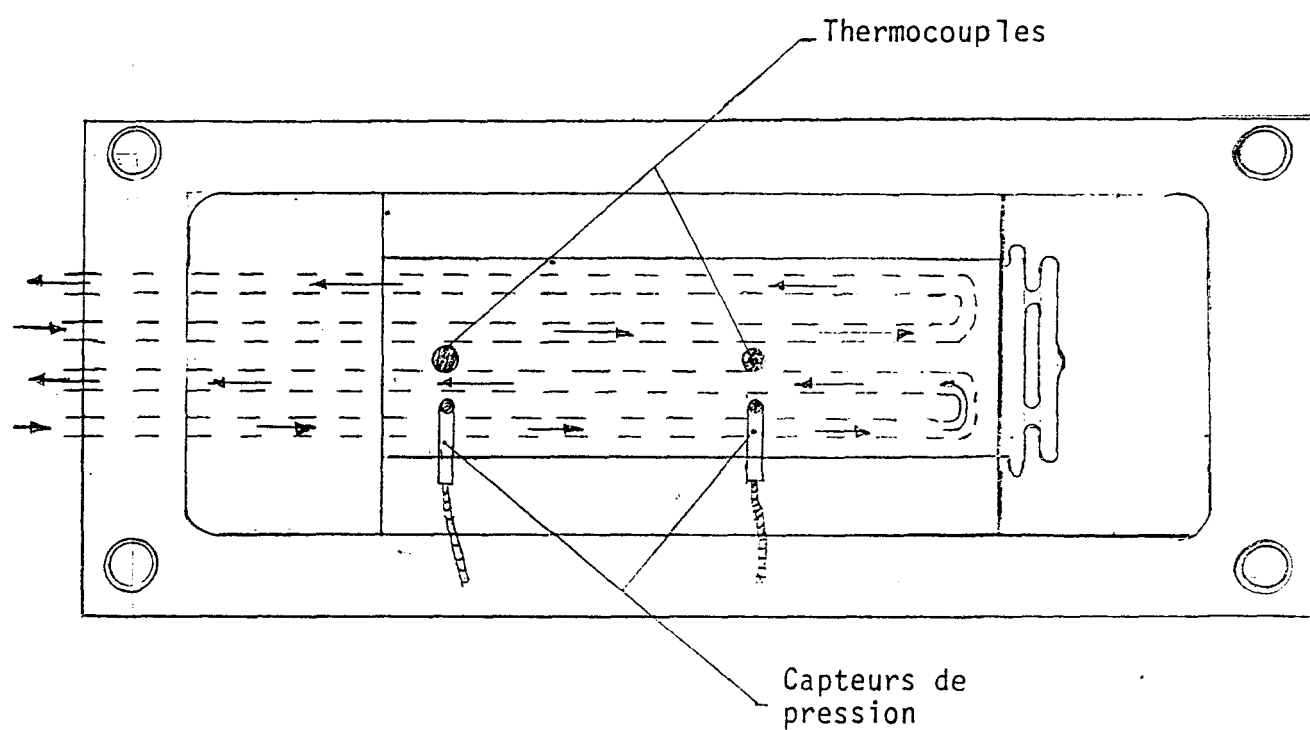


Figure XIX : Schéma de la partie mobile du moule (de plaques), montrant la position des capteurs de pression, des thermocouples et des circuits réfrigérants 1 et 2.

FIGURE XX

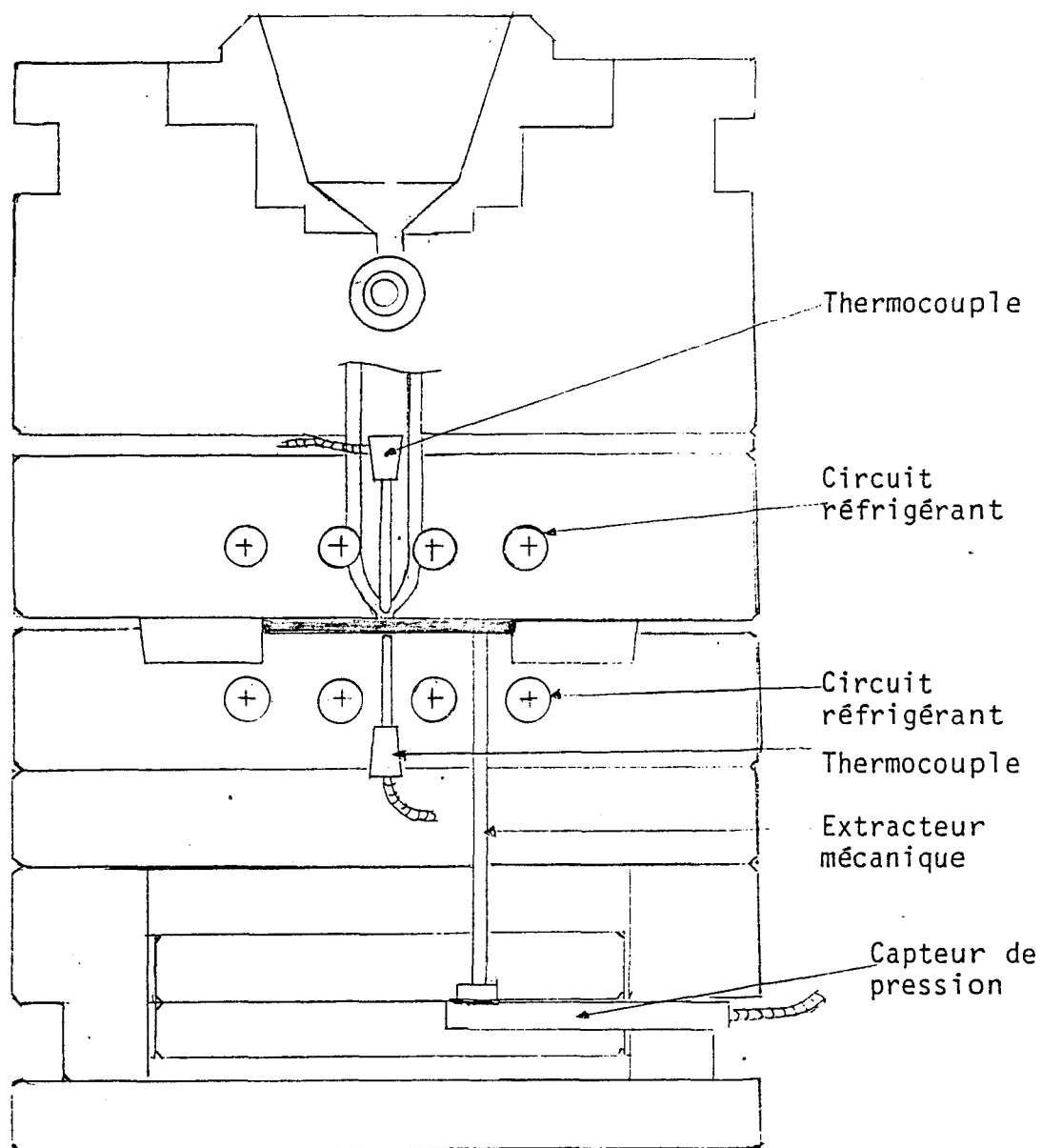


Figure XX : Coupe schématique du moule (de plaques), montrant la position d'un capteur de pression, d'un thermocouple et des circuits réfrigérants.

colorants sur le retrait, nous avons utilisé un moule expérimental qui nous permet de vérifier et de connaître exactement les valeurs de certains paramètres tels que la température du moule et la pression dans l'empreinte.

3.2.1 Moule pour le moulage des plaques

Le moule utilisé pour le moulage des plaques concernant le retrait a été développé lors d'un projet effectué par la compagnie IPL Inc., en collaboration avec le Conseil National de Recherche du Canada, portant sur la modélisation mathématique du retrait. Ce moule contient deux capteurs de pression; nous pouvons ainsi vérifier la perte de charge entre deux points de l'écoulement. De plus, il possède deux thermocouples placés de chaque côté de la pièce à une distance de 2.2 mm de l'empreinte. Nous pouvons ainsi vérifier avec précision la température de la paroi de celle-ci.

La figure XIX nous montre un schéma de la partie mobile du moule. Elle illustre l'emplacement des capteurs de pression, des thermocouples et des circuits réfrigérants 1 et 2. De plus, la figure XX montre une coupe schématique du moule, nous permettant de voir une autre vue des capteurs de pression, les thermocouples et tous les circuits réfrigérants.

PHOTO XVI

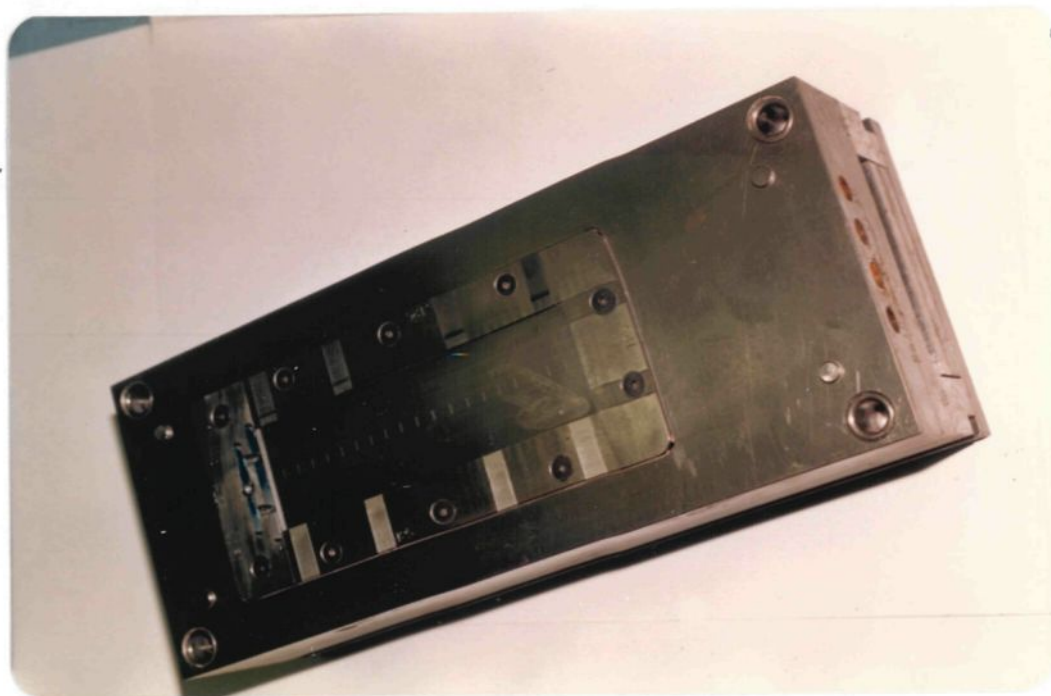


Photo XVI : Moule servant à la fabrication des plaques pour l'évaluation du retrait. (Moule de laboratoire, propriété de I.P.L. Inc.).

PHOTO XVII

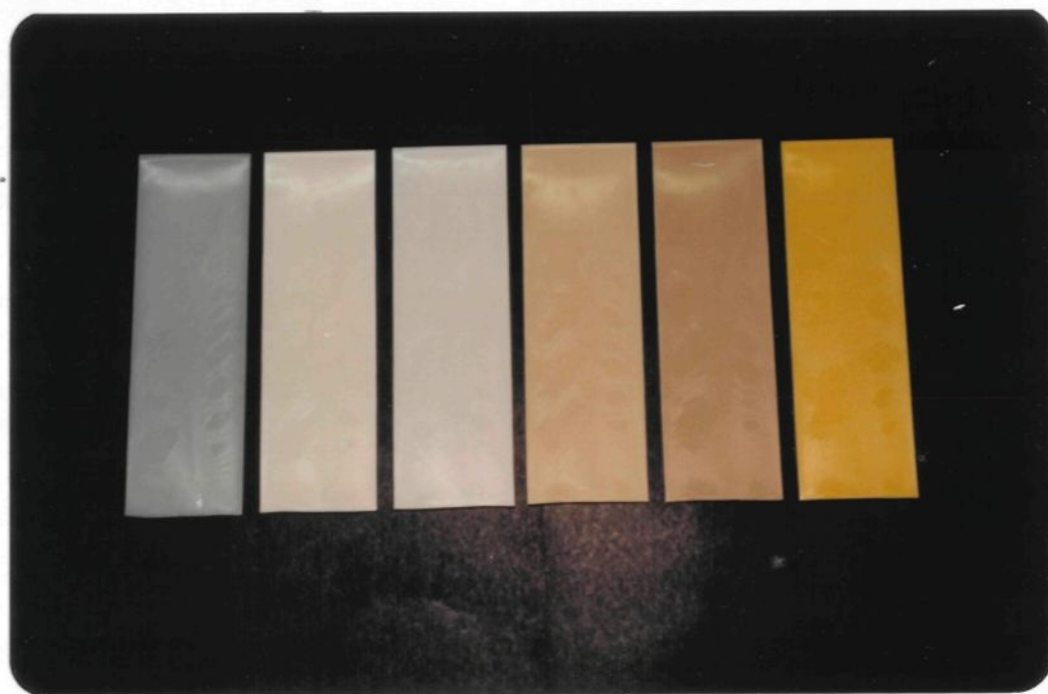


Photo XVII : Plaques servant à l'évaluation du retrait. (Plaques, propriété de I.P.L. Inc.).

TABLEAU XIII

Caractéristiques du moule pour plaques.

Nom du moule	: Moule plaque
Numéro du moule	: Lab 03
Nombre d'empreintes	: 1
Volume de matériel	: 54.8 cm ³
Système d'alimentation	: Canaux chauds
Système d'injection	: Injection capillaire
Système d'éjection	: Ejecteur mécanique
Nombre de circuits réfrigérants	: 4
Nombre de capteurs de pression	: 2
Nombre de thermocouples (partie mobile)	: 2
Nombre de thermocouples (partie fixe)	: 2
Liquide réfrigérant	: Eau
Dimension hors tout , - hauteur	: 33.5 cm
- largeur	: 23 cm
- longueur	: 56 cm

Tableau XIII : Conditions de mise en forme pour le moulage des plaques destinées à l'évaluation du retrait.

PHOTO XVIII

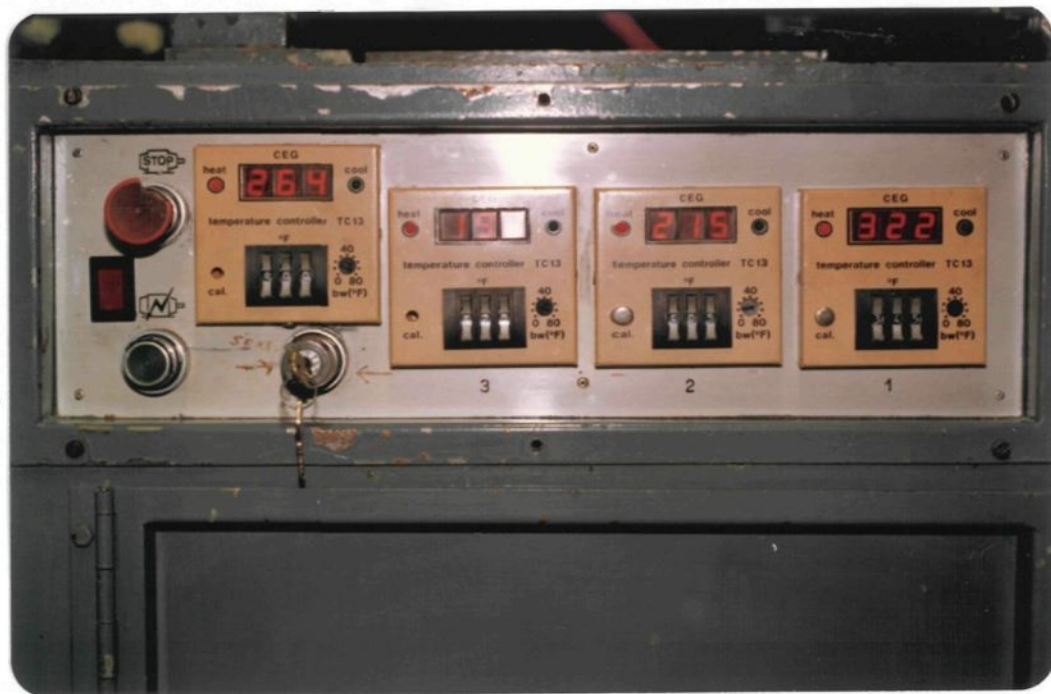


Photo XVIII : Contrôleur de température pour les canaux chauds du moule. (Equipement, propriété de I.P.L. Inc.).

La photo XVI nous montre le moule utilisé et la photo XVII nous montre la pièce moulée. Les principales caractéristiques du moule sont représentées au tableau XIII.

3.2.2 Presse à injection

La presse à injection dont on se sert est la même que celle utilisée pour le moulage des échantillons. Cependant, un système de contrôle de température a été ajouté pour le système d'alimentation à canaux chauds (photo XVIII).

Les paramètres enregistrés sont les mêmes que pour le moule des échantillons, sauf qu'il y a un capteur de pression supplémentaire, la lecture de quatre autres thermocouples dans le moule et deux thermocouples servant au système d'alimentation à canaux chauds.

3.2.3 Contrôleur de procédé

Le contrôle du procédé se fait avec le même contrôleur, mais avec le mode de contrôle par la pression dans le moule. Le capteur de pression utilisé est celui situé le plus loin du point d'injection. Cela permet de s'assurer que, lorsque la pression est atteinte, la pièce est pratiquement remplie.

FIGURE XXI

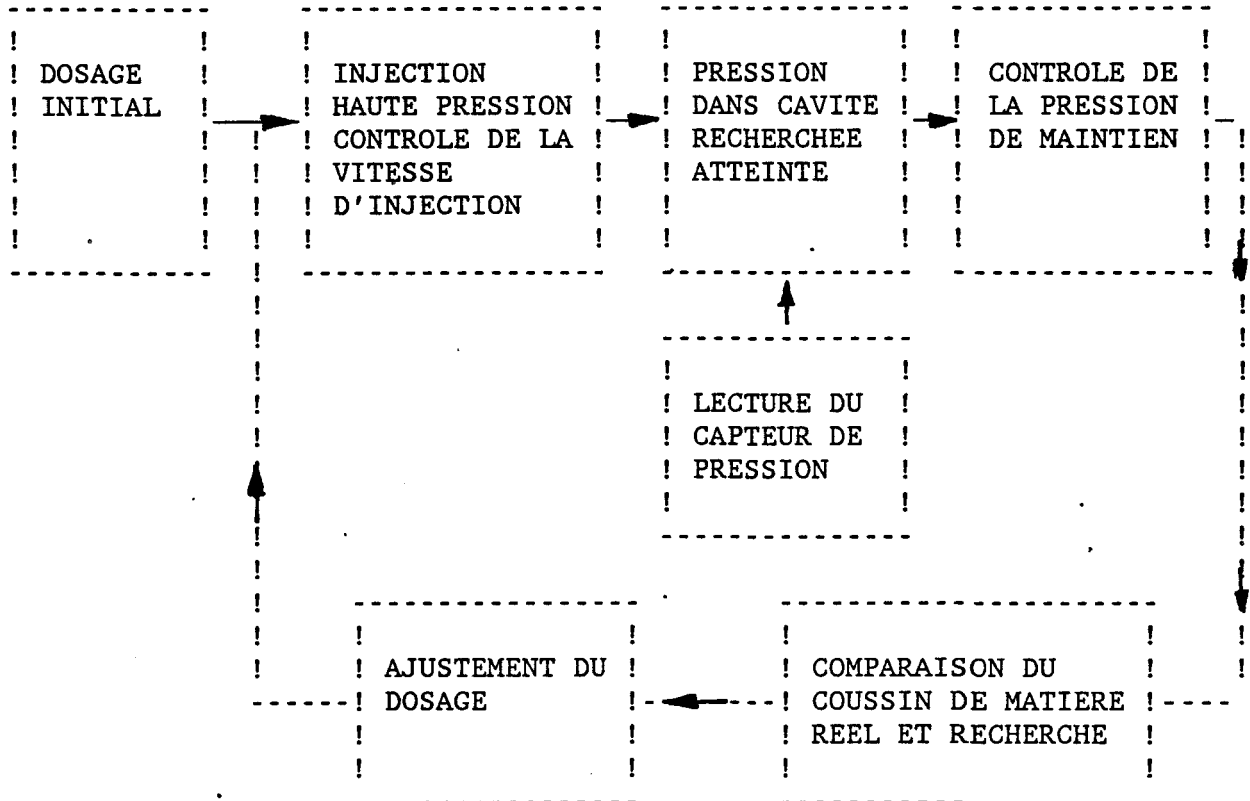


Figure XXI : Schéma de contrôle par la pression dans l'empreinte lors du moulage des plaques pour l'évaluation du retrait.

FIGURE XXII

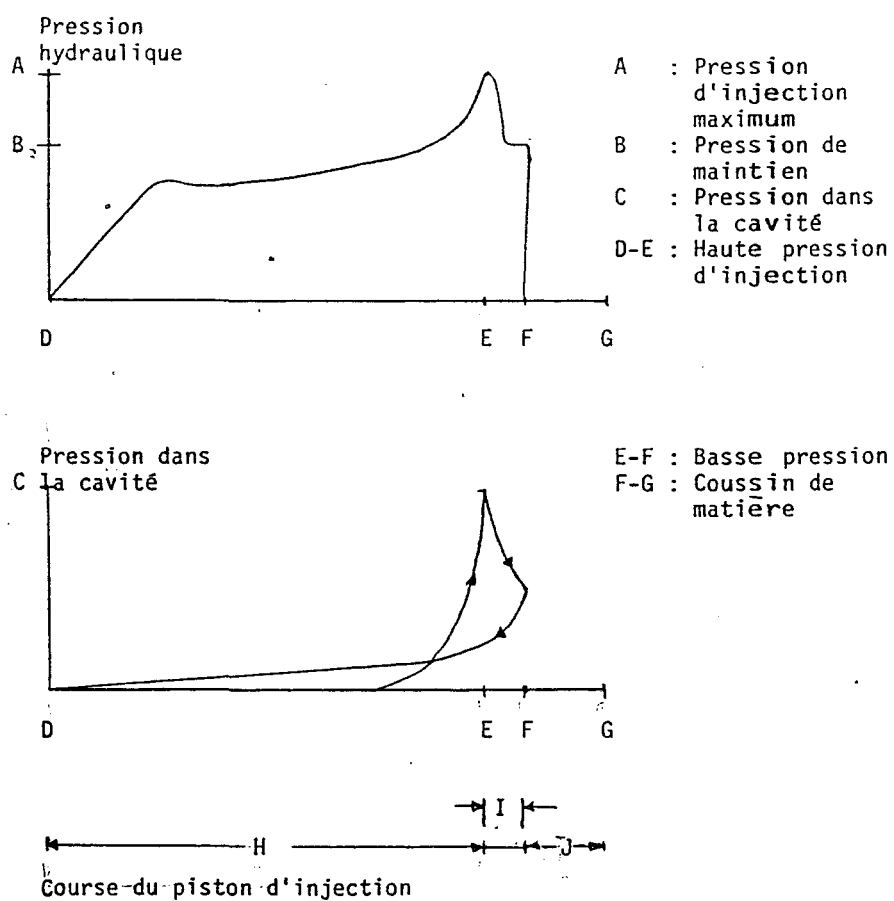


Figure XXII : Graphique représentant la pression hydraulique et la pression dans l'empreinte en fonction de la course du piston pour le mode de contrôle par la pression dans l'empreinte.

Pour bien comprendre le type de contrôle, la figure XXI nous montre un schéma de contrôle et la figure XXII nous montre les graphiques correspondant à la pression dans la cavité, la pression hydraulique du piston d'injection et la course de ce dernier.

L'injection se fait en haute pression tant que la pression dans l'empreinte n'a pas atteint la valeur de contrôle. Tout au long de cette phase de remplissage, la vitesse d'injection est contrôlée suivant un profil plat. La pièce ayant une section constante, cela nous donne un avancement régulier de la matière. Au moment où la pression dans la cavité est atteinte, le système passe à la phase de bourrage avec une pression inférieure et suivant un profil précis (pression de maintien).

Au même moment où la pression hydraulique est atteinte, le système compare le coussin de matière avec celui exigé et ajuste le dosage en conséquence. L'auto-correction se fait toujours par le dosage de la matière. Le contrôle étant fait par le capteur dans la cavité, la précision du contrôle est supérieure à celle par le capteur hydraulique, puisque nous avons une seule cavité à contrôler.

3.2.4 Contrôleur statistique

Le contrôleur statistique permet de connaître les valeurs des mêmes paramètres énumérés pour la fabrication des échantillons. Nous avons aussi les mêmes données statistiques enregistrées.

3.2.5 Oscilloscope

L'oscilloscope permet de connaître l'allure des courbes de la pression hydraulique, de la pression dans la cavité et de la vitesse d'injection. Il s'agit des mêmes renseignements que pour le moule échantillon.

3.2.6 Système de refroidissement du moule

Le système de refroidissement dont on se sert pour maintenir la température du moule constante est le même équipement décrit précédemment, sauf que les débits et températures du réfrigérant sont modifiés pour tenir compte du nouveau moule.

3.2.7 Procédure de moulage

La procédure de moulage des plaques est identique à celle du moulage des échantillons, sauf que trois des cinq sont pesés immédiatement après le moulage, l'objectif étant de vérifier rapidement le contrôle du procédé. De plus, après le moulage, les échantillons sont refroidis sur un support pour permettre un refroidissement uniforme de la plaque.

TABLEAU XIV

Conditions de moulage

Température du réfrigérant pour les circuits 1 et 2	: 12.2 °C
Débit du réfrigérant pour les circuits 1 et 2	: 2 L/S
Température du réfrigérant pour les circuits 3 et 4	: 7.0 °C
Débit du réfrigérant pour les circuits 3 et 4	: 2 L/S
Température du fourreau (zone arrière)	: 165 °C
Température du fourreau (zone centrale)	: 210 °C
Température du fourreau (zone avant)	: 215 °C
Température de la buse	: 215 °C
Température du canal chauffant (principal)	: 250 °C
Température du canal chauffant (injection)	: 250 °C
Rotation de la vis	: 100 RPM
Pression dans la cavité maximum (capteur 01)	: 600 BARS
Pression dans la cavité maximum (capteur 02)	: 500 BARS
Pression de maintien moyenne	: 95 BARS
Temps de maintien	: 4.0 SEC
Cycle complet	: 25.0 SEC
Auto-correction du dosage	: 0.03 CM
Dosage	: 5.25 CM
Profil de pression de maintien plat	
Profil de vitesse d'injection croissant linéaire	

Tableau XIV : Conditions de mise en forme pour le moulage des plaques servant à l'évaluations du retrait.

TABLEAU XV

Nomenclature des paramètres de moulage

CONDO1:	Température du réfrigérant à l'entrée du circuit 1.
CONDO2:	Température du réfrigérant à la sortie du circuit 1.
CONDO3:	Débit du réfrigérant à la sortie du circuit 1.
CONDO4:	Température du réfrigérant à l'entrée du circuit 2.
CONDO5:	Température du réfrigérant à la sortie du circuit 2.
CONDO6:	Débit du réfrigérant à la sortie du circuit 2.
CONDO7:	Température du réfrigérant à l'entrée du circuit 3.
CONDO8:	Température du réfrigérant à la sortie du circuit 3.
CONDO9:	Débit du réfrigérant à la sortie du circuit 3.
COND10:	Température du réfrigérant à l'entrée du circuit 4.
COND11:	Température du réfrigérant à la sortie du circuit 4.
COND12:	Débit du réfrigérant à la sortie du circuit 4.
COND13:	Température du fourreau zone arrière.
COND14:	Température du fourreau zone centrale.
COND15:	Température du fourreau zone avant.
COND16:	Température de la buse.
COND17:	Température de la zone principale du canal chauffant.
COND18:	Température de la zone d'injection du canal chauffant.
COND19:	Température du moule au thermocouple no. 1.

Tableau XV : Nomenclature des abréviations utilisées pour définir les conditions de mise en forme (première partie).

TABLEAU XVI

Nomenclature des paramètres de moulage

- COND20: Température du moule au thermocouple no. 2.
- COND21: Température du moule au thermocouple no. 3.
- COND22: Température du moule au thermocouple no. 4.
- COND23: Vitesse de rotation de la vis d'injection.
- COND24: Pression maximum dans l'empreinte capteur no. 1.
- COND25: Pression maximum dans l'empreinte capteur no. 2.
- COND26: Pression hydraulique maximum.
- COND27: Pression hydraulique moyenne durant la phase de bourrage.
- COND28: Contre-pression moyenne.
- COND29: Temps d'injection (haute pression).
- COND30: Temps de maintien (phase bourrage).
- COND31: Temps de plastification (recul de l'unité d'injection).
- COND32: Temps de refroidissement (début de la phase de bourrage jusqu'à ce que le moule ouvre).
- COND33: Cycle complet.
- COND34: Dosage évalué au recul de l'unité d'injection.
- COND35: Température de la matière dans la buse lorsque la pression dans l'empreinte est atteinte.

Tableau XVI : Nomenclature des abréviations utilisées pour définir les conditions de mise en forme (deuxième partie).

TABLEAU XVII

CONDITIONS DE MOULAGE DES PLAQUES

#1		CONC-00	CONC-01	CONC-02	CONC-03	CONC-04	CONC-05
COND01	°C	12.2	12.2	12.2	12.2	12.2	12.2
COND02	°C	11.7	12.2	12.2	12.2	12.2	12.2
COND03	L/S	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
COND04	°C	12.2	12.2	12.2	12.2	12.2	12.2
COND05	°C	11.7	12.2	12.2	12.2	12.2	12.2
COND06	L/S	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
COND07	°C	7.2	7.2	7.2	7.2	7.2	7.2
COND08	°C	6.7	6.7	6.7	6.7	7.2	7.2
COND09	L/S	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
COND10	°C	7.2	7.2	7.2	7.2	7.2	7.2
COND11	°C	6.7	6.7	6.7	6.7	7.2	7.2
COND12	L/S	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
COND13	°C	161	161	161	161	161	162
COND14	°C	196	199	199	198	196	197
COND15	°C	214	213	214	216	213	215
COND16	°C	216	212	213	214	212	216
COND17	°C	238	243	244	242	244	240
COND18	°C	265	266	266	266	266	266
COND19	°C	29	32	31	31	32	31

Tableau XVII : Conditions de mise en forme (moulage des plaques)
pour chacun des concentrés 00 à 05 (première partie)

TABLEAU XVIII

CONDITIONS DE MOULAGE DES PLAQUES

#1		CONC-00	CONC-01	CONC-02	CONC-03	CONC-04	CONC-05
COND20	°C	29	32	31	31	32	31
COND21	°C	28	31	31	31	31	32
COND22	°C	28	31	31	31	31	32
COND23	RPM	100	100	100	100	100	100
COND24	BAR	600.0	600.6	602.4	600.4	602.1	600.7
COND25	BAR	504.3	510.0	507.1	504.3	504.3	504.3
COND26	BAR	97.3	97.4	97.2	96.9	97.1	97.0
COND27	BAR	70.8	70.9	70.9	70.9	70.8	70.8
COND28	BAR	2.7	2.7	2.7	2.7	2.7	2.7
COND29	SEC	1.67	1.64	1.61	1.58	1.59	1.58
COND30	SEC	4.00	4.01	4.01	4.01	4.01	3.93
COND31	SEC	3.98	3.95	3.92	3.93	3.95	4.01
COND32	SEC	19.84	19.80	19.81	19.70	19.72	19.88
COND33	SEC	24.95	24.90	24.86	24.80	24.82	24.98
COND34	CM	5.28	5.31	5.26	5.23	5.23	5.23
COND35	°C	217	217	217	217	216	215

TABLEAU XVIII : Conditions de mise en forme (moulage des plaques)
pour chacun des concentrés 00 à 05 (deuxième
partie).

3.2.8 Conditions d'opération

La géométrie de la plaque moulée est différente de celle des éprouvettes du moule échantillon; c'est pourquoi les conditions d'opération sont différentes. De plus, les conditions choisies sont similaires à des conditions réelles de production et non des conditions d'optimisation de la qualité du produit (meilleure propriété). Toutefois, la pièce moulée est droite et respecte des normes de qualité acceptables pour ce type de produit. Les conditions de mise en forme établies sont indiquées au tableau XIV.

3.2.9 Cueillette des données de moulage et nomenclature

Les tableaux XV et XVI décrivent chacun des paramètres pour lesquels nous avons recueilli des données, ainsi que les abréviations utilisées tout au long du texte. Ces tableaux font référence aux figures décrivant le moule pour la fabrication des plaques (article 3.2.1).

Toutes les valeurs se retrouvent à l'appendice "C", (volume 2), sous forme de tableaux. Ils représentent chacun une journée d'expérimentation; par exemple le premier tableau contient toutes les conditions d'opération enregistrées pour le moulage des concentrés : CONC-00, CONC-01, CONC-02, CONC-03, CONC-04, CONC-05 tels que les tableaux XVII et XVIII.

TABLEAU XIX

GLOBAL		MOYENNE	EC.TY.	MAX.	MIN.
COND01	°C	12.2	0.0	12.2	12.2
COND02	°C	11.9	0.3	12.2	11.7
COND03	L/S	2.0	0.0	2.0	2.0
COND04	°C	12.2	0.0	12.2	12.2
COND05	°C	11.9	0.3	12.2	11.7
COND06	L/S	2.0	0.0	2.0	2.0
COND07	°C	6.9	0.4	7.8	6.1
COND08	°C	6.5	0.5	7.2	5.6
COND09	L/S	2.0	0.0	2.0	2.0
COND10	°C	6.9	0.4	7.8	6.1
COND11	°C	6.5	0.5	7.2	5.6
COND12	L/S	2.0	0.0	2.0	2.0
COND13	°C	160	0	161	159
COND14	°C	198	2	201	196
COND15	°C	216	7	243	212
COND16	°C	215	7	241	212
COND17	°C	243	2	244	238
COND18	°C	266	1	269	265
COND19	°C	31	1	32	29
COND20	°C	31	1	32	29
COND21	°C	31	1	32	28
COND22	°C	31	1	32	28
COND23	RPM	100	0	100	100
COND24	BAR	601.2	2.8	605.3	594.1
COND25	BAR	504.9	1.6	510.0	504.3
COND26	BAR	97.2	0.4	97.6	96.0
COND27	BAR	70.9	0.0	70.9	70.8
COND28	BAR	2.4	0.2	2.7	2.2
COND29	SEC	1.61	0.03	1.70	1.50
COND30	SEC	4.02	0.01	4.04	4.00
COND31	SEC	4.43	0.33	4.69	3.87
COND32	SEC	19.74	0.08	19.92	19.64
COND33	SEC	24.84	0.08	25.01	24.69
COND34	CM	5.27	0.03	5.32	5.24
COND35	°C	218	1	221	216

Tableau XIX : Données statistiques concernant les conditions de moulage des plaques. Il n'y a que les conditions pour le mélange de base.

3.2.10 Analyse des données concernant le moulage des plaques pour l'évaluation du retrait.

Nous savons que le taux de retrait d'une pièce est étroitement relié aux conditions de moulage. Par exemple, le taux de retrait pour un petit disque de 8.9 cm varie de 0.017 cm/cm à 0.028 cm/cm en modifiant uniquement les paramètres de moulage. Le moulage des échantillons doit donc être précis.

Nous analysons les conditions de moulage des plaques en suivant la même procédure que pour l'évaluation des conditions de moulage des échantillons, soit en comparant les conditions de base de chaque journée d'expérimentation, en vérifiant celles recueillies à chaque expérience et nous terminons par une analyse générale couvrant les 14 journées d'expérimentation.

3.2.10.1 Comparaison des conditions de base

Tout au long des 14 journées d'expérimentation, nous ne notons aucune variation significative pour le moulage au cours de la première étape de chaque expérience. Le tableau XIX nous donne les valeurs des moyennes et écarts-types obtenus pour chaque famille d'échantillons. Conséquemment, nous croyons que la presse à injection utilisée est répétitive et fiable.

3.2.10.2 Evaluation des conditions de moulage pour chacune des journées d'expérimentation.

Nous citons dans cette partie seulement les variables qui ont subi des modifications importantes au cours d'un changement de concentré ou encore d'une variation de concentration.

3.2.10.2.1 Moulage de CONC-00, CONC-01, CONC-02, CONC-03, CONC-04, CONC-05.

Nous ne notons aucun changement appréciable pour les 35 paramètres enregistrés. La durée du cycle varie de 24.98 à 24.80 sec., ce qui correspond à une variation maximum inférieure à 1 %. Les pressions dans l'empreinte ont des variations inférieures à un bar sur une valeur nominale de 600 bars. Nous remarquons que le contrôle de procédé par la pression dans la cavité est très efficace.

3.2.10.2.2 Moulage de CONC-00, CONC-06, CONC-07, CONC-08, CONC-09, CONC-10.

Tout au long de l'expérience, nous notons une variation de la course du piston d'injection de 0.13 cm. Par contre les pressions enregistrées dans la cavité sont demeurées inchangées, ce qui confirme la valeur du contrôleur de procédé. Nous considérons alors que les pièces ont le même taux de compression et un retrait uniforme.

3.2.10.2.3 Moulage de CONC-00, CONC-11, CONC-12, CONC-13,
CONC-14, CONC-15.

Nous notons une variation du cycle de 0.15 sec (24.69 sec.) lors du moulage du CONC-15, ce qui affecte légèrement le temps de refroidissement qui atteint 19.59 sec. Nous considérons toutefois qu'une variation inférieure à une demi-seconde est négligeable, lorsque le contrôle du procédé se fait par la pression dans l'empreinte.

3.2.10.2.4 Moulage de CONC-00, CONC-16, CONC-17, CONC-18,
CONC-19, CONC-20.

Nous retrouvons le même scénario pour les concentrés CONC-18 et CONC-20 que pour le concentré CONC-15. La durée de leur cycle est de 24.68 sec. et leur temps de refroidissement est de 19.58 sec. chacun.

3.2.10.2.5 Moulage de PI01.00, PI01.10, PI01.20, PI01.30,
PI01.40, PI01.50.

Nous notons des variations négligeables au niveau des conditions de mise en oeuvre, toutefois nous remarquons une progression de ces légères variations en fonction de la concentration de pigment. Le cycle passe

de 24.90 sec. à 24.68 sec., le temps de refroidissement passe de 19.80 sec. à 19.58 sec. et la pression dans l'empreinte passe de 603.2 bars à 600.3 bars.

3.2.10.2.6 Moulage de PI02.00, PI02.10, PI02.20, PI02.30,
PI02.40, PI02.50.

Moulage de PI03.00, PI03.10, PI03.20, PI03.30,
PI03.40, PI03.50.

Moulage de PI04.00, PI04.10, PI04.20, PI04.30,
PI04.40, PI04.50.

Pour ces quatre expériences, nous n'enregistrons aucune variation significative des paramètres de moulage, les variations étant normales pour un procédé sous contrôle.

3.2.10.2.7 Moulage de PI05.00, PI05.10, PI05.20, PI05.30,
PI05.40, PI05.50.

Lors du moulage du pigment 5, nous notons une variation dans la durée du cycle de 0.28 sec.. Celle-ci diminue graduellement, elle passe successivement de 24.93 sec., 24.81 sec., 24.83 sec., 24.65 sec. et 24.65 sec..

3.2.10.2.8 Moulage de PI06.00, PI06.10, PI06.20, PI06.30,
PI06.40, PI06.50.

Moulage de PI07.00, PI07.10, PI07.20, PI07.30,
PI07.40, PI07.50.

Moulage de PI08.00, PI08.10, PI08.20, PI08.30,
PI08.40, PI08.50.

C'est lors du moulage du pigment 08 que nous obtenons le cycle le moins long, il est de 24.61 sec. Nous obtenons aussi pour le pigment 7, un cycle de 24.62 sec..

3.2.10.2.9 Moulage de PI09.00, PI09.10, PI09.20, PI09.30,
PI09.40, PI09.50.

Moulage de PI10.00, PI10.10, PI10.20, PI10.30,
PI10.40, PI10.50.

Le dernier pigment moulé nous donne des variations significatives au niveau du temps de plastification, de la durée du cycle et du temps d'injection en haute pression. Ces variations sont similaires à celles que nous avons obtenues pour le moulage des échantillons. Le temps de plastification augmente (4.68 sec. à 5.17 sec.), ce qui signifie que ce pigment modifie les propriétés rhéologiques de la matière.

TABLEAU XX

DONNEES STATISTIQUES

CONDITONS DE MOULAGE DES PLAQUES

COND##	UNITE	MOYENNE	EC.TY.	MAX.	MIN.
COND01	°C	12.2	0.0	12.2	12.2
COND02	°C	12.0	0.3	12.2	11.7
COND03	L/S	2.0	0.0	2.0	2.0
COND04	°C	12.2	0.0	12.2	12.2
COND05	°C	12.0	0.3	12.2	11.7
COND06	L/S	2.0	0.0	2.0	2.0
COND07	°C	7.0	0.5	8.3	6.1
COND08	°C	6.6	0.6	8.3	5.6
COND09	L/S	2.0	0.0	2.0	2.0
COND10	°C	7.0	0.5	8.3	6.1
COND11	°C	6.6	0.6	8.3	5.6
COND12	L/S	2.0	0.0	2.0	2.0
COND13	°C	161	1	165	159
COND14	°C	221	210	2134	194
COND15	°C	214	3	243	212
COND16	°C	214	3	241	211
COND17	°C	243	3	267	238
COND18	°C	263	26	269	31
COND19	°C	31	1	32	29

Tableau XX : Données statistiques sur chacun des paramètres de mise en forme pour le moulage des concentrés (00 à 20) et des pigments (01 à 10) à diverses concentrations (première partie).

TABLEAU XXI

DONNEES STATISTIQUES

CONDITIONS DE MOULAGE DES PLAQUES

COND##	UNITE	MOYENNE	EC.TY.	MAX.	MIN.
COND20	°C	32	1	34	29
COND21	°C	31	1	32	28
COND22	°C	31	1	38	28
COND23	RPM	100	0	100	100
COND24	BAR	602.0	10.6	610.8	510.0
COND25	BAR	501.1	44.4	510.7	97.2
COND26	BAR	97.0	2.9	97.9	70.9
COND27	BAR	75.2	47.7	504.3	2.5
COND28	BAR	2.4	0.3	2.7	0.1
COND29	SEC	1.57	0.03	1.67	1.51
COND30	SEC	4.02	0.03	4.26	3.93
COND31	SEC	4.43	0.34	5.17	3.86
COND32	SEC	19.66	0.09	19.88	19.51
COND33	SEC	24.76	0.09	24.98	24.61
COND34	CM	5.27	0.03	5.33	5.18
COND35	°C	218	1	221	215

Tableau XXI : Données statistiques sur chacun des paramètres de mise en forme pour le moulage des concentrés (00 à 20) et des pigments (01 à 10) à diverses concentrations (deuxième partie).

3.02.10.3 Evaluation globale des conditions de mise en forme

Nous tirons de toutes ces données deux tableaux de données statistiques (XX et XXI), ceux-ci nous permettent de constater que tous les paramètres enregistrés ont une variation très faible compte-tenu qu'il s'agit de 14 jours de moulage composés chacun de 6 étapes différentes.

Le seul changement notable réside au niveau du pigment 10; celui-ci montre des données différentes, qui supposent un comportement rhéologique modifié.

3.3 INDICE DE FLUIDITE

L'indice de fluidité d'un polyéthylène haute densité est directement relié à sa facilité de mise en forme. Plus celle-ci est élevée, plus l'écoulement du polymère est facile. C'est l'une des principales propriétés que l'industriel vérifie, quotidiennement.

L'indice de fluidité est défini comme étant le taux de matière traversant l'orifice d'un cylindre d'une longueur et d'un diamètre spécifiques, sous des conditions précises de charge et de température.

PHOTO XIX



Photo XIX : Appareil servant à évaluer l'indice de fluidité.
(Equipement, propriété de I.P.L. Inc.).

FIGURE XXIII

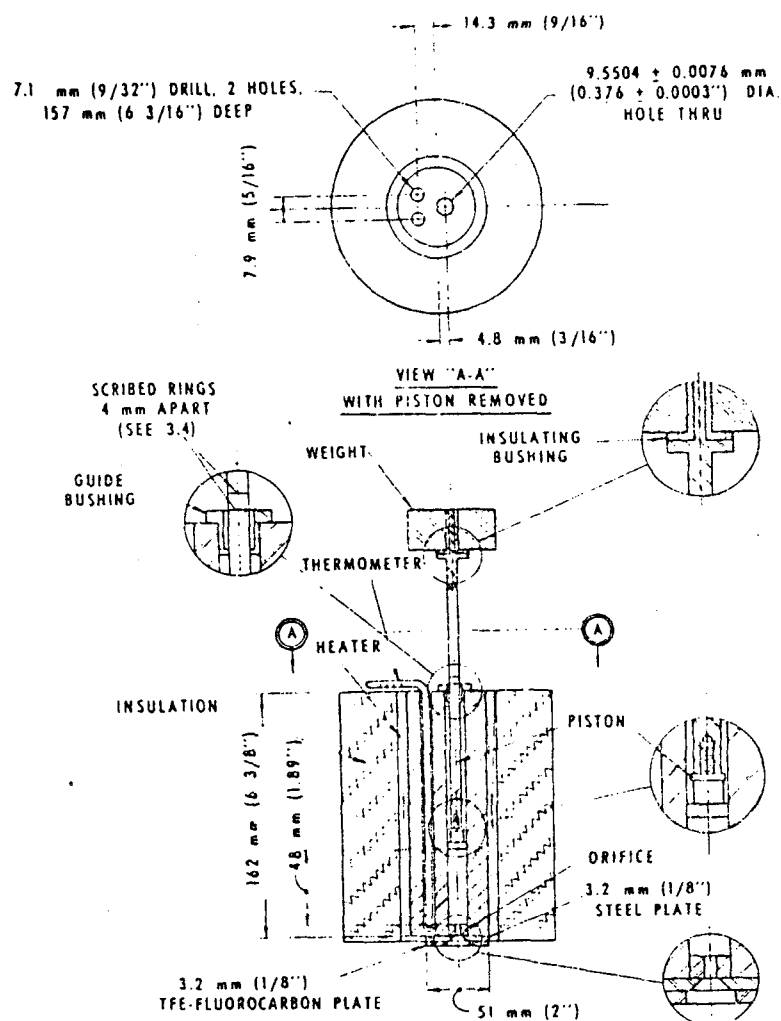


Figure XXIII : Coupe du piston et du cylindre de l'appareil pour évaluer l'indice de fluidité. La figure est tirée de ASTM, (1985).

FIGURE XXIV

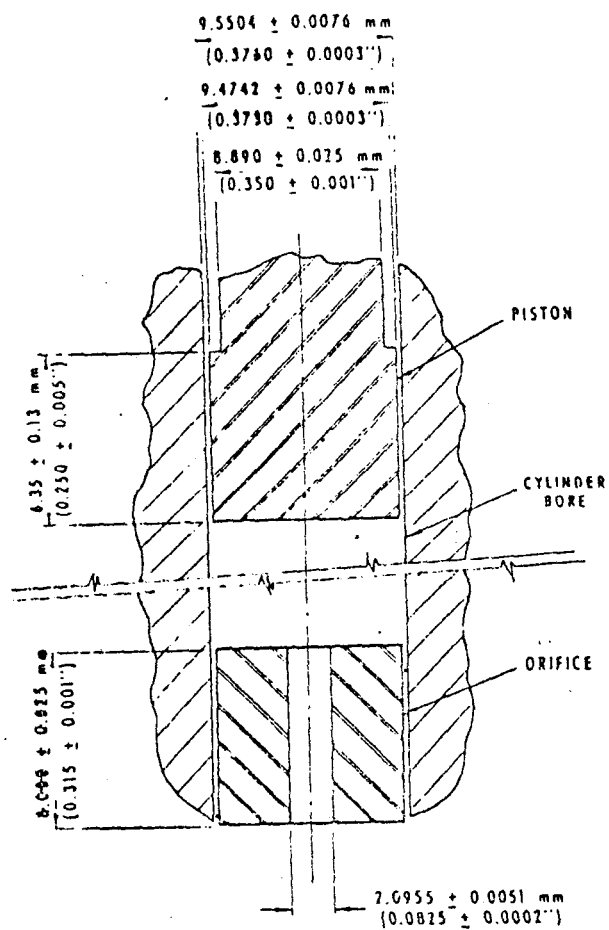


Figure XXIV : Tolérance permise pour les dimensions du cylindre et du piston d'un appareil pour évaluer l'indice de fluidité. La figure est tirée de ASTM, (1985).

3.3.1 Equipement

L'appareil utilisé pour déterminer l'indice de fluidité est représenté à la photo XIX. La figure XXII nous montre une coupe de l'appareil; nous voyons le cylindre où est introduit le matériel, le piston qui exerce la poussée pour permettre l'écoulement et le poids qui fixe la pression sur le matériel. L'extérieur du cylindre est maintenu à une température constante grâce à la bande chauffante autour de celui-ci et de son isolement. La figure XXIV nous indique les tolérances exigées pour l'orifice du cylindre du diamètre de celui-ci et du diamètre du bout du piston. Ces tolérances sont petites mais permettent une précision acceptable. L'appareil utilisé est manuel, c'est-à-dire que la coupe du fil d'écoulement est fait par l'opérateur.

3.3.2 Procédure

3.3.2.1 Préparation des échantillons

Notre objectif étant de vérifier l'influence d'un colorant sur l'indice de fluidité d'un polyéthylène; nous devons avoir un mélange parfaitement homogène. Il n'était pas recommandable d'utiliser la matière et le concentré sous forme de granules car le mélange obtenu n'est pas homogène dans ce cas. Nous avons donc broyé un échantillon déjà moulé avec la presse à injection. Nous assurons ainsi un mélange homogène de notre colorant avec notre polyéthylène haute densité.

3.3.2.2 Conditionnement des échantillons

Vingt-quatre heures avant l'essai, le matériel était soumis au pré-conditionnement exigé, soit à une température et à un pourcentage d'humidité spécifié. La norme ASTM D168 concernant le conditionnement général des échantillons de plastique est la suivante :

Température ambiante de : $23^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$

Pourcentage d'humidité de : $50\% \pm 5\%$

3.3.2.3 Norme ASTM D1238

La procédure pour évaluer l'indice de fluidité d'un polyéthylène haute densité est la norme ASTM D1238. Nous avons utilisé la procédure "A" pour appareil manuel. Les conditions d'essais utilisées sont celles du polyéthylène haute densité ayant un indice de fluidité entre 0.15 et 10 g/10 min, c'est-à-dire un poids de 2160 g. et une température du cylindre de 190°C . Cela donne une pression approximative de 298.2 kPascals.

Le temps de séjour de la matière dans le cylindre est de quatre minutes avant que l'opération de mesure débute. Ensuite, nous

TABLEAU XXII

INDICE DE FLUIDITE g/10 min.

	CONC-00	CONC-01	CONC-02	CONC-03	CONC-04	CONC-05
ECH.1	6.7	7.1	6.8	6.8	6.5	6.8
ECH.2	6.7	6.9	6.8	6.8	6.9	6.7
ECH.3	6.6	6.9	6.8	7.0	6.7	6.7
ECH.4	6.6	7.0	6.7	6.9	6.9	7.0
ECH.5	6.9	7.0	7.2	6.9	6.9	6.9
MOYENNE	6.7	7.0	6.9	6.9	6.8	6.8
ECART-TYPE	0.1	0.1	0.2	0.1	0.1	0.1

Tableau XXII : Valeurs de l'indice de fluidité pour chaque échantillon moulé avec les concentrés 00 à 05.

déterminons le poids de la matière extrudée durant une minute. Le calcul de l'indice de fluidité est donc le suivant :

$$\text{Indice} = \text{Poids} \times 10 \text{ g/10 min} \quad [1]$$

Selon la norme ASTM D1243, la précision de l'indice de fluidité est de ± 0.35 g/10 min. pour un polyéthylène dont l'indice de fluidité égale 7 g/10 min.

3.3.3 Cueillette des données

Pour obtenir une précision acceptable de l'effet d'un colorant sur l'indice de fluidité, nous avons effectué des essais sur cinq échantillons. La moyenne ainsi obtenue nous permet de tirer des conclusions plus réalistes.

Les données sont enregistrées sous forme de tableaux pour faciliter le traitement informatique. Le tableau XXII, nous montre les résultats obtenus pour tous les échantillons de la première journée d'expérimentation, toutes les autres données sont à l'appendice D, (volume 2).

3.3.4 Résultat et interprétation

Nous avons divisé l'analyse des résultats en 3 parties distinctes, nous traitons en premier lieu des valeurs obtenues pour les échantillons

sans colorant; nous poursuivons avec les résultats des mélanges avec le concentré et nous terminons par l'analyse des mélanges avec pigment.

3.3.4.1 Echantillons naturels

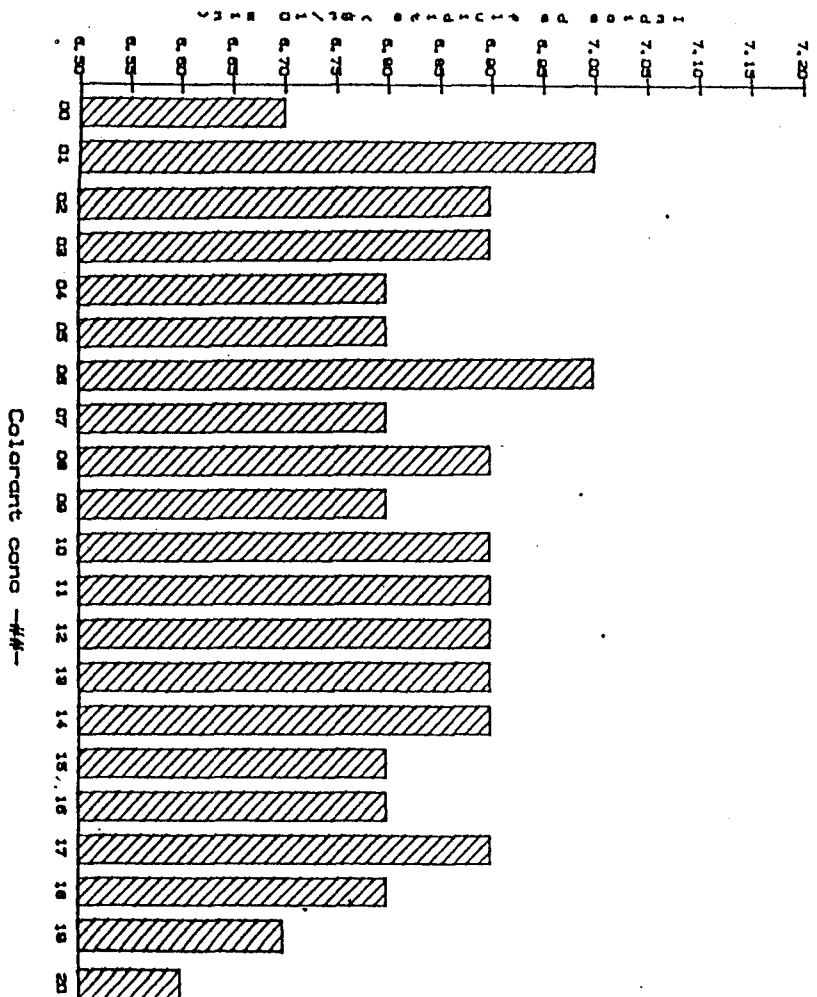
Le matériel choisi a une indice de fluidité théorique de 7.5 g/10 min. Nous obtenons en moyenne une valeur de 6.68 g/10 min. Cette différence est occasionnée par le moulage des échantillons. Pour obtenir une valeur près de 7.5g/10 min, il faut faire l'essai avec un matériel vierge en granules n'ayant jamais été moulé. De plus, il est probable que le lot de matériel choisi n'ait pas exactement un indice de fluidité de 7.5 g/10 min.

Les valeurs que nous obtenons (mélange sans colorant) se situent entre 6.85 et 6.53 g/10 min. Cette variation est négligeable, c'est-à-dire que le produit pourra être moulé mais il est possible qu'il faudra ajuster les conditions de moulage.

Les données que nous recueillons sont réajustées pour que la moyenne des valeurs pour le mélange sans colorant donne 6.68 g/10 min, ce qui implique que toutes les valeurs pour une journée d'expérimentation sont soustraites ou additionnées de la différence entre 6.68 g/10 min et la valeur moyenne obtenue pour le mélange sans colorant. L'objectif de ce réajustement est de permettre de comparer les résultats d'une journée à l'autre.

GRAPHIQUE II

Indice de fluidité vs. Colorant



Graphique II : Valeurs de l'indice de fluidité moyenne pour tous les mélanges avec concentrés.

3.3.4.2 Echantillons avec concentré

Le graphique II nous montre les valeurs obtenues pour les mélanges avec concentré. Nous constatons que les variations sont minimes, nous avons comme maximum 7.0 g/10 min et 6.6 g/10 min comme minimum. Nous pouvons ainsi conclure que le fait d'ajouter un mélange maître à un polyéthylène modifie très peu sa viscosité.

3.3.4.3 Echantillons avec pigment à diverses concentrations.

Pour chacun des pigments étudiés, nous ne notons aucun changement si ce n'est une légère augmentation de l'indice de fluidité. Les variations dans un même lot sont aussi importantes que celles obtenues d'une concentration à une autre.

3.4 DENSITE

La densité est la deuxième plus importante propriété pour l'industriel. Il associe généralement les propriétés mécaniques du polyéthylène haute densité à sa densité intrinsèque. Plus la densité est élevée, plus le matériel est résistant aux efforts de traction, de compression et de torsion, mais aussi plus il sera fragile à l'impact.

La densité est définie comme le rapport de poids par unité de volume; les unités utilisées sont le g./cm³.

3.4.1 Equipement

Pour définir la densité d'un échantillon, nous utilisons le poids de la pièce à l'air libre et celui de celle-ci dans l'eau. L'équipement utilisé est une balance de haute précision (0.0001 g.).

3.4.2 Procédure

3.4.2.1 Préparation des échantillons

Un des échantillons moulés par injection est utilisé pour l'évaluation de la densité. Ceci permet d'avoir des échantillons uniformes et dont le mélange est homogène.

3.4.2.2 Conditionnement des échantillons

Pour obtenir des résultats acceptables, nous mesurons la densité des échantillons après plus de 48 heures suivant le moulage (le retrait après moulage étant terminé à 98 %). De plus, les échantillons sont conditionnés dans une ambiance dont les caractéristiques sont les suivantes (ASTM D792) :

Température ambiante de : $23^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$

Pourcentage d'humidité de : $50\% \pm 5\%$

3.4.2.3 Normes ASTM D792

La procédure utilisée pour évaluer la densité est celle décrite par la norme ASTM D792.

Les principales étapes sont les suivantes:

- 1- Prendre le poids de l'échantillon dans l'air (A)
- 2- Attacher l'échantillon avec un petit fil et prendre le poids
- 3- Prendre le poids de l'échantillon lorsque celui-ci est complètement immergé dans l'eau (B)
- 4- Prendre le poids du fil seul immergé dans l'eau (W)

L'équation [2] permet de définir la gravité spécifique de l'échantillon.

$$Sp = A / (A + W - B) \quad [2]$$

Pour obtenir la densité, il suffit de multiplier la gravité spécifique du matériel par le rapport de densité entre l'eau distillée à 23 °C et celle à 20 °C. L'équation devient alors :

$$\text{Densité} = Sp * 0.9975 \quad [3]$$

TABLEAU XXIII

DENSITE g/cm^3

	CONC-00	CONC-01	CONC-02	CONC-03	CONC-04	CONC-05
ECH.1	0.947	0.951	0.949	0.953	0.953	0.950
ECH.2	0.948	0.950	0.950	0.950	0.951	0.951
ECH.3	0.946	0.953	0.952	0.952	0.952	0.951
ECH.4	0.946	0.952	0.952	0.952	0.951	0.952
ECH.5	0.947	0.952	0.951	0.951	0.953	0.954
MOYENNE	0.947	0.952	0.951	0.952	0.952	0.952
ECART-TYPE	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001

Tableau XXIII : Valeurs de la densité pour chacun des échantillons moulés avec les concentrés 00 à 05.

3.4.3 Cueillette des données

Comme dans le cas de l'indice de fluidité, nous effectuons des essais sur 5 échantillons. Les données sont enregistrées sous forme de tableaux.

Le tableau XXIII nous indique les valeurs de la densité obtenues pour chacun des échantillons de la première journée d'expérimentation. Toutes les autres valeurs sont enregistrées à l'appendice "E", (volume 2).

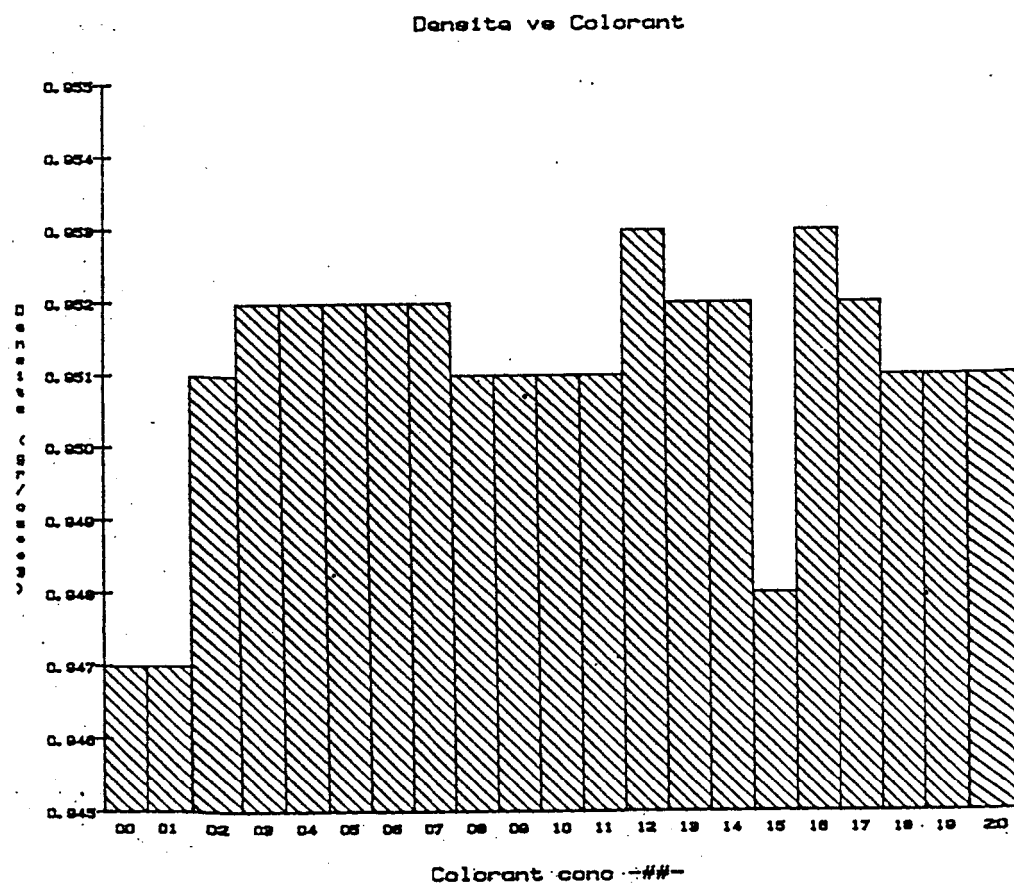
3.4.4 Résultats et interprétations

Comme pour le traitement des données de l'indice de fluidité, nous avons divisé l'analyse en trois parties distinctes; le matériel sans colorant, les mélanges avec concentré et ceux avec pigment à diverses concentrations.

3.4.4.1 Echantillons sans colorant

Nous réajustons les valeurs obtenues pour avoir 0.947 g/cm^3 pour tous les mélanges sans colorant. Les variations d'une journée à l'autre étant minimales, nous pouvons comparer les valeurs obtenues sans tenir compte de la journée d'expérimentation.

GRAPHIQUE III



Graphique III : Valeurs moyennes de la densité pour tous les mélanges avec concentrés.

3.4.4.2 Echantillons avec concentrés

Le graphique III, nous montre les valeurs obtenues pour les mélanges avec concentré. Les variations sont importantes; nous remarquons des différences jusqu'à 0.006 g/cm^3 par rapport à la matière naturelle. Il est normal d'avoir une augmentation de la densité puisque normalement les colorants sont dissouts dans les chaînes moléculaires.

Le fait que la densité soit changée nous laisse croire que les autres propriétés du matériel le seront aussi.

3.4.4.3 Echantillons avec pigment à diverses concentrations.

Les valeurs obtenues pour les mélanges de pigment à diverses concentrations, nous donnent des résultats similaires pour tous les pigments. L'augmentation de la densité est graduelle et d'une importance plus ou moins grande d'un pigment à l'autre.

3.5 ESSAI DE TRACTION

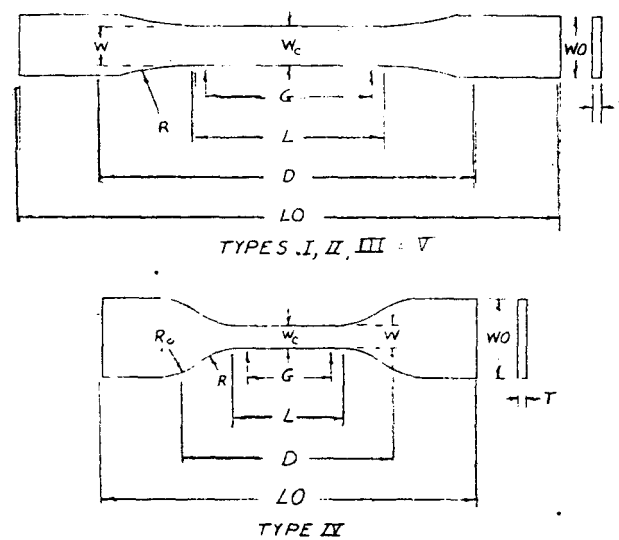
L'essai de traction nous permet de connaître quatre propriétés que nous avons étudiées: la contrainte au seuil haut, la contrainte au seuil bas, la contrainte de rupture et le pourcentage d'élongation à la rupture. Cet essai est régi par la norme ASTM D638.

PHOTO XX



Photo XX : Partie de la presse de traction-compression servant à l'évaluation des propriétés de traction. (Equipement, propriété de I.P.L. Inc.).

FIGURE XXV

Specimen Dimensions for Thickness, T , mm^D

Dimensions (see drawings)	7 or under		Over 7 to 14 incl.	4 or under		Tolerances
	Type I	Type II	Type III	Type IV ^G	Type V ^I	
W—Width of narrow section ^{A, B}	13	6	19	6	3.18	±0.5 ^{G, I}
L—Length of narrow section	57	57	57	33	9.53	±0.5 ^I
W _O —Width over-all, min ^E	19	19	29	19	...	+6.4
W _O —Width over-all, min ^E	9.53	+3.18
L _O —Length over-all, min ^E	165	183	246	115	63.5	no max
G—Gage length ^C	50	50	50	...	7.62	±0.25 ^I
G—Gage length ^C	25	...	±0.13
D—Distance between grips	115	135	115	64 ^H	25.4	±5
R—Radius of fillet	76	76	76	14	12.7	±1 ^I
RO—Outer radius (Type IV)	25	...	±1

Figure XXV : Dimensions de l'éprouvette type IV pour l'essai de traction tel que décrit par la norme D638. La figure est tirée de ASTM, (1985).

3.5.1 Equipement

L'appareil utilisé pour faire l'essai de traction est une presse de traction-compression standard. Elle permet un déplacement de plateau à une vitesse précise qui est dans notre cas de 50 mm / min.. Elle enregistre la force exercée sur les mâchoires en fonction du déplacement de celles-ci. Elle est vérifiée annuellement et se conforme aux exigences de la norme d'essai. La photo XX représente une partie de la presse, lors d'un essai de traction effectué sur les éprouvettes du présent projet.

3.5.2 Procédure

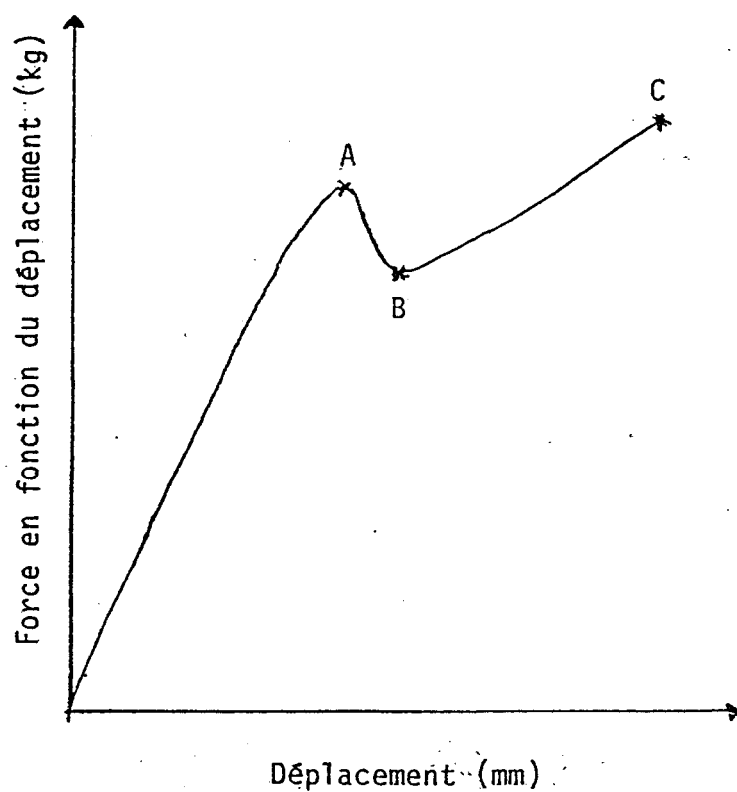
3.5.2.1 Préparation des échantillons

Les échantillons utilisés ont tous été moulés par injection grâce au moule multi-empreintes. Les dimensions des échantillons correspondent à celles de la norme ASTM D638. Les principales dimensions sont décrites à la figure XXV. Le type d'échantillon utilisé est le type IV.

3.5.2.2 Conditionnement des échantillons

Tous les échantillons ont été testés après plus de 48 heures suivant le moulage et ils ont été conditionnés dans une ambiance de 23

GRAPHIQUE IV



Graphique IV : Courbe de traction d'une éprouvette de type IV.

°C +/- 2 °C et une humidité relative entre 45 et 55% (plus de 24 heures avant le mesurage des échantillons et l'essai de traction).

3.5.2.3 Norme D638

Le nombre de pièces étirées pour chacun des mélanges est de 5 tel que recommandé à l'article 8 de la norme ASTM D638. La vitesse d'étirement est définie comme étant 50 mm/min.. Il s'agit de la vitesse minimum pour produire une rupture de l'échantillon entre 0.5 et 5 minutes, conformément à la norme.

La courbe obtenue représente la force (kg) en fonction du déplacement (mm) tel que représenté par le graphique IV. A partir de cette courbe et des dimensions initiales des éprouvettes, nous obtenons les valeurs des contraintes et du pourcentage d'élongation à la rupture.

3.5.2.4 Calcul des contraintes

Nous calculons les contraintes avec l'équation suivante :

$$\text{Contrainte} = F / A \quad [4]$$

où "F" est défini comme étant la force exercée et "A" comme étant la surface initiale de l'échantillon. Nous prenons la section initiale

car la diminution de la surface obtenue pour un échantillon en polyéthylène haute densité est importante et difficilement mesurable. Notre objectif est de comparer les matériaux entre eux et non de définir exactement la valeur de la contrainte à un moment précis de l'étirement.

Le calcul des contraintes est fait à l'aide de la valeur moyenne de la force. Elle est basée sur l'étirement de cinq pièces.

3.5.2.5 Le calcul du pourcentage d'élongation

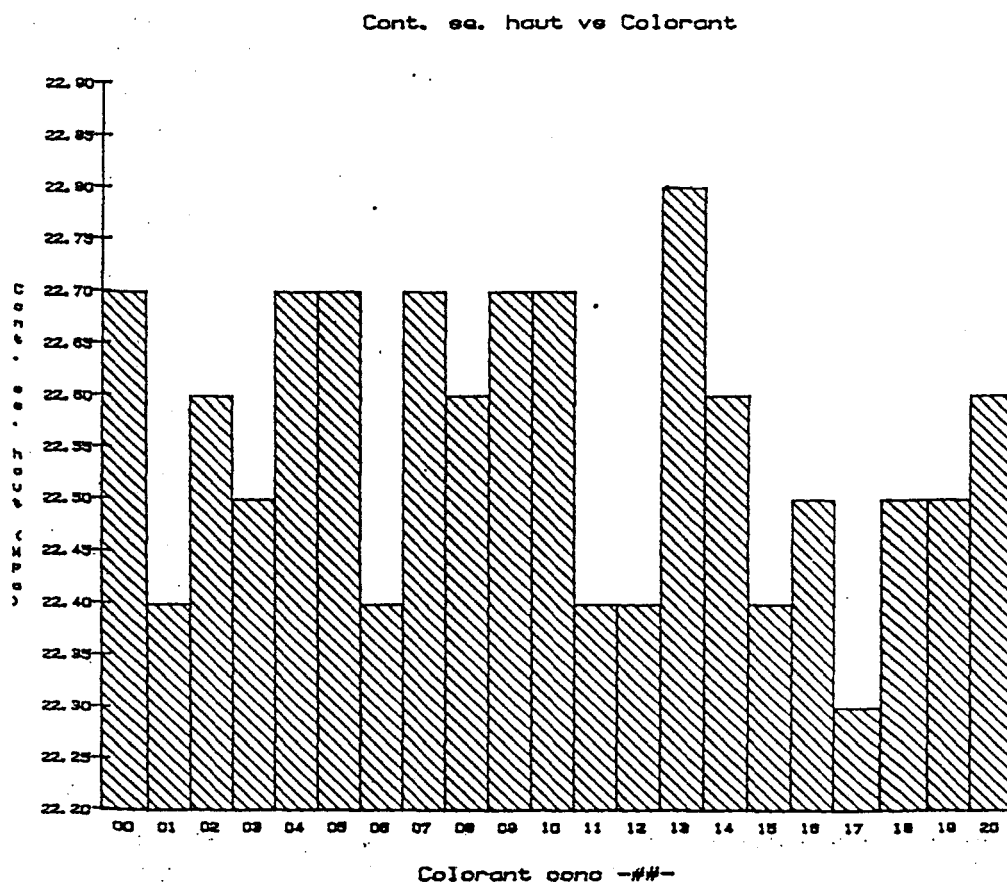
Le pourcentage d'élongation à la rupture est défini comme étant le pourcentage d'élongation de l'échantillon au moment de la rupture. Puisque l'échantillon peut s'étirer plus de 7 fois sa longueur initiale, il est difficile de mesurer exactement l'élongation avec des extensiomètres. Nous calculons donc la valeur du pourcentage d'élongation à la rupture avec l'équation [5] :

$$\%El_{rup} = (Long_{fin} - Long_{ini}) / Long_{ini} * 100 \quad [5]$$

Lon fin : Longueur finale, Long ini : Longueur initiale 33 mm.

Puisque l'étirement est fait sans extensiomètre, la longueur initiale couramment utilisée est la distance entre les mâchoires avant l'étirement, soit 33 mm. Le calcul du pourcentage d'élongation à la rupture est effectué avec la valeur moyenne obtenue des échantillons testés. Nous obtenons une valeur permettant de comparer les variations

GRAPHIQUE V



Graphique V : Valeurs moyennes de la contrainte au seuil haut pour tous les mélanges avec concentrés.

obtenues entre chacun des mélanges. Ils ne s'agit pas pour nous de vérifier avec la plus juste exactitude la valeur de l'élongation à la rupture, mais de comparer des lots d'échantillons différents. Le fait de ne pas utiliser d'extensiomètre et de prendre 33 mm. (longueur initiale) pour le calcul de l'élongation, diffère de la norme. Nous considérons donc que l'éprouvette a été étirée seulement dans la longueur de jauge (partie étroite de l'éprouvette).

3.5.3 Cueillette des données

Les données enregistrées se retrouvent aux appendices "F", "G", "H" et "I", (volume 2). Elles contiennent respectivement les valeurs des essais de la contrainte au seuil haut, la contrainte au seuil bas, la contrainte à la rupture et le pourcentage d'élongation à la rupture.

3.5.4 Résultats et interprétation

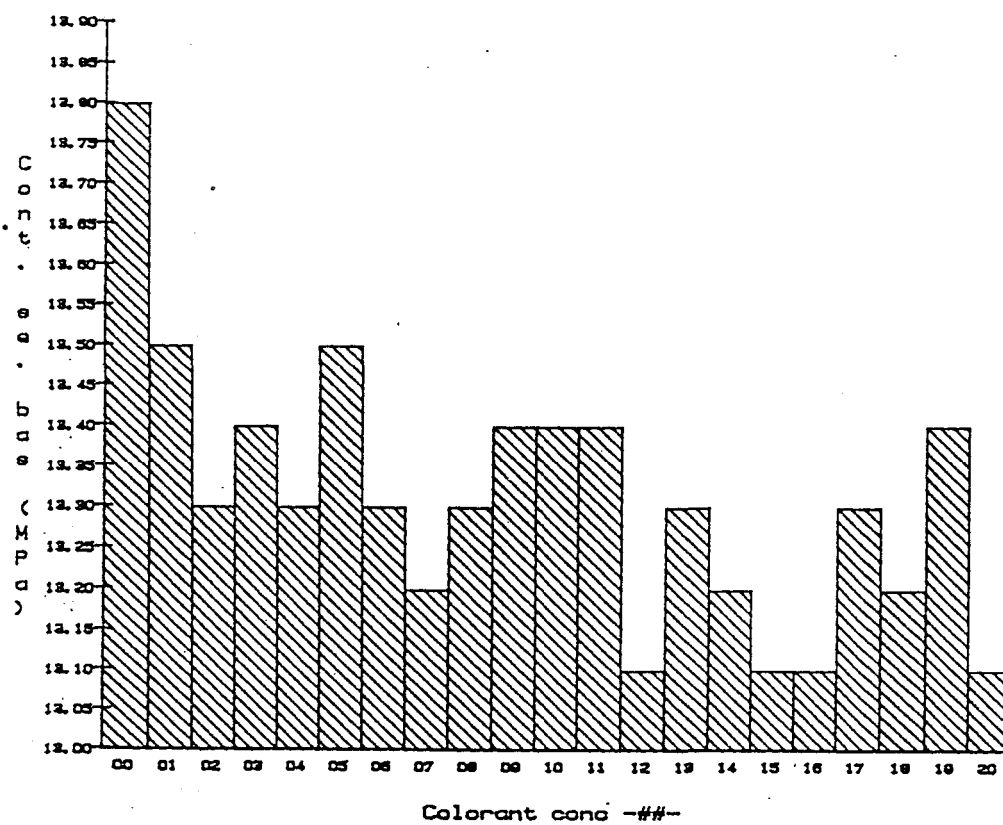
Nous présenterons les résultats en quatre parties distinctes, chacune d'elles traitant d'une seule propriété.

3.5.4.1 Contrainte au seuil haut

La contrainte au seuil haut ne semble pas être modifiée par l'ajout d'un colorant. Le graphique V nous montre bien les légères variations que nous avons obtenues pour les mélanges avec concentré.

GRAPHIQUE VI

Cont. se. bas vs Colorant



Graphique VI : Valeurs moyennes de la contrainte au seuil bas pour tous les mélanges avec concentrés

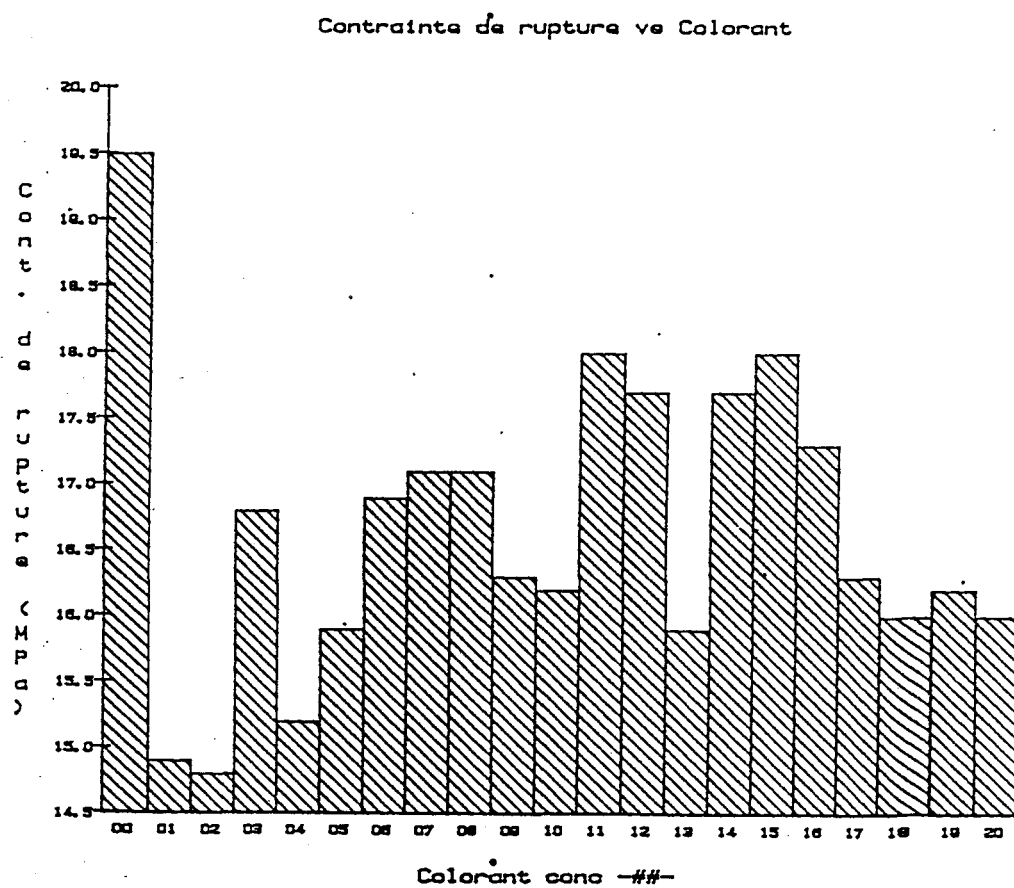
L'écart-type obtenu pour le même type d'échantillon est de 0.2 MPascal. Les différences obtenues sont du même ordre de grandeur. Le seul concentré pour lequel nous observons une différence notable est le CONC-17 qui a une moyenne de 22.3 Mpascals comparativement à la moyenne pour les mélanges sans colorant qui se situe autour de 22.7 MPascals.

Dans le cas des mélanges contenant un pigment à diverses concentrations nous n'obtenons pas de différence appréciable, sauf pour le PI10 pour lequel nous enregistrons une variation de 0.5 MPascal à une concentration de 50%. Nous notons une progression linéaire en fonction de l'augmentation de la concentration de ce pigment.

3.5.4.2 Contrainte au seuil bas

Les variations de la contrainte au seuil bas sont plus importantes que celles enregistrées pour la contrainte au seuil haut. Le graphique VI nous montre les valeurs obtenues pour les mélanges avec concentrés. Nous remarquons une différence appréciable entre le matériel sans colorant et les mélanges. Conséquemment, la coloration semble affecter cette propriété. Pour les mélanges avec les pigments, nous retrouvons aussi une baisse de la contrainte au seuil bas par rapport aux mélanges sans colorant. Nous remarquons que l'écart-type est aussi très élevé +/- 0.3 MPascal, ce qui implique que pour le même mélange nous obtenons des variations aussi grandes que celles d'un mélange à l'autre.

GRAPHIQUE VII



Graphique VII : Valeurs moyennes de la contrainte à la rupture pour tous les mélanges avec concentrés.

3.5.4.3 Contrainte à la rupture

La contrainte à la rupture varie de façon significative pour les échantillons sans mélange; nous obtenons une valeur de 19.5 MPascals et un écart-type de 5.2 MPascals. Ceci implique que le matériel ne casse pas toujours à la même élongation. Puisque la contrainte est calculée sur la surface initiale de l'échantillon plutôt que sur la surface finale, nous obtenons des variations très grandes. Le graphique VII nous montre les résultats pour les mélanges avec concentrés. Les écarts-types pour ces mélanges sont beaucoup moins élevés (1.3 MPascals). Le concentré semble causer une brisure plus régulière de l'échantillon. Les molécules de pigment viennent rompre les chaînes moléculaires du polymère, il y a donc une rupture plus uniforme.

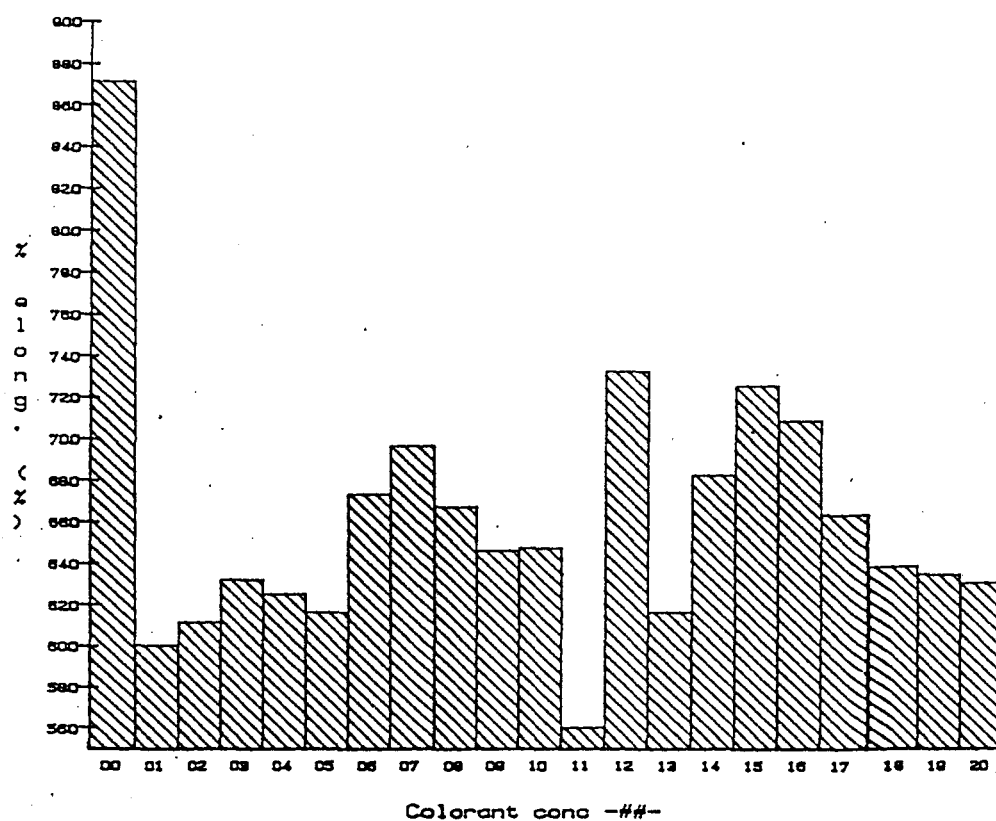
Pour ce qui est des mélanges avec pigment, les résultats sont aussi très variés et les écart-types très élevés. Il ne semble pas y avoir de corrélation linéaire. Les valeurs obtenues avec un mélange à une concentration donnée varient plus entre elles que la moyenne des mélanges à diverses concentrations. En conséquence, nous ne pouvons déterminer avec certitude les variations de la contrainte à la rupture.

3.5.4.4 Le pourcentage d'élongation à la rupture

Cette donnée est étroitement reliée à la contrainte à la rupture; lorsque celle-ci augmente, le pourcentage d'élongation devient très

GRAPHIQUE VIII

% d'élongation vs Colorant



Graphique VIII : Valeurs moyennes du pourcentage d'élongation à la rupture pour tous les mélanges avec concentrés.

important (de 1200 à 1300 %) et lorsque la contrainte diminue nous obtenons un pourcentage d'élongation d'approximativement 600 %. En ce qui concerne les mélanges avec concentré, nous obtenons moins de variation dans nos résultats, les écarts-types étant moins élevés. Le graphique VIII montre les valeurs moyennes obtenues pour ces mélanges.

Pour les mélanges avec les pigments, nous remarquons que le pourcentage d'élongation diminue lorsque la concentration augmente et qu'en plus l'écart-type devient moins grand. Nous en concluons alors que le fait d'ajouter un pigment affecte le pourcentage d'élongation; en effet, plus la concentration est élevée, plus le pourcentage d'élongation sera bas et plus les valeurs obtenues auront un écart-type à la baisse. Le pigment vient donc accélérer la rupture des chaînes moléculaires.

3.6 RESISTANCE A L'IMPACT

La septième propriété étudiée est la résistance à l'impact. Pour l'industriel, il est important de connaître l'influence de la coloration sur l'impact de son produit. Le type d'impact que nous avons étudié est celui de l'impact Charpy avec entaille.

Le fait de choisir un impact avec entaille, nous permet de vérifier l'impact d'une pièce qui aurait des angles vifs plutôt que des arrondis. Nous mesurons la résistance à l'impact d'une pièce soumise en flexion.

PHOTO XXI



Photo XXI : Appareil servant pour l'évaluation de la résistance à l'impact. (Équipement, propriété de I.P.L. INC.).

FIGURE XXVI

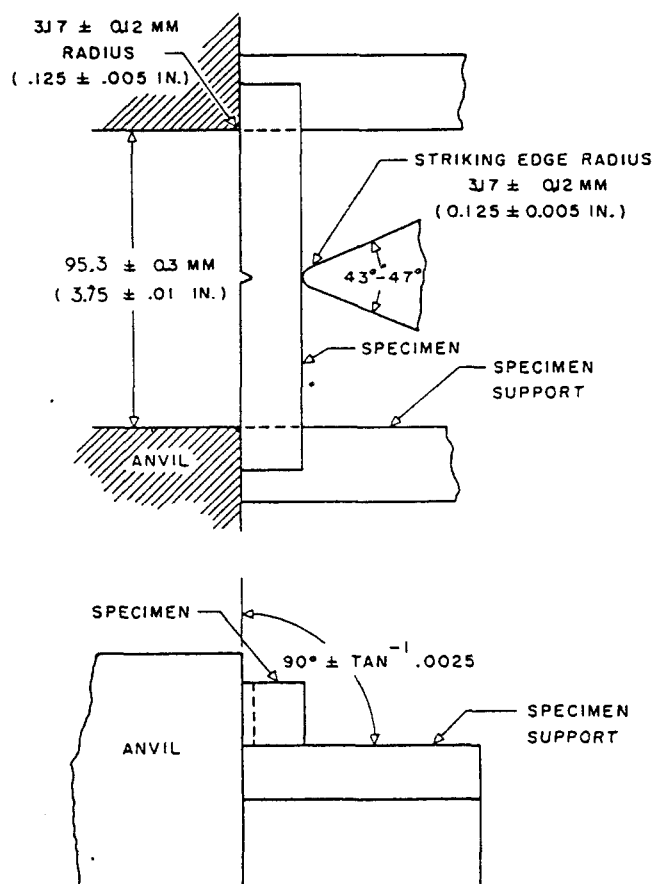


Figure XXVI : Tolérances de la pointe du marteau et des supports de l'échantillon. La figure est tirée de ASTM, (1985).

FIGURE XXVII

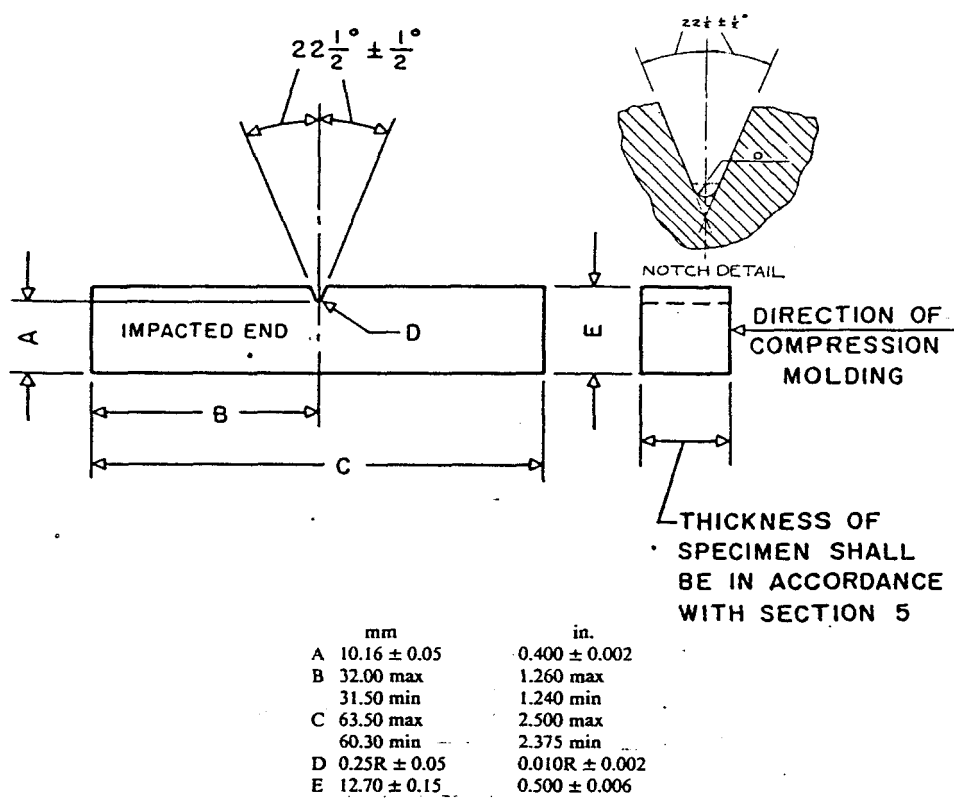


Figure XXVII : Les dimensions et les tolérances pour les éprouvettes servant à évaluer la résistance à l'impact. La figure est tirée de ASTM, (1985).

3.6.1 Equipement

L'appareil utilisé pour l'évaluation de l'impact des échantillons est un mouton-pendule standard. C'est un appareil massif (minimum de vibration), sur lequel est monté un support permettant de placer l'échantillon perpendiculairement à la course du marteau qui viendra la briser. La photo XXI illustre l'appareil ainsi que l'emplacement de l'échantillon.

Le marteau consiste en un pendule sur roulement à billes avec une masse très importante à son extrémité. Le marteau utilisé a une masse de 0.909 kg. La pointe du marteau et les supports pour échantillons doivent avoir des dimensions précises telles que démontrées à la figure XXVI.

3.6.2 Procédure

Les échantillons utilisés pour les essais d'impact ont tous été moulés par injection. Leurs dimensions sont conformes à celles décrites à la figure XXVII. Dans le cas qui nous intéresse, il s'agit d'une longueur nominale de 127.0 mm, d'une largeur nominale de 12.70 mm et d'une épaisseur nominale de 6.35 mm.

PHOTO XXII

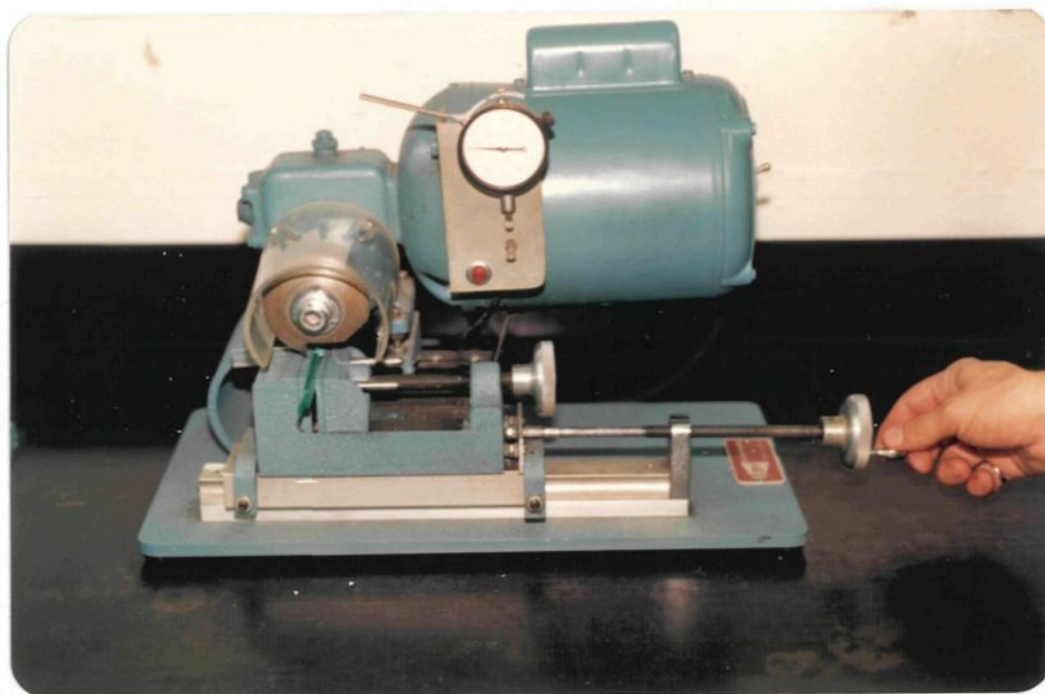


Photo XXII : Appareil servant à faire l'encavure des échantillons pour évaluer la résistance à l'impact. (Equipement, propriété de I.P.L. Inc.).

3.6.2.1 Préparation des échantillons

Chaque échantillon comporte une entaille centrale d'une profondeur de 2.54 mm. L'entaille est en forme d'angle de $22\ 1/2^{\circ} \pm 1/2^{\circ}$ et l'encavure doit se terminer par un rayon de 0.25 mm. \pm 0.05 mm.

L'appareil utilisé pour entailler les échantillons est manuel, un seul échantillon est entaillé à la fois, la photo XXII nous montre celui utilisé.

3.6.2.2 Conditionnement des échantillons

Les éprouvettes ont été entaillées 24 heures avant l'essai. De plus, elles ont été placées dans une ambiance de $23^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ et un pourcentage d'humidité relative de $50\% \pm 5\%$ tel que le demande la norme ASTM D792, portant sur le conditionnement des éprouvettes.

3.6.2.3 Procédure d'essai

La procédure d'essai que nous avons choisie est celle décrite par la norme ASTM P256, méthode B. Les principales étapes en sont les suivantes:

1. Mesurer les échantillons;
2. Faire l'entaille au centre de l'éprouvette;

TABLEAU XXIV

RESISTANCE A L'IMPACT (Joules / Mètre)

	CONC-00	CONC-01	CONC-02	CONC-03	CONC-04	CONC-05
ECH.1	127	113	115	111	113	111
ECH.2	129	113	115	115	115	111
ECH.3	131	113	115	113	111	111
ECH.4	138	113	115	113	113	108
ECH.5	125	111	115	111	113	108
ECH.6	134	113	115	113	115	111
ECH.7	127	113	120	115	115	113
ECH.8	131	111	115	113	111	111
ECH.9	134	111	120	113	113	108
ECH.10	134	111	115	113	113	111
MOYENNE	131	112	116	113	113	110
ECART-TYPE	4	1	2	1	1	1

Tableau XXIV : Valeurs de la résistance à l'impact pour chaque échantillon moulé avec les concentrés 00 à 05.

3. Conditionner des éprouvettes;
4. Mettre le pendule en mouvement durant plus de 30 minutes;
5. Placer les éprouvettes une par une sur les supports;
6. Fracturer l'échantillon;
7. Noter alors l'énergie absorbée par l'échantillon et spécifier le type de fracture;
8. Répéter l'opération 5 à 7 pour chacune des éprouvettes;

Nous avons fracturé 10 échantillons semblables; le calcul de l'énergie se fait par rapport à la profondeur de l'entaille, c'est-à-dire que l'impact est évalué en joules par mètre d'entaille:

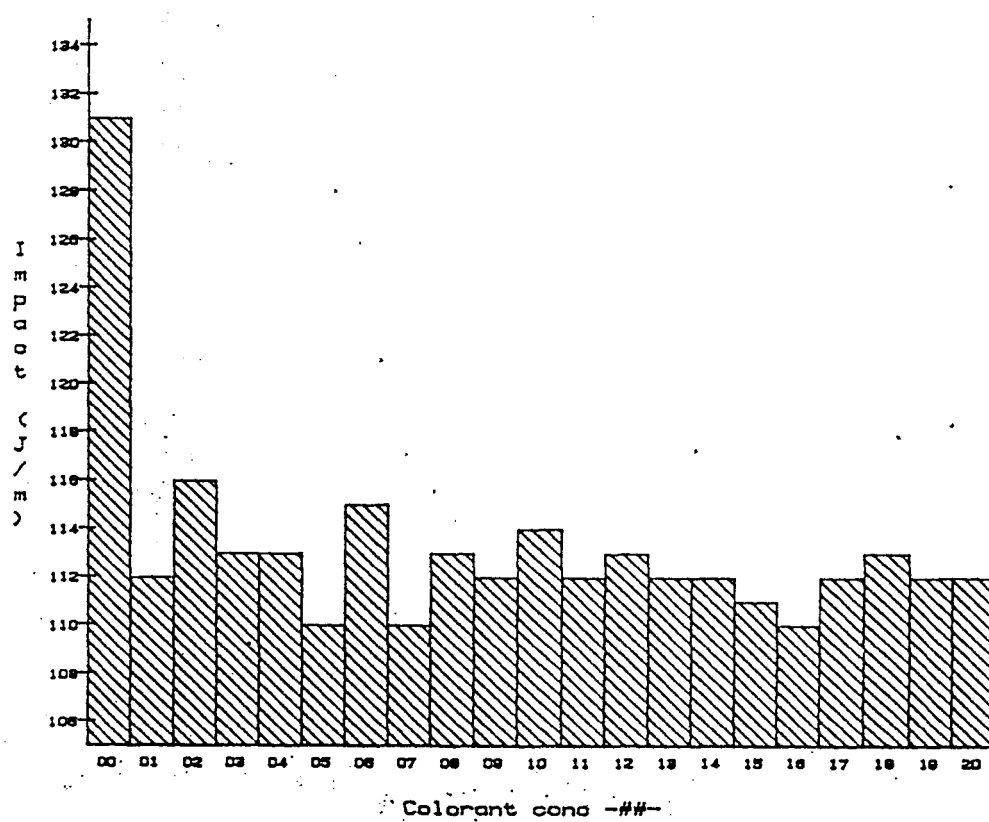
$$E = \text{Energie lue (J)} / \text{profondeur de l'entaille (m)} \quad [6]$$

3.6.3 Cueillette des données

Dans le but de bien visualiser l'effet d'un colorant sur l'impact, nous avons travaillé avec 10 échantillons, dont la fracture est complète. Les données sont enregistrées sous forme de tableaux. Le tableau XXIV nous montre les résultats obtenus pour les 5 premiers concentrés étudiés. Tous les autres résultats se retrouvent à l'appendice "J", (volume 2).

GRAPHIQUE IX

Impact vs Colorant



Graphique IX : Valeurs moyennes de la résistance à l'impact pour tous les mélanges avec concentrés.

3.6.4 Résultats et interprétation

Nous avons effectué un réajustement des valeurs obtenues dans le but d'obtenir une valeur similaire pour chaque lot d'éprouvettes moulées à l'aide du matériel sans colorant.

La moyenne obtenue pour le matériel naturel est de 131 Joules/mètre et l'écart-type se situe autour de 4 Joules/m. Cette valeur est la plus haute que nous ayons obtenue, ce qui implique que l'ajout d'un colorant ou d'un pigment, diminue considérablement la résistance à l'impact de l'échantillon.

Le graphique IX nous montre les valeurs obtenues pour les mélanges avec les concentrés. Les valeurs se situent entre 110 et 116 Joules/m, ce qui correspond à une perte de résistance d'impact de 11.5 à 16 % par rapport au mélange sans colorant. L'écart-type enregistré pour les pièces colorées est aussi plus petit, il se situe entre 1 et 2 Joules/m.

Pour ce qui est des mélanges avec une concentration différente de pigment, nous observons des valeurs qui décroissent lorsque la concentration augmente. Certains pigments ont une influence plus importante sur la résistance à l'impact, c'est le cas des pigments 02 et 09. Nous obtenons une valeur respective de 110 et 107 Joules/m pour ces deux pigments moulés à une concentration de 50 %.

FIGURE XXVIII

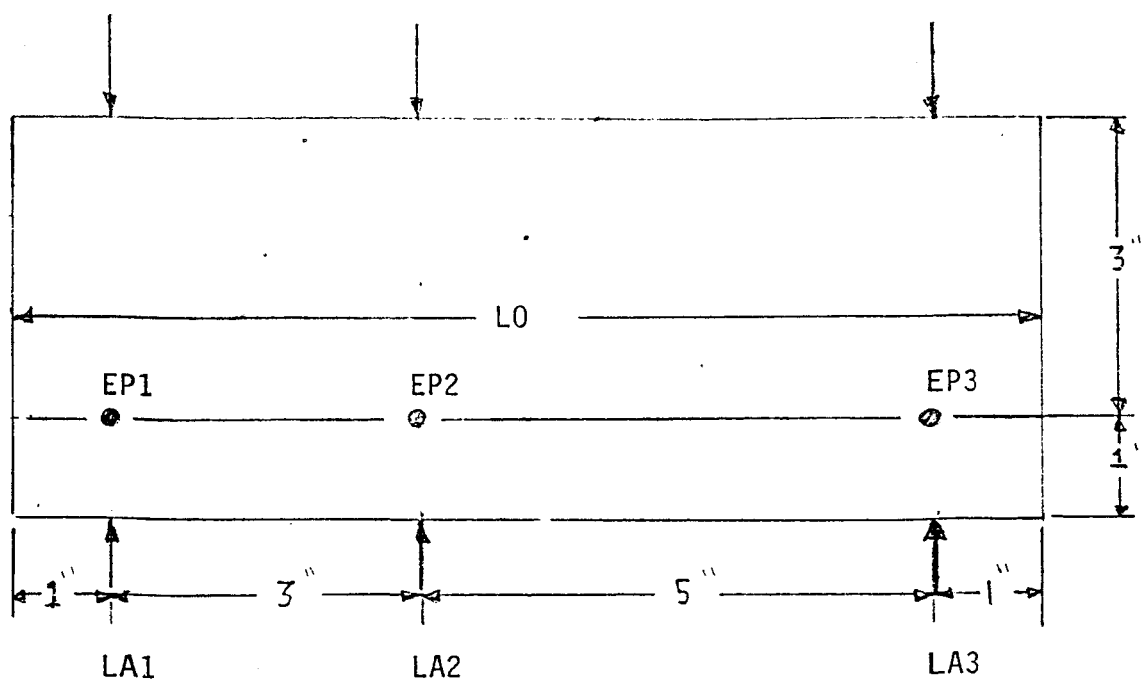


Figure XXVIII : Visualisation des points de prise de mesure pour la plaque.

Nous notons également que l'écart-type décroît lorsque la concentration du pigment augmente. De ce fait, la moyenne et l'écart-type de la résistance à l'impact diminuent lorsque la concentration augmente.

3.7 RETRAIT

Le retrait est mesuré sur un échantillon de 7.62 cm par 25.4 cm à différents endroits. Nous préférons comparer les dimensions de la pièce plutôt que le taux de retrait, il est ainsi plus facile de visualiser l'effet d'un colorant sur l'échantillon. La figure XXVIII nous montre les endroits où nous prenons la lecture des dimensions de la pièce.

3.7.1 Equipement

L'appareillage utilisé pour mesurer le retrait de la plaque consiste en un gabarit permettant de maintenir l'éprouvette à plat et de recueillir rapidement les valeurs des largeurs et de la longueur. Le gabarit contient des comparateurs dont la précision est de +/- 0.0001 mm.

Pour la mesure de l'épaisseur, nous utilisons un micromètre ayant une précision de 0.00005 mm.

3.7.2 Procédure

3.7.2.1 Préparation des échantillons

Etant donné que le taux de retrait d'une pièce est directement lié à la température extérieure après le moulage, les éprouvettes sont refroidies sur un support permettant un transfert de chaleur équivalant des deux côtés de la pièce. Elles sont maintenues dans cette position pour la première heure. Elles sont par la suite remises en piles dans une pièce à température contrôlée pour une durée minimale de 24 heures. La température est de $23^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$.

Il est important de noter que le mesurage des éprouvettes s'effectue 48 heures après le moulage. Nous considérons que la pièce à ce moment, atteint une stabilité dimensionnelle adéquate et que le retrait est complété à 98 %.

3.7.2.2 Norme

Pour bien visualiser le retrait d'une pièce, nous comparons les valeurs réelles des dimensions de la pièce. Toutefois, le calcul du taux de retrécissement peut être effectué en utilisant l'équation suivante :

$$\text{TR} = (\text{DM} - \text{DRéel}) / \text{DM} \quad [7]$$

où TR représente le taux de retrait, DM la dimension de l'empreinte du moule et DRéel la dimension de la pièce après 48 heures.

3.7.2.3 Cueillette des données

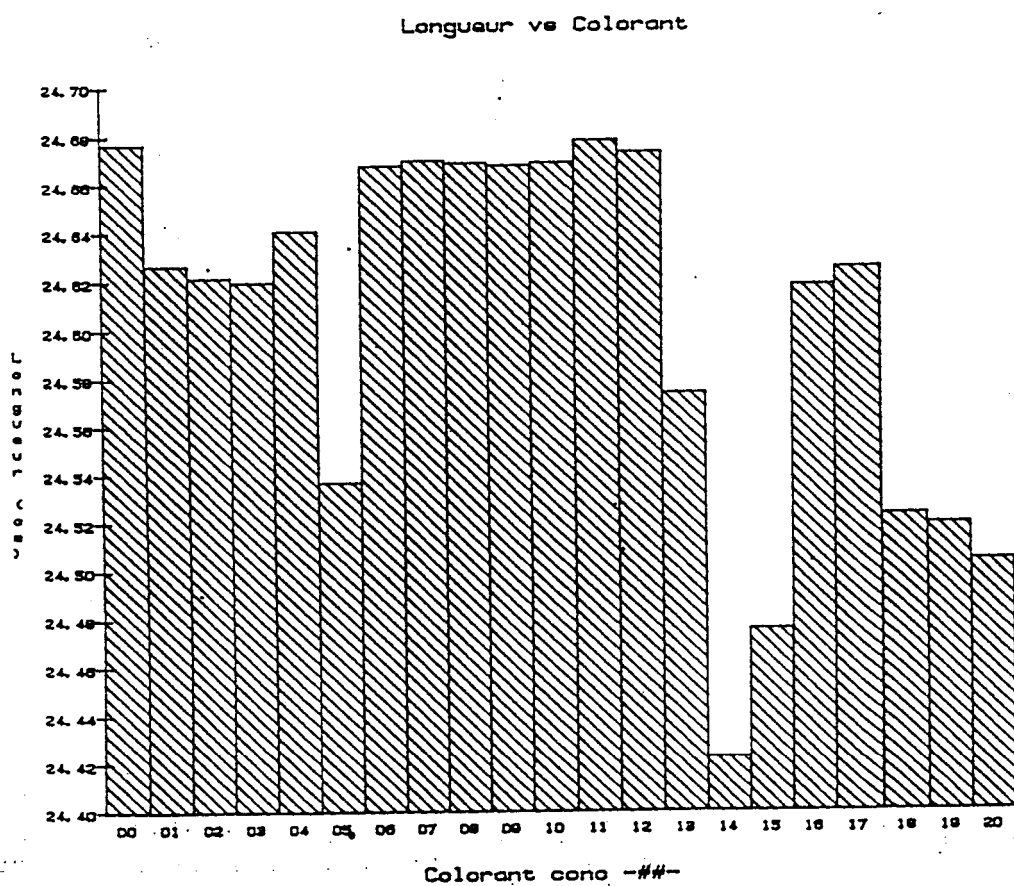
Nous avons mesuré 20 pièces soit quatre groupes de 5 pièces à un intervalle de 15 minutes (pour chaque essai effectué). Toutes les données concernant les dimensions de la plaque se retrouvent dans les appendices "K" à "Q" et le poids de chacune d'elles se retrouvent à l'appendice "R" du volume 2 selon l'indication suivante :

Appendice	Dimensions
K	Longueur de la plaque
L	Largeur no. 1 de la plaque
M	Largeur no. 2 de la plaque
N	Largeur no. 3 de la plaque
O	Epaisseur no. 1 de la plaque
P	Epaisseur no. 2 de la plaque
Q	Epaisseur no. 3 de la plaque

3.7.2.4 Résultats et interprétation

Les résultats, pour le retrait, sont rapportés en trois groupes: la longueur, les largeurs et les épaisseurs. Nous mesurons plusieurs

GRAPHIQUE X



Graphique X : Valeurs moyennes de la longueur pour toutes les plaques moulées avec des concentrés.

TABLEAU XXV

LONGUEUR DES PLAQUES (CM)

	MOYENNE	ECART-TYPE		MOYENNE	ECART-TYPE
CONC-00	24.677	0.005	CONC-11	24.678	0.006
CONC-01	24.627	0.008	CONC-12	24.673	0.006
CONC-02	24.622	0.005	CONC-13	24.574	0.004
CONC-03	24.620	0.007	CONC-14	24.423	0.013
CONC-04	24.641	0.006	CONC-15	24.476	0.010
CONC-05	24.537	0.008	CONC-16	24.618	0.007
CONC-06	24.668	0.006	CONC-17	24.625	0.007
CONC-07	24.670	0.007	CONC-18	24.523	0.007
CONC-08	24.669	0.007	CONC-19	24.519	0.008
CONC-09	24.668	0.007	CONC-20	24.504	0.010
CONC-10	24.669	0.007			

Tableau XXV : Valeurs de la moyenne et de l'écart-type pour la longueur des plaques moulées avec des concentrés.

échantillons, ceci dans le but d'obtenir des données plus précises. Un réajustement est effectué sur toutes les données de façon à obtenir une valeur similaire pour toutes les pièces moulées sans colorant. Ce réajustement nous permet de comparer les valeurs d'une journée à l'autre sans vérifier les valeurs obtenues avec les conditions de base.

3.7.2.4.1 Longueur

Les résultats obtenus avec les concentrés sont vraiment différents d'un à l'autre. Le retrécissement de la pièce est donc relié à une différence de pigment contenu dans celui-ci. Le retrait n'est pas relié à une couleur mais plutôt à la composition (recette) du concentré.

Nous notons que les variations sont très minimales d'une éprouvette à l'autre (écart-type < 0.01 cm), ce qui signifie que notre procédé était vraiment sous contrôle. La majorité des concentrés étudiés nous donnent un retrait plus élevé que le retrait mesuré pour une pièce sans colorant. Le seul qui ne semble pas avoir retréci plus que le CONC-00 et le CONC-11 qui a une longueur similaire soit 24.678 cm. Le graphique X nous montre les résultats obtenus pour les 20 concentrés choisis et le tableau XXV nous montre les valeurs moyennes et les écarts-types obtenues pour ceux-ci. Les concentrés CONC-05, CONC-14, CONC-15, CONC-18, CONC-19 et CONC-20 ont les valeurs les plus élevées de retrait.

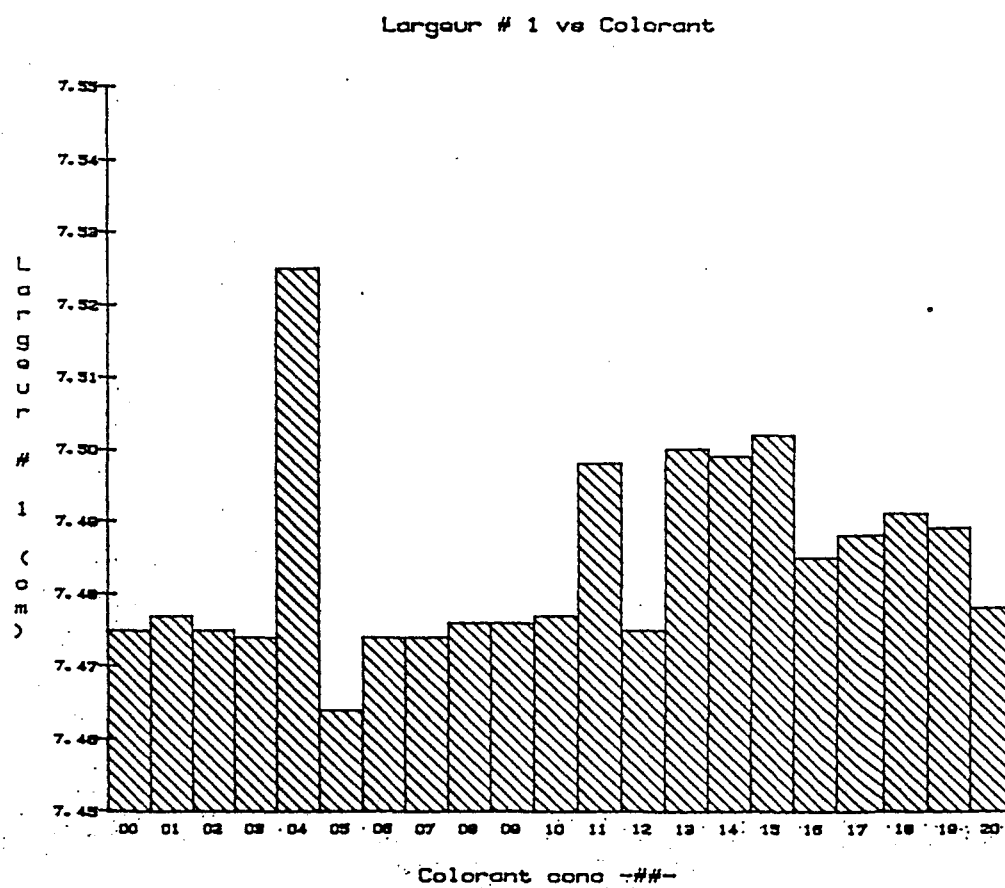
TABLEAU XXVI

LONGUEUR DES PLAQUES (CM)

	PI10.00	PI10.01	PI10.02	PI10.03	PI10.04	PI10.05
ECH.01	24.679	24.646	24.629	24.595	24.565	24.545
ECH.02	24.664	24.634	24.611	24.578	24.550	24.527
ECH.03	24.669	24.621	24.606	24.575	24.542	24.535
ECH.04	24.672	24.621	24.606	24.575	24.547	24.524
ECH.05	24.679	24.639	24.611	24.578	24.555	24.519
ECH.06	24.692	24.646	24.629	24.593	24.562	24.532
ECH.07	24.677	24.631	24.613	24.575	24.550	24.522
ECH.08	24.674	24.621	24.611	24.573	24.547	24.522
ECH.09	24.664	24.623	24.611	24.575	24.545	24.519
ECH.10	24.677	24.631	24.616	24.578	24.545	24.535
ECH.11	24.689	24.646	24.618	24.593	24.560	24.545
ECH.12	24.677	24.631	24.603	24.575	24.529	24.527
ECH.13	24.674	24.623	24.598	24.573	24.542	24.522
ECH.14	24.677	24.623	24.603	24.568	24.542	24.524
ECH.15	24.679	24.629	24.611	24.578	24.552	24.524
ECH.16	24.689	24.641	24.626	24.585	24.562	24.537
ECH.17	24.672	24.623	24.608	24.568	24.545	24.517
ECH.18	24.677	24.623	24.608	24.568	24.542	24.522
ECH.19	24.674	24.621	24.603	24.565	24.547	24.522
ECH.20	24.679	24.626	24.608	24.573	24.557	24.532
MOYENNE	24.677	24.630	24.611	24.577	24.549	24.528
ECART-TYPE	0.007	0.009	0.008	0.008	0.009	0.008

Tableau XXVI : Longueur des plaques pour chaque échantillon moulé avec le pigment 10 à diverses concentrations.

GRAPHIQUE XI



Graphique XI : Valeurs moyennes de la largeur 1 pour toutes les plaques moulées avec des concentrés.

TABLEAU XXVII

LARGEUR 1 DES PLAQUES (CM)

MOYENNE ECART-TYPE			MOYENNE ECART-TYPE		
CONC-00	7.475	0.002	CONC-11	7.478	0.002
CONC-01	7.477	0.002	CONC-12	7.475	0.003
CONC-02	7.475	0.002	CONC-13	7.500	0.002
CONC-03	7.474	0.002	CONC-14	7.499	0.003
CONC-04	7.525	0.002	CONC-15	7.502	0.003
CONC-05	7.464	0.002	CONC-16	7.485	0.002
CONC-06	7.474	0.003	CONC-17	7.488	0.003
CONC-07	7.474	0.002	CONC-18	7.491	0.002
CONC-08	7.476	0.003	CONC-19	7.489	0.003
CONC-09	7.476	0.002	CONC-20	7.478	0.002
CONC-10	7.477	0.002			

Tableau XXVII : Valeurs de la moyenne et de l'écart-type pour la largeur 1 des plaques moulées avec des concentrés.

Pour les résultats concernant les pigments à différentes concentrations, nous obtenons de légères variations sauf pour le pigment 10, qui lui a un effet très important sur le taux de rétrécissement du polymère. Le tableau XXVI nous montre les valeurs obtenues avec celui-ci. Nous pouvons donc affirmer que le polychloro-phthalocyanine cuivreux modifie le taux de retrécissement de la pièce d'où un gauchissement des produits.

Tous les autres pigments ont une influence plus ou moins importante sur le retrait. Toutefois, l'importance du retrait augmente ou diminue lorsque la concentration en pigment augmente.

3.7.2.4.2 Largeur l

Comme pour la longueur, les résultats diffèrent d'un concentré à un autre. Les variations enregistrées sont beaucoup moins grandes (écarts-type entre 0.001 et 0.003 cm). Le retrait est moins grand pour les pièces colorées que pour les pièces sans colorant. Cela est dû au fait que le retrait longitudinal est plus élevé, donc le retrait perpendiculaire est annulé ou encore diminué par le rétrécissement très important des chaînes moléculaires parallèles à l'écoulement. Le graphique XI nous montre les valeurs obtenues pour les 20 concentrés étudiés et le tableau XXVII nous montre les valeurs moyennes et les écarts-types obtenus pour ceux-ci.

TABLEAU XXVIII

LARGEUR 1 DES PLAQUES (CM)

	PI10.00	PI10.01	PI10.02	PI10.03	PI10.04	PI10.05
ECH.01	7.471	7.481	7.483	7.488	7.491	7.496
ECH.02	7.466	7.473	7.483	7.488	7.491	7.491
ECH.03	7.476	7.476	7.478	7.483	7.486	7.493
ECH.04	7.476	7.471	7.478	7.481	7.488	7.493
ECH.05	7.471	7.471	7.483	7.483	7.491	7.493
ECH.06	7.478	7.481	7.483	7.488	7.491	7.499
ECH.07	7.476	7.476	7.481	7.483	7.493	7.493
ECH.08	7.473	7.473	7.481	7.486	7.488	7.491
ECH.09	7.476	7.473	7.478	7.483	7.496	7.491
ECH.10	7.476	7.473	7.481	7.488	7.491	7.491
ECH.11	7.476	7.476	7.481	7.488	7.491	7.496
ECH.12	7.476	7.473	7.478	7.486	7.478	7.493
ECH.13	7.476	7.473	7.481	7.486	7.488	7.493
ECH.14	7.476	7.478	7.478	7.488	7.491	7.493
ECH.15	7.478	7.476	7.486	7.483	7.491	7.488
ECH.16	7.476	7.476	7.478	7.488	7.491	7.496
ECH.17	7.476	7.473	7.486	7.483	7.491	7.491
ECH.18	7.473	7.473	7.481	7.486	7.486	7.491
ECH.19	7.476	7.473	7.478	7.483	7.486	7.491
ECH.20	7.473	7.473	7.478	7.483	7.488	7.491
MOYENNE	7.475	7.475	7.481	7.485	7.489	7.493
ECART-TYPE	0.003	0.003	0.003	0.002	0.004	0.002

Tableau XXVIII : Largeur 1 des plaques pour chaque échantillon
moulé avec le pigment 10 à diverses
concentrations.

Nous notons toutefois que la pièce a une largeur maximale pour le mélange avec le CONC-04 soit 7.525 cm tandis que la plaque moulée avec le matériel sans colorant a une largeur de 7.475. Toutefois les concentrés CONC-13, CONC-14 et CONC-15 ont des dimensions similaires.

Pour les mélanges avec pigment, nous obtenons des résultats similaires au retrait longitudinal, sauf que le retrait des éprouvettes avec pigment est moins élevé que celui pour les éprouvettes naturelles. Le pigment 10 nous donne les variations les plus importantes tel que le démontre le tableau XXVIII.

3.7.2.4.3 Largeur 2

Les données recueillies nous permettent de constater que le taux de retrait est plus important lorsqu'on s'éloigne du point d'injection (diminution de la pression). Toutefois, les mêmes similitudes qu'auparavant pour la largeur 1 se retrouvent sauf que les résultats sont encore plus amplifiés. Par exemple, la mesure moyenne de la largeur 1 est de 7.475 cm tandis que celle de la largeur 2 est de 7.465 cm. Toutefois, nous ne pouvons définir aucun corollaire permettant de calculer la mesure de la largeur 2 à partir des résultats obtenus de la largeur 1.

TABLEAU XXIX

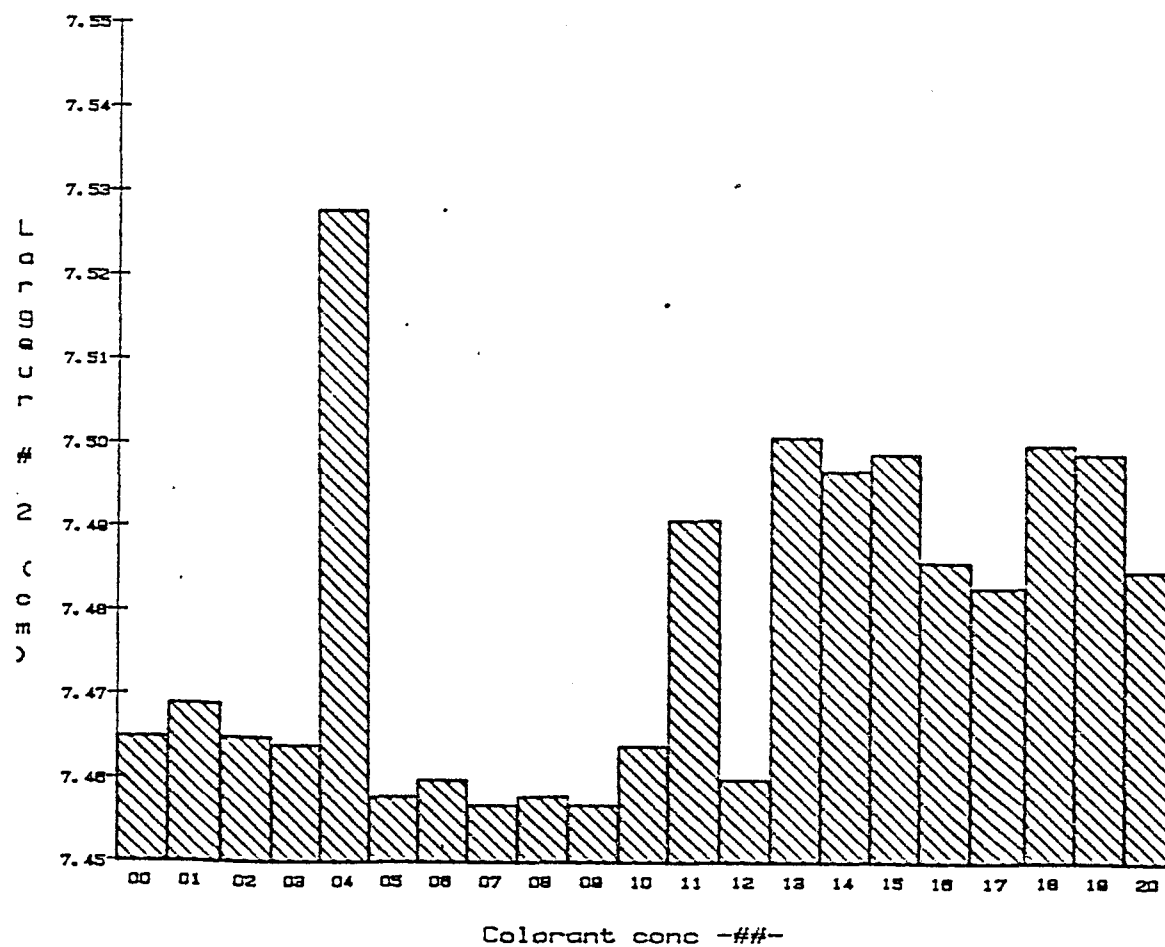
LARGEUR 2 DES PLAQUES (CM)

	MOYENNE	ECART-TYPE		MOYENNE	ECART-TYPE
CONC-00	7.465	0.002	CONC-11	7.491	0.003
CONC-01	7.469	0.002	CONC-12	7.460	0.004
CONC-02	7.465	0.003	CONC-13	7.501	0.002
CONC-03	7.464	0.004	CONC-14	7.497	0.004
CONC-04	7.528	0.004	CONC-15	7.499	0.005
CONC-05	7.458	0.005	CONC-16	7.486	0.003
CONC-06	7.460	0.004	CONC-17	7.483	0.004
CONC-07	7.457	0.003	CONC-18	7.500	0.005
CONC-08	7.458	0.005	CONC-19	7.499	0.003
CONC-09	7.457	0.003	CONC-20	7.485	0.004
CONC-10	7.464	0.004			

Tableau XXIX : Valeurs de la moyenne et de l'écart-type pour la
largeur 2 des plaques moulées avec des concentrés.

GRAPHIQUE XII

Largeur # 2 vs Colorant



Graphique XII : Valeurs moyennes de la largeur 2 pour toutes les plaques moulées avec des concentrés.

TABLEAU XXX

LARGEUR 3 DES PLAQUES (CM)

	MOYENNE	ECART-TYPE		MOYENNE	ECART-TYPE
CONC-00	7.391	0.001	CONC-11	7.434	0.003
CONC-01	7.394	0.003	CONC-12	7.393	0.003
CONC-02	7.392	0.002	CONC-13	7.451	0.003
CONC-03	7.391	0.002	CONC-14	7.456	0.006
CONC-04	7.448	0.004	CONC-15	7.462	0.006
CONC-05	7.388	0.003	CONC-16	7.425	0.002
CONC-06	7.393	0.003	CONC-17	7.421	0.003
CONC-07	7.395	0.004	CONC-18	7.449	0.005
CONC-08	7.393	0.003	CONC-19	7.451	0.003
CONC-09	7.391	0.003	CONC-20	7.435	0.003
CONC-10	7.392	0.003			

Tableau XXX : Valeurs de la moyenne et de l'écart-type pour la
largeur 3 des plaques moulées avec des concentrés.

Le tableau XXIX nous montre les valeurs moyennes et les écart-types obtenus pour les 20 concentrés étudiés. Nous notons une augmentation de l'écart-type qui se situe entre 0.002 et 0.005 cm (comparativement à celle de la largeur 1). Ceci est dû à la perte de charge tout au long de l'écoulement de la pièce. Les chaînes moléculaires peuvent se contracter de plus en plus lorsque la pression diminue.

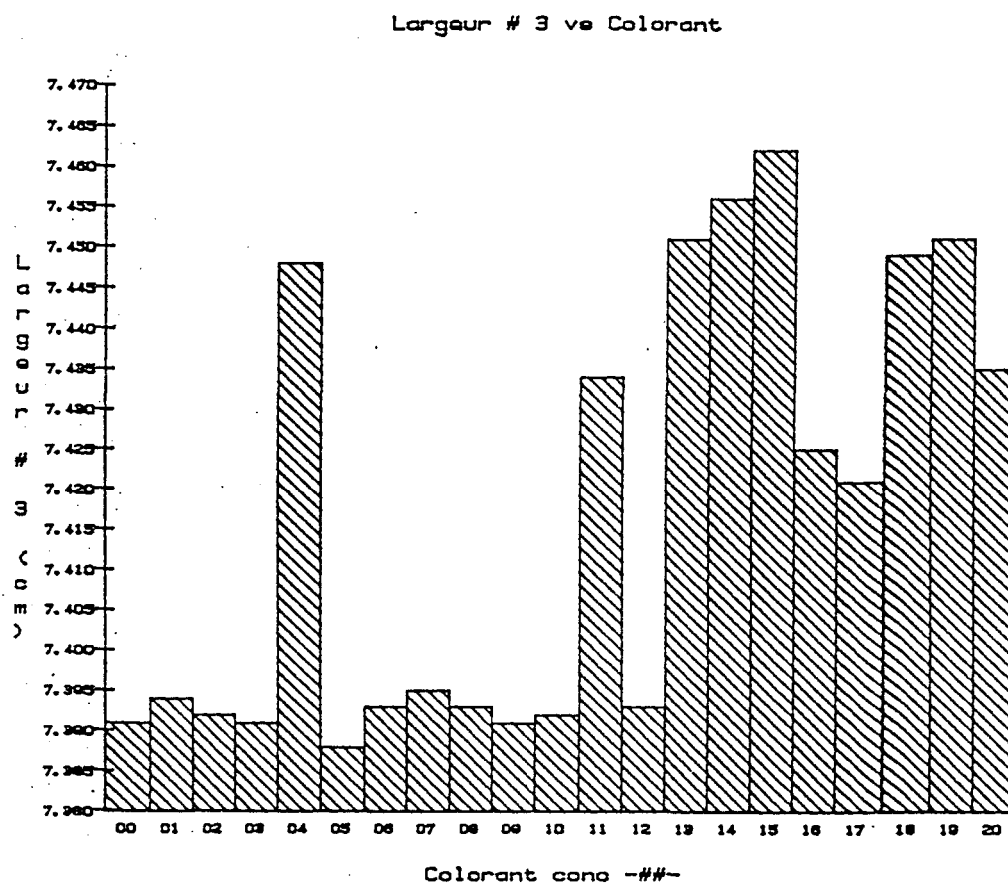
Le graphique XII nous montre les résultats obtenus pour les 20 concentrés étudiés. Nous constatons que le retrait des pièces colorées est similaire ou de moindre importance que le retrait de la pièce sans colorant.

Pour les pièces moulées avec les pigments à différentes concentrations, nous avons de très légères variations, sauf pour le pigment 10 qui, lui, passe de 7.465 à 7.501 cm pour les concentrations respectives de 0 et 50 %, ce qui représente un écart appréciable.

3.7.2.4.4 LARGEUR 3

Le retrait à l'extrémité de la pièce est très important; nous obtenons donc des dimensions encore plus petites de la largeur de la pièce. Le tableau XXX, nous montre les valeurs des moyennes et des écart-types obtenus pour les 20 colorants étudiés. L'extrémité de la pièce est l'endroit où le retrait est le plus important. Il est difficile de maintenir des dimensions acceptables lorsque la pièce a des

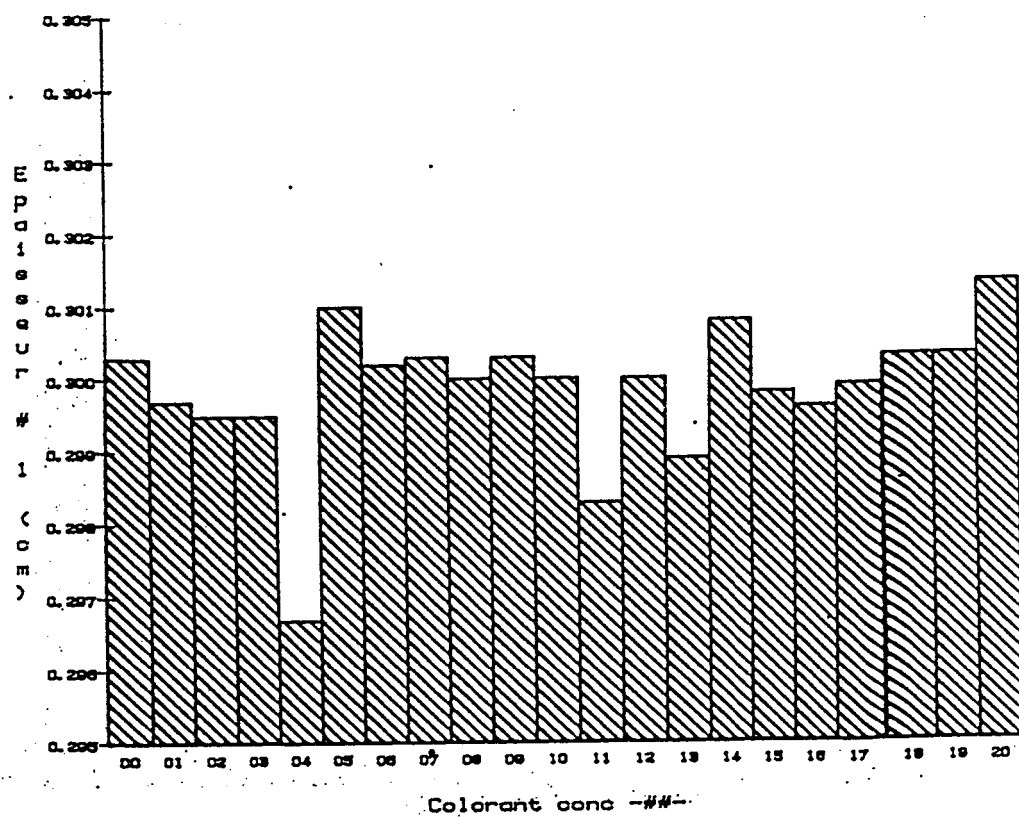
GRAPHIQUE XIII



Graphique XIII : Valeurs moyennes de la largeur 3 pour toutes les plaques moulées avec des concentrés.

GRAPHIQUE XIV

Epaisseur # 1 vs Colorant



Graphique XIV : Valeurs moyennes de l'épaisseur 1 pour toutes les plaques moulées avec des concentrés.

TABLEAU XXXI

EPAISSEUR 1 DES PLAQUES (CM)

	MOYENNE	ECART-TYPE		MOYENNE	ECART-TYPE
CONC-00	0.3003	0.0003	CONC-11	0.2983	0.0002
CONC-01	0.2997	0.0002	CONC-12	0.3000	0.0005
CONC-02	0.2995	0.0002	CONC-13	0.2989	0.0002
CONC-03	0.2995	0.0002	CONC-14	0.3008	0.0003
CONC-04	0.2967	0.0003	CONC-15	0.2998	0.0002
CONC-05	0.3010	0.0002	CONC-16	0.2996	0.0003
CONC-06	0.3002	0.0001	CONC-17	0.2999	0.0003
CONC-07	0.3003	0.0002	CONC-18	0.3003	0.0002
CONC-08	0.3000	0.0002	CONC-19	0.3003	0.0003
CONC-09	0.3003	0.0003	CONC-20	0.3013	0.0002
CONC-10	0.3000	0.0003			

Tableau XXXI : Valeurs de la moyenne et de l'écart-type pour l'épaisseur 1 des plaques moulées avec des concentrés.

dimensions importantes. Nous constatons le même effet avec nos échantillons.

Le graphique XIII, nous montre les moyennes obtenues pour chacun des 20 concentrés étudiés, il nous permet de mieux visualiser l'effet du retrait et celui des colorants.

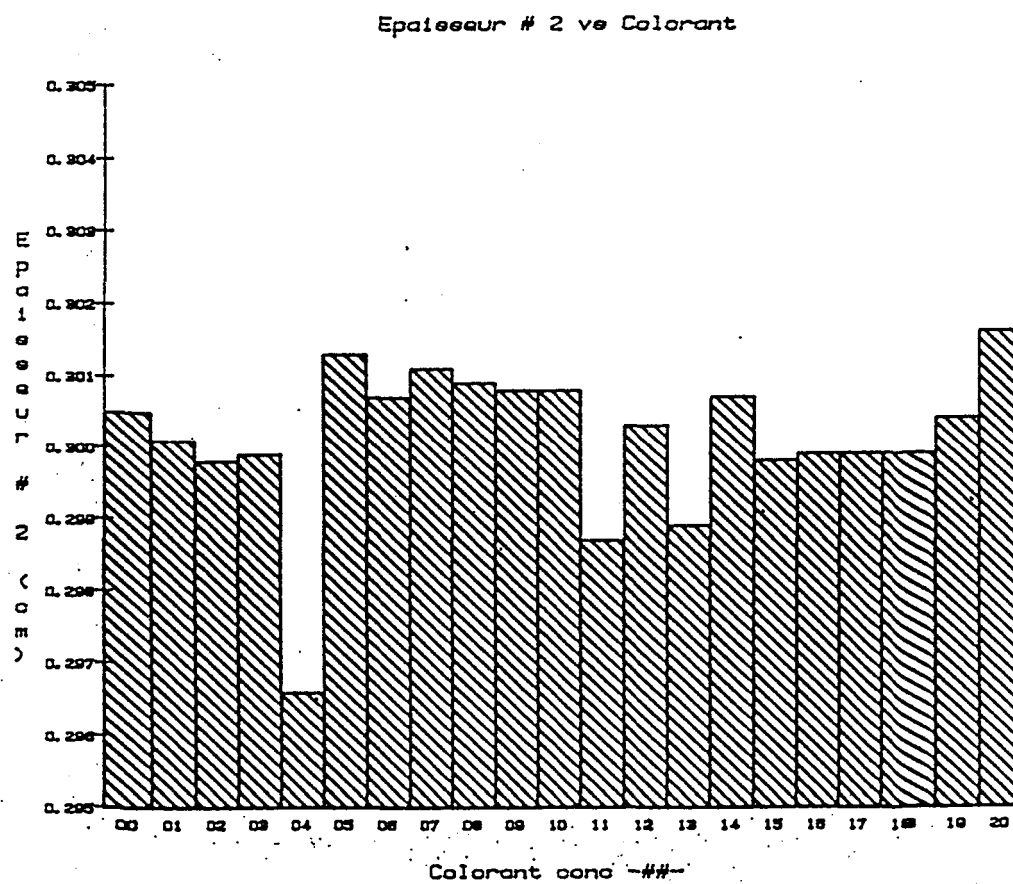
Dans le cas des mélanges avec les pigments, nous retrouvons toujours le pigment 10 qui influence considérablement les dimensions de la pièce.

3.7.2.4.5 Epaisseur 1

Les résultats que nous obtenons pour l'épaisseur 1, permettent de confirmer que les couleurs des concentrés n'ont aucune relation entre elles. Le graphique XIV, nous montre les valeurs obtenues pour chacun des 20 concentrés étudiés, tandis que le tableau XXXI donne exactement la moyenne et l'écart-type de ceux-ci.

Il est important de noter que les variations enregistrées sont faibles mais que le taux de retrait (cm/cm) varie beaucoup puisque l'épaisseur est inférieure à un cm. Ainsi lors de la conception d'un produit, il est difficile de prédire le bon taux de rétrécissement pour l'épaisseur de la paroi du produit.

GRAPHIQUE XV



Graphique XV : Valeurs moyennes de l'épaisseur 2 pour toutes les plaques moulées avec des concentrés.

TABLEAU XXXII

EPAISSEUR 2 DES PLAQUES (CM)

	MOYENNE	ECART-TYPE		MOYENNE	ECART-TYPE
CONC-00	0.3005	0.0002	CONC-11	0.2997	0.0004
CONC-01	0.3001	0.0003	CONC-12	0.3003	0.0003
CONC-02	0.2998	0.0004	CONC-13	0.2989	0.0002
CONC-03	0.2999	0.0004	CONC-14	0.3007	0.0004
CONC-04	0.2996	0.0002	CONC-15	0.2998	0.0003
CONC-05	0.3013	0.0003	CONC-16	0.2999	0.0002
CONC-06	0.3007	0.0004	CONC-17	0.2999	0.0003
CONC-07	0.3011	0.0002	CONC-18	0.2999	0.0003
CONC-08	0.3009	0.0003	CONC-19	0.3004	0.0003
CONC-09	0.3008	0.0002	CONC-20	0.3016	0.0003
CONC-10	0.3008	0.0003			

Tableau XXXII : Valeurs de la moyenne et de l'écart-type pour l'épaisseur 2 des plaques moulées avec des concentrés.

Nous remarquons toutefois que les concentrés CONC-05, CONC-14 et CONC-20, ont une épaisseur plus importante que celle de la pièce non colorée (CONC-00). Les différences ainsi obtenues sont toutefois négligeables puisque l'écart entre l'épaisseur maximale et minimale est seulement de 0.0046 cm (0.002 po.).

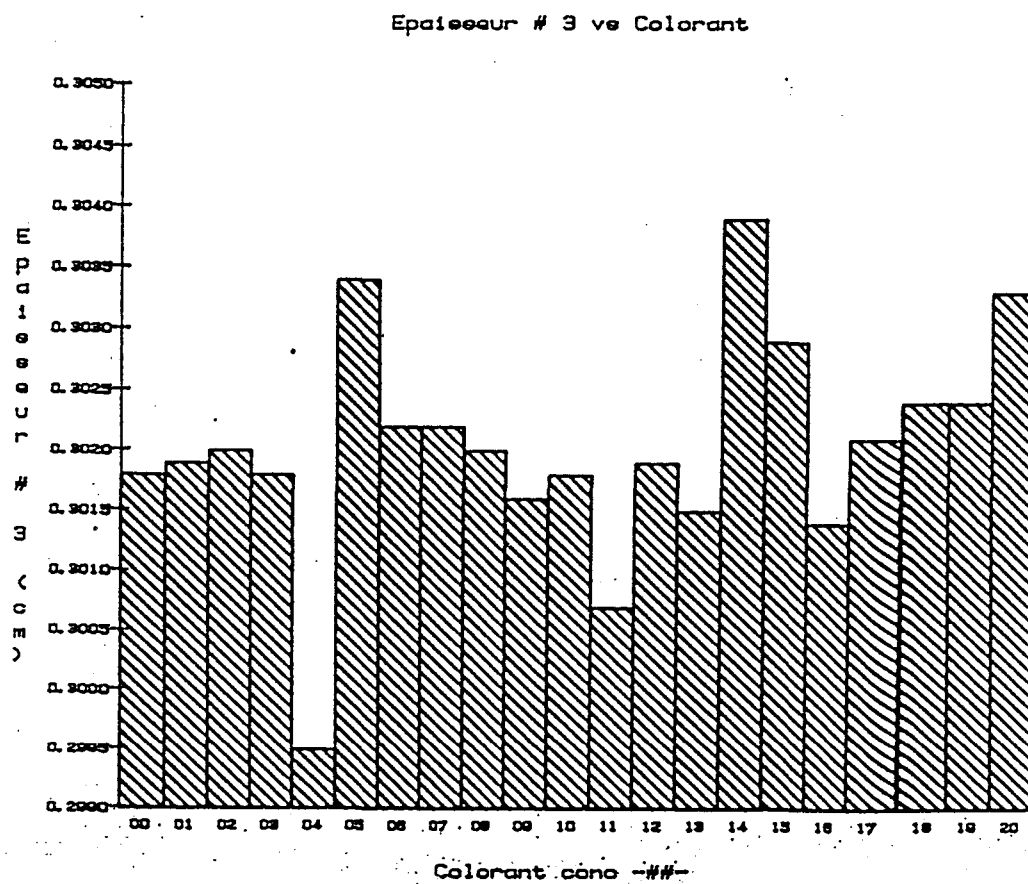
Pour les mélanges avec les pigments, nous notons très peu de variation pour tous les pigments étudiés. Les variations d'une concentration à l'autre sont très faibles. Cependant elles sont du même ordre de grandeur que celles obtenues pour les concentrés.

3.7.2.4.6 EPAISSEUR 2

Les variations enregistrées dans le cas de l'épaisseur 2 pour les mélanges avec concentrés se sont avérées plus importantes que celles observées pour l'épaisseur 1. Le graphique XV et le tableau XXXII nous en font la preuve. Le graphique nous permet de visualiser rapidement les variations obtenues pour les concentrés tandis que le tableau nous donne les valeurs exactes des moyennes et écart-types obtenus.

Nous notons une augmentation de l'écart-type comparativement à l'épaisseur, elle se situe entre 0,0002 et 0.0004 cm comparativement à 0.0001 et 0.0003 cm. Celle-ci provient de la perte de charge lors de l'écoulement de la matière dans l'empreinte. Nous retrouvons des résultats similaires à ceux pour la largeur 2.

GRAPHIQUE XVI



Graphique XVI : Valeurs moyennes de l'épaisseur 3 pour toutes les plaques moulées avec des concentrés.

TABLEAU XXXIII

EPAISSEUR 3 DES PLAQUES (CM)

	MOYENNE	ECART-TYPE		MOYENNE	ECART-TYPE
CONC-00	0.3018	0.0002	CONC-11	0.3007	0.0002
CONC-01	0.3019	0.0002	CONC-12	0.3019	0.0003
CONC-02	0.3020	0.0002	CONC-13	0.3015	0.0005
CONC-03	0.3018	0.0002	CONC-14	0.3039	0.0002
CONC-04	0.2995	0.0003	CONC-15	0.3029	0.0002
CONC-05	0.3034	0.0003	CONC-16	0.3014	0.0004
CONC-06	0.3022	0.0003	CONC-17	0.3021	0.0003
CONC-07	0.3022	0.0004	CONC-18	0.3024	0.0002
CONC-08	0.3020	0.0003	CONC-19	0.3024	0.0004
CONC-09	0.3015	0.0004	CONC-20	0.3033	0.0002
CONC-10	0.3018	0.0003			

Tableau XXXIII : Valeurs de la moyenne et de l'écart-type pour l'épaisseur 3 des plaques moulées avec des concentrés.

Pour les mélanges avec pigments à diverses concentrations, nous notons très peu de variation. Pour tous les pigments nous observons une légère tendance en fonction de la concentration.

3.7.2.4.7 EPAISSEUR 3

Les mesures enregistrées de l'épaisseur 3 sont plus élevées que celles des deux autres épaisseurs étudiées auparavant. Ce phénomène est aussi relié à la perte de charge lors de l'écoulement du matériel visqueux dans l'empreinte. La pression étant minimum à l'extrémité, nous obtenons un retrait longitudinal (longueur) et transversal (largeur) maximales; ceci se traduit par une augmentation de l'épaisseur de la paroi de la plaque.

Le graphique XVI et le tableau XXXIII nous permettent de visualiser les valeurs moyennes et les écarts-types que nous avons obtenus pour les 20 concentrés étudiés. Les variations d'un concentré à l'autre sont très faibles, toutefois la différence d'épaisseur d'un bout à l'autre de la pièce est non négligeable.

Pour les mélanges avec pigments à diverses concentrations, nous observons un retrait plus important lorsque la concentration augmente même si l'épaisseur de l'extrémité de la pièce est plus importante que celle près du point d'injection. Les pigments 03, 04 et 10 ne semblent

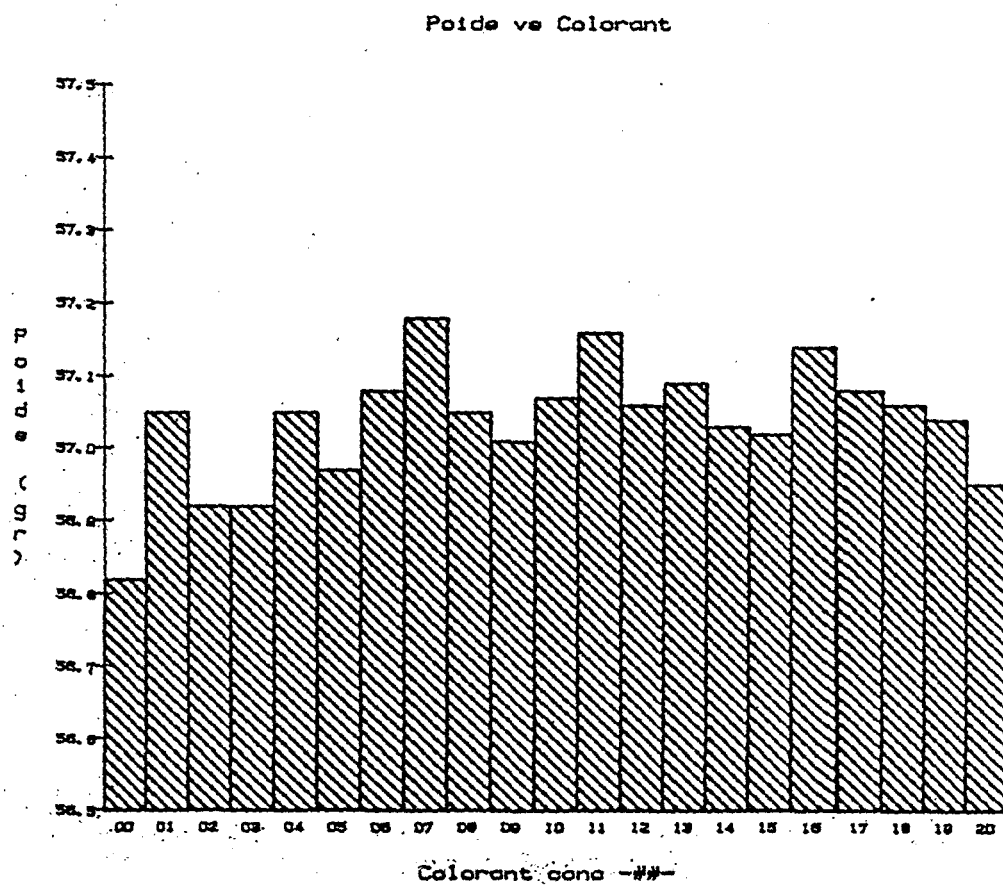
TABLEAU XXXIV

POIDS DES PLAQUES (CM)

	MOYENNE	ECART-TYPE		MOYENNE	ECART-TYPE
CONC-00	56.82	0.06	CONC-11	57.16	0.06
CONC-01	57.05	0.06	CONC-12	57.06	0.07
CONC-02	56.92	0.04	CONC-13	57.09	0.04
CONC-03	56.92	0.06	CONC-14	57.03	0.05
CONC-04	57.05	0.06	CONC-15	57.02	0.08
CONC-05	56.97	0.05	CONC-16	57.14	0.06
CONC-06	57.08	0.07	CONC-17	57.08	0.05
CONC-07	57.18	0.09	CONC-18	57.06	0.06
CONC-08	57.05	0.05	CONC-19	57.04	0.06
CONC-09	57.01	0.03	CONC-20	56.95	0.04
CONC-10	57.07	0.05			

Tableau XXXIV : Valeurs de la moyenne et de l'écart-type pour le poids des plaques moulées avec des concentrés.

GRAPHIQUE XVII



Graphique XVII : Valeurs moyennes du poids pour toutes les plaques moulées avec des concentrés.

pas suivre le phénomène général, ils demeurent aux mêmes dimensions indépendamment de la concentration de ceux-ci.

3.7.2.4.8 POIDS

L'étude du poids de la pièce a pour objectif de vérifier dans quelle mesure le changement de couleur l'affecte. Nous constatons facilement à partir du graphique XVII, représentant les valeurs moyennes de poids enregistrés, qu'il n'existe pas de relation entre la couleur d'une pièce et les effets sur le poids de celle-ci.

Le tableau XXXIV nous donne avec précision les moyennes et écart-types obtenus pour tous les mélanges avec concentrés. Nous constatons que les variations sont inférieures à 1 %. De plus la pièce qui pèse le moins est celle qui n'est pas colorée. Le colorant augmente donc dans tous les cas le poids de la pièce.

Pour ce qui est des mélanges avec pigments à diverses concentrations, nous obtenons des résultats similaires, c'est-à-dire que le poids de la pièce augmente lorsque la concentration augmente. Toutefois les variations d'un pigment à l'autre sont aussi importantes que celles obtenues en variant la concentration de ceux-ci.

CHAPITRE 4

4. MODELISATION

Etant donné les variations importantes enregistrées pour certaines propriétés lors d'un changement de coloration, nous recherchons maintenant s'il existe un modèle mathématique qui nous permet de calculer une valeur précise d'une propriété d'un mélange coloré en considérant sa propre composition du colorant.

Pour développer chacun des modèles mathématiques (un modèle par propriété), nous utilisons les valeurs expérimentales obtenues des mélanges avec les pigments à diverses concentrations.

Le modèle mathématique recherché est un polynôme à plusieurs variables; celui-ci prend la forme de:

$$Y = A * X1 + B * X2 + C * X3 + \dots + J * X10 + K ,$$

où Y représente la valeur de la propriété à évaluer, les coefficients A à K représentent le modèle (valeurs recherchées) et X1 à X10 représentent le pourcentage de chacun des dix pigments contenus dans le

concentré. Le polynôme prend alors la forme suivante dans le cas de l'indice de fluidité : M.I.) :

$$M.I. = A1 * \%PI01 + A2 * \%PI02 + A3 * \%PI03 + \dots + A10 * \%PI10 + A11$$

Les pourcentages indiqués (%PI##) dans l'équation représentent le pourcentage de chaque pigments inclus dans le concentré, ce dernier étant toujours mélangé à 1% dans le produit final.

Puisqu'il n'existe pas de relation simple entre chacune des propriétés étudiées, nous traitons celles-ci indépendamment l'une de l'autre. Il existe différentes méthodes d'analyse pour effectuer une régression linéaire à variables multiples. Les deux approches les plus répandues sont: la méthode par étape ("stepwise regression"), qui consiste à débiter le modèle avec une seule variable et lui additionner au fur et à mesure les variables qui affectent réellement les résultats, et la méthode d'élimination des variables ("backward elimination") qui est l'inverse de la première. Le modèle débute avec toutes les variables, puis il y a l'élimination de celles qui ont des effets négligeables sur les résultats.

Nous employons la méthode d'élimination des variables; ainsi nous commençons chacune des régressions avec les variables PI01, PI02, PI03, ..., PI10 et une constante.

FIGURE XXIX

MATRICE A						
PI01	PI02	PI03	PI04	...	PI10	VAL
0	0	0	0	...	0	6.7
10	0	0	0	...	0	6.7
20	0	0	0	...	0	6.7
30	0	0	0	...	0	6.6
40	0	0	0	...	0	6.7
50	0	0	0	...	0	6.8
0	10	0	0	...	0	6.7
0	20	0	0	...	0	6.7
0	30	0	0	...	0	6.7
0	40	0	0	...	0	6.8
0	50	0	0	...	0	6.8
0	0	10	0	...	0	6.8
0	0	20	0	...	0	6.8
0	0	30	0	...	0	6.9
0	0	40	0	...	0	6.9
0	0	50	0	...	0	7.0
0	0	0	10	...	0	6.7
0	0	0	20	...	0	6.8
0	0	0	30	...	0	6.8
0	0	0	40	...	0	6.7
0	0	0	50	...	0	6.8
.
.
.
0	0	0	0	...	10	6.7
0	0	0	0	...	20	6.7
0	0	0	0	...	30	6.8
0	0	0	0	...	40	6.8
0	0	0	0	...	50	6.9

Figure XXIX : Matrice servant à définir le modèle mathématique pour l'indice de fluidité.

Pour justifier l'élimination d'une variable, nous nous basons sur l'indice de signification ("significance level") des coefficients. Notre critère étant que tous les coefficients estimés (A à J) doivent être statistiquement significatifs, cela signifie que ≤ 0.05 pour une distribution statistique F.

La distribution statistique F est expliquée dans le livre de BOWKER, Albert H., LIEBERMAN, Gérald J., (1972), tandis que la méthode numérique pour le calcul des coefficients est expliquée dans le livre de DRAPER, N.P., SMITH, H., (1981). Le logiciel utilisé est développé selon les méthodes décrites dans ce livre.

4.1 ETAPES DE LA MODELISATION

Nous décrivons les étapes qui nous permettent d'obtenir un modèle mathématique. Nous utilisons la même méthode pour chacune des propriétés étudiées.

Tout d'abord nous construisons une matrice contenant la composition des mélanges avec pigments à diverses concentrations. Nous obtenons la matrice A, elle est représentée à la figure XXIX. Pour compléter cette matrice, nous lui ajoutons une onzième colonne contenant les valeurs de la propriété étudiée pour chacun des mélanges.

Le logiciel effectue le traitement de ces données et nous donne la valeur de signification () pour chaque pigment. Nous décidons ainsi de soustraire ce pigment du modèle et recommençons le traitement, jusqu'à ce que tous les pigments restant demeurent significatifs.

A ce moment, nous avons un ou plusieurs modèles qui répondent à notre besoin. Chacun d'eux est représenté par un polynôme de 10 variables ou moins. Pour chaque polynôme trouvé, nous calculons les valeurs théoriques que nous obtenons de l'équation. De ces résultats, nous calculons le résidu pour chaque mélange, celui-ci étant la différence entre la valeur réelle de la propriété et la valeur calculée.

Nous nous assurons que la moyenne des résidus ne diminue pas lorsque nous éliminons une variable, en calculant la sommation des résidus en valeur absolue pour chaque polynôme et chaque propriété étudiée. Cette sommation est ensuite tabulée pour fin d'analyse.

Nous nous intéressons aussi à une autre valeur, elle provient de la différence entre la valeur réelle d'une propriété pour un mélange sans colorant et celle d'un mélange avec colorant. Cette différence nous permet de visualiser l'importance de la modélisation, puisqu'elle représente l'erreur obtenue lorsque l'on ne considère pas l'effet du colorant. Nous l'appelons l'écart d'approximation et calculons la sommation de cet écart en valeur absolue et la représentons au tableau de chaque propriété.

TABLEAU XXXV

COEFFICIENTS POUR L'INDICE DE FLUIDITE

PARAMETRE	10 VARIABLES 1 CONSTANTE	9 VARIABLES 1 CONSTANTE	8 VARIABLES 1 CONSTANTE	7 VARIABLES 1 CONSTANTE
A (PI01)	0.000818	0.000738	0.000682	0
B (PI02)	0.002091	0.002011	0.001955	0.001866
C (PI03)	0.006273	0.002011	0.001955	0.006047
D (PI04)	0.002636	0.002556	0.002500	0.002411
E (PI05)	0.003000	0.002920	0.002864	0.002775
F (PI06)	0.002273	0.002193	0.002136	0.002047
G (PI07)	0.000455	0.000374	0	0
H (PI08)	0.004455	0.004374	0.004318	0.004229
I (PI09)	0.000455	0	0	0
J (PI10)	0.003545	0.003465	0.003409	0.003320
K (cte)	6.68333	6.686275	6.688333	6.691594

Tableau XXXV : Valeurs des coefficients pour les régressions effectuées avec les valeurs obtenues de l'indice de fluidité pour les mélanges avec les pigments à diverses concentrations.

TABLEAU XXXVI

VALIDATION POUR L'INDICE DE FLUIDITE

Régression	!	Sommmation des résidus	
	!		

Nombre de	!	Mélange avec	
variables	!	Pigment	! Concentré

10		1.6	2.2
9		1.6	2.3
8		1.6	2.3
7		1.7	2.5

Sommmation des écarts d'approximation			

Mélange avec			
		Pigment	! Concentré

		4.8	3.5

Tableau XXXVI : Valeurs de la somme des résidus et des écarts d'approximation pour les mélanges avec pigments et les mélanges avec concentrés (données concernant l'indice de fluidité).

Ces deux valeurs de sommation, nous indiquent jusqu'à quel point notre modélisation est importante pour les mélanges avec un seul pigment à diverses concentrations. Pour valider et nous assurer de la valeur de nos modèles, nous traitons les résultats des mélanges avec concentrés de la même manière soit : en calculant une valeur théorique pour chacun des vingt mélanges et le résidu qu'il représente par rapport à la réalité.

De plus nous calculons pour les mélanges avec concentrés la sommation des écarts d'approximation. Ceux-ci sont toujours la différence entre la valeur d'une propriété pour un mélange sans colorant et celle pour un mélange avec un colorant (concentré). Cette valeur est celle qui nous permet de comparer la valeur calculée avec les équations polynomiales et celles normalement utilisées par l'industriel.

4.2 INDICE DE FLUIDITE

Nous effectuons 4 régressions linéaires avec les résultats de l'indice de fluidité, soit avec 10, 9, 8 et 7 variables et une constante. Le tableau XXXV, nous montre les valeurs des coefficients A à K, pour chacune des régressions.

Toutes les données statistiques résultant de chacune des 4 régressions se retrouvent à l'appendice "R", (volume 2). Le tableau XXXVI, nous montre les valeurs des sommations des résidus en valeur absolue et les moyennes obtenues pour chacune des régressions

effectuées. Nous avons des résultats différents pour les données ayant servi au modèle (mélanges avec pigment à diverses concentrations) et celles l'ayant validé (mélanges avec concentrés).

Les deux dernières colonnes de ce même tableau représentent la sommation en valeur absolue des écarts d'approximation entre la valeur observée pour le matériel naturel (CONC-00 et PI##-00) et la valeur observée pour les mélanges. Nous pouvons ainsi vérifier l'importance des régressions.

Nous remarquons que le modèle à 10 variables est le plus précis, car pour celui-ci, nous obtenons une sommation des résidus moins élevée que pour les autres régressions. De plus, ce modèle apporte une précision plus grande de l'évaluation de l'indice de fluidité car la sommation des résidus est beaucoup moins élevée que l'écart d'approximation.

Les différences obtenues entre les valeurs expérimentales enregistrées et celle de l'indice de fluidité pour le matériel naturel sont plus élevées en moyenne soit 0.03 et 0.08 gr/10 min.

La modélisation permet d'obtenir une précision plus grande de l'indice de fluidité basé sur la composition du concentré utilisé.

TABLEAU XXXVII

COEFFICIENTS POUR LA DENSITE

PARAMETRE	10 VARIABLES 1 CONSTANTE
A PI01	0.000037
B PI02	0.000064
C PI03	0.000113
D PI04	0.000115
E PI05	0.000113
F PI06	0.000111
G PI07	0.000104
H PI08	0.000091
I PI09	0.000081
J PI10	0.000053
K CTE	0.950002

Tableau XXXVII : Valeurs des coefficients pour les régressions effectuées avec les valeurs obtenues de la densité pour les mélanges avec les pigments à diverses concentrations.

4.3 DENSITE

Pour la densité, une seule régression est effectuée; elle possède 10 variables et une constante. Le tableau XXXVII montre les valeurs des coefficients calculés de celle-ci. Les données statistiques calculées grâce au modèle sont à l'appendice S, (volume 2).

La modélisation conduit à un calcul plus précis de la densité que l'emploi de la valeur pour le mélange sans colorant. La sommation des résidus pour le modèle est de 0.037 gr/cm^3 tandis que pour une constante fixée avec le mélange naturel, elle est de 0.090 gr/cm^3 , ce qui représente une baisse de plus de 60 % de l'erreur.

De plus la moyenne des résidus du modèle est de 0.002 gr/cm^3 et celle pour la constante de 0.004 gr/cm^3 . Pour la densité, nous croyons que le modèle est très réaliste.

Toutefois nous enregistrons des erreurs maximales de 0.004 gr/cm^3) avec le modèle; elles proviennent des mélanges avec les concentrés CONC-06, CONC-12 et CONC-16 dont les pigments étudiés représentent moins de 35% de leur formulation. Conséquemment, l'étude d'autres pigments devrait diminuer encore les résidus et augmenter la précision du modèle.

TABLEAU XXXVIII

CONTRAINTE AU SEUIL HAUT

PARAMETRE	10 VARIA. 1 CONST.	9 VARIA. 1 CONST.	8 VARIA. 1 CONST.	7 VARIA. 1 CONST.	6 VARIA. 1 CONST.
A (PI01)	0.002468	0.002545	0.002627	0.002545	0.002378
B (PI02)	-0.000623	-0.000545	0	0	0
C (PI03)	-0.000442	0	0	0	0
D (PI04)	0.002286	0.002364	0.002445	0.002364	0.002196
E (PI05)	-0.002805	-0.002727	-0.002645	-0.002727	-0.002895
F (PI06)	0.005013	0.005091	0.005173	0.005091	0.004923
G (PI07)	0.002104	0.002182	0.002264	0.002182	0.002014
H (PI08)	0.001377	0.002182	0.002264	0.002182	0.002014
I (PI09)	0.000468	0.000545	0.000627	0	0
J (PI10)	0.011013	0.011091	0.011173	0.011091	0.010923
K (CTE)	22.746154	22.74	22.737	22.74	22.742857

Tableau XXXVIII : Valeurs des coefficients pour les régressions effectuées avec les valeurs obtenues de la contrainte au seuil haut pour les mélanges avec les pigments à diverses concentrations.

TABLEAU XXXIX

VALIDATION POUR LA CONTRAINTE AU SEUIL HAUT

Régression	!	Sommmation des résidus	
	!		

Nombre de	!	Mélange avec	
variables	!	Pigment	Concentré

10		2.7	4.9
9		2.7	5.0
8		2.7	5.0
7		2.8	5.1
6		2.9	5.0

Sommmation des écarts d'approximation			

Mélange avec			
Pigment		!	Concentré

6.7		4.9	

Tableau XXXIX : Valeurs de la somme des résidus et des écarts d'approximation pour les mélanges avec pigments et les mélanges avec concentrés (données concernant la contrainte au seuil haut).

4.4 CONTRAINTES AU SEUIL HAUT

Nous effectuons cinq régressions, puisque certaines variables (pigments) n'affectaient pas le modèle. Le tableau XXXVIII montre les valeurs de ces coefficients A à K tandis que le tableau XXXIX, nous donne les résultats statistiques, pour chacune des régressions effectuées, toutes les autres données sont à l'appendice "T", (volume 2).

Nous constatons que le polynôme à 10 variables est celui qui minimise la sommation des résidus, il est donc le plus précis. Puisque les régressions sont effectuées avec les résultats des mélanges avec les pigments à diverses concentrations et que les valeurs enregistrées de la contrainte au seuil haut se trouvent en moyenne supérieures ou égales à la valeur moyenne du matériel non-coloré, nous obtenons des coefficients positifs qui augmentent la valeur calculée de la contrainte. Cependant pour les mélanges avec les concentrés nous obtenons en moyenne des valeurs inférieures à celles du mélange sans colorant.

Il est donc impossible d'effectuer une régression sur les données recueillies qui permettra d'obtenir des résultats acceptables pour les deux types de mélange, puisque leurs résultats sont divergents. Il est possible que le réajustement des valeurs pour obtenir une valeur égale pour chacun des mélanges sans colorant ait amplifié quelque peu cet écart.

TABLEAU XL

CONTRAINTE AU SEUIL BAS

PARAMETRE	10 VARIABLES 1 CONSTANTE	9 VARIABLES 1 CONSTANTE
A (PI01)	-0.007922	-0.008032
B (PI02)	-0.012104	-0.012214
C (PI03)	-0.009377	-0.009487
D (PI04)	-0.012649	-0.012759
E (PI05)	-0.007922	-0.008032
F (PI06)	-0.011558	-0.011668
G (PI07)	-0.00574	-0.00585
H (PI08)	-0.00574	-0.00585
I (PI09)	-0.014468	-0.014578
J (PI10)	0.000623	0
K CTE	13.66381	13.667843

Tableau XL : Valeurs des coefficients pour les régressions effectuées avec les valeurs obtenues de la contrainte au seuil bas pour les mélanges avec les pigments à diverses concentrations.

TABLEAU XLI

VALIDATION POUR LA CONTRAINTE AU SEUIL BAS

Régression	!	Somme des résidus	
	!		
Nombre de	!	Mélange avec	
variables	!	Pigment	Concentré
10		7.8	2.9
9		7.8	2.9
Somme des écarts d'approximation			
Mélange avec			
Pigment		!	Concentré
21.8		10.2	

Tableau XLI : Valeurs de la somme des résidus et des écarts d'approximation pour les mélanges avec pigments et les mélanges avec concentrés (données concernant la contrainte au seuil bas).

4.5 CONTRAINTES AU SEUIL BAS

Les résultats obtenus pour la contrainte au seuil bas permettent d'effectuer une régression linéaire car les valeurs enregistrées pour les mélanges avec pigment à diverses concentrations se situent dans une plage équivalente à celles obtenues pour les mélanges avec concentrés.

Nous effectuons deux régressions, le tableau XL, nous donne les valeurs de chacun des coefficients, pour chacune d'elles. Les résultats des calculs effectués avec ces équations sont rapportés à l'appendice "U", (volume 2).

Toutefois, nous résumons les résultats en présentant au tableau XLI, les sommations des résidus et des écarts d'approximation en valeur absolue pour chacune des régressions.

En analysant ces données statistiques, nous constatons que l'influence du pigment 10 (PI10) est très négligeable sur la contrainte au seuil bas. C'est pourquoi, nous obtenons une régression à 9 variables qui nous permet de calculer avec plus de précision la valeur de la contrainte au seuil bas comparativement à la valeur constante obtenue du mélange sans colorant. Le résidu moyen et absolu pour la régression à 9 variables est de 0.1 MPascal tandis que l'écart d'approximation moyen et absolu est de 0.5 MPascal.

TABLEAU XLII

PARAMETRE	RESISTANCE A L'IMPACT		
	10 VARIABLES 1 CONSTANTE	9 VARIABLES 1 CONSTANTE	8 VARIABLES 1 CONSTANTE
A (PI01)	0.101818	0.108235	0.120909
B (PI02)	-0.46	-0.453583	-0.440909
C (PI03)	-0.398182	-0.391765	-0.399091
D (PI04)	-0.090909	-0.084492	0
E (PI05)	-0.125455	-0.119037	-0.106364
F (PI06)	-0.281818	-0.275401	-0.262727
G (PI07)	-0.319091	-0.302674	-0.29
H (PI08)	-0.372727	-0.36631	-0.353636
I (PI09)	-0.527273	-0.520856	-0.508182
J (PI10)	-0.036364	0	0
K (CTE)	128.2	127.964706	127.5

Tableau XLII : Valeurs des coefficients pour les régressions effectuées avec les valeurs obtenues de la résistance à l'impact pour les mélanges avec les pigments à diverses concentrations.

TABLEAU XLIII

VALIDATION POUR LA RESISTANCE A L'IMPACT

Régression	!	Somme des résidus	
	!		

Nombre de	!	Mélange avec	
variables	!	Pigment	Concentré

10		170	129
9		167	154
8		176	157

Somme des écarts d'approximation			

Mélange avec			
Pigment		!	Concentré

566		372	

Tableau XLIII : Valeurs de la somme des résidus et des écarts d'approximation pour les mélanges avec pigments et les mélanges avec concentrés (données concernant la résistance à l'impact).

Notre modèle linéaire à 9 variables permet d'obtenir une valeur plus juste de la contrainte au seuil bas.

4.6 CONTRAINTES DE RUPTURE ET POURCENTAGE D'ELONGATION

Pour la contrainte de rupture et le pourcentage d'élongation à la rupture, nous effectuons aucune régression. Ces deux propriétés étant tellement reliées l'une à l'autre que nous ne pouvons les dissocier.

Les valeurs expérimentales obtenues étant, tellement différentes (écart-type très élevé) pour un même mélange que les valeurs obtenues pour une régression n'auraient pas été acceptables par le fait même.

4.7 RESISTANCE A L'IMPACT

Nous effectuons pour la résistance à l'impact 3 régressions, les pigments 10 et 4 (PI10 et PI04) n'affectant pas la précision des modèles pour les mélanges avec les pigments.. Toutefois le tableau XLII représente les valeurs des coefficients pour chaque polynôme trouvé et le tableau XLIII représente les valeurs des sommations des résidus et les écarts d'approximation pour tous les mélanges analysés. Les valeurs calculées des régressions sont présentées à l'appendice "V", (volume 2).

Le modèle qui donne les meilleurs résultats pour les mélanges avec concentrés est celui à 10 variables. La sommation des résidus en valeur absolue est de 129 J/m et la moyenne des résidus est de 6 J/m, ce qui correspond à une variation d'environ 5%. Cela représente une variation trois fois plus petite que celle obtenue en utilisant la valeur moyenne du mélange sans colorant. La moyenne des écarts d'approximation est de 18 J/m ce qui équivaut à 15% de variation.

Conséquemment pour la résistance à l'impact, les résultats des régressions linéaires, nous apportent une précision plus grande que celle obtenue par l'emploi de la constante pour matériel non coloré. Toutefois, même avec ce type de régression, nous avons des résidus qui correspondent à 16 % de la valeur observée.

Le pourcentage de variation élevé que nous obtenons provient de la variation de la résistance à l'impact du matériel. Pour un même lot, nous obtenons des écarts-type de l'ordre de 6 J/m d'entaille. Toutefois, le modèle permet d'obtenir des résultats très intéressants.

4.8 RETRAIT LONGITUDINAL

Pour le retrait longitudinal, nous modélisons la longueur de la pièce, c'est-à-dire que nous cherchons une équation permettant de prédire la longueur de la pièce, connaissant la composition exacte du concentré qui la colore.

TABLEAU XLIV

LONGUEUR DES PLAQUES			
PARAMETRE	10 VARIABLES 1 CONSTANTE	9 VARIABLES 1 CONSTANTE	8 VARIABLES 1 CONSTANTE
A (PI01)	-0.000296	-0.000294	-0.00029
B (PI02)	-0.000027	-0.000025	0.
C (PI03)	-0.000032	-0.000031	-0.000027
D (PI04)	+0.000073	+0.000075	+0.000079
E (PI05)	-0.000138	-0.000136	-0.000132
F (PI06)	-0.000039	-0.000038	-0.000034
G (PI07)	+0.000150	-0.000151	-0.000155
H (PI08)	-0.000008	0.	0.
I (PI09)	-0.000192	-0.000191	-0.000187
J (PI10)	-0.003148	-0.003147	-0.003143
K (CTE)	24.67671	24.676655	24.676517

PARAMETRE	7 VARIABLES 1 CONSTANTE	6 VARIABLES 1 CONSTANTE
A (PI01)	0.000287	0.000283
B (PI02)	0.	0.
C (PI03)	0.	0.
D (PI04)	+0.000082	+0.000086
E (PI05)	-0.000129	-0.000125
F (PI06)	-0.000031	0.
G (PI07)	+0.000158	+0.000162
H (PI08)	0.	0.
I (PI09)	-0.000183	-0.00018
J (PI10)	-0.00314	-0.00316
K (CTE)	24.676388	24.676259

Tableau XLIV : Valeurs des coefficients pour les régressions effectuées avec les valeurs obtenues de la longueur des plaques pour les mélanges avec les pigments à diverses concentrations.

TABLEAU XLV

VALIDATION POUR LA LONGUEUR DES PLAQUES

Régression	!	Somme des résidus	
	!		

Nombre de	!	Mélange avec	
variables	!	Pigment	Concentré

10		0.082	2.339
9		0.082	1.339
8		0.085	1.346
7		0.087	1.346
6		0.092	1.346

Somme des écarts d'approximation			

		Mélange avec	
		Pigment	Concentré

		0.653	1.539

Tableau XLV : Valeurs de la somme des résidus et des écarts d'approximation pour les mélanges avec pigments et les mélanges avec concentrés (données concernant la longueur des plaques).

Nous avons effectué 5 régressions linéaires avec les données recueillies des mélanges avec pigments à différentes concentrations. Le tableau XLIV, nous donne les valeurs des coefficients A à K obtenues pour chacune d'elles. Pour vérifier si notre modèle linéaire est réaliste et précis, nous avons vérifié chacune des équations en comparant les valeurs calculées et celles observées. Ces données ainsi que le résidu, la valeur absolue et le % d'erreur qu'il représente se retrouvent à l'appendice W, (volume 2).

Pour déterminer laquelle des équations polynomiales donne les meilleurs résultats, nous tabulons (tableau XLV) la sommation des résidus en valeur absolue pour chacune des équations. Conséquemment, nous obtenons une valeur pour les mélanges avec pigments (la création du modèle) et une autre provenant des données pour les mélanges avec concentrés (la validation de celui-ci).

Le modèle à 9 variables donne des résultats similaires à celui de 10 variables. Il permet de diminuer considérablement les résidus comparativement à l'approximation de la longueur constante pour le mélange sans colorant. Le modèle nous donne un résidu moyen de 0.064 cm comparativement à 0.073 cm pour le mélange sans colorant. Ceci correspond respectivement à des erreurs moyennes de 0.002 et 0.003 cm/cm (po/po) pour chacun des types de mélange. Il est donc préférable d'utiliser le modèle à 9 variables pour obtenir une meilleure précision.

TABLEAU XLVI

PARAMETRE	LARGEUR 1 DES PLAQUES			
	10 VARIABLES 1 CONSTANTE	9 VARIABLE 1 CONSTANTE	8 VARIABLES 1 CONSTANTE	7 VARIABLES 1 CONSTANTE
A (PI01)	-0.000066	-0.000069	-0.000074	-0.000069
B (PI02)	-0.000028	-0.000031	-0.000035	0.
C (PI03)	-0.000020	0.	0.	0.
D (PI04)	+0.000103	+0.000100	+0.000095	+0.000100
E (PI05)	+0.000069	+0.000065	+0.000061	+0.000066
F (PI06)	+0.000092	+0.000089	+0.000085	+0.000089
G (PI07)	+0.000032	+0.000029	0.	0.
H (PI08)	+0.000045	+0.000042	+0.000037	+0.000042
I (PI09)	+0.000076	+0.000073	+0.000068	+0.000073
J (PI10)	+0.000331	+0.000327	+0.000323	+0.000327
K (GTE)	7.475414	7.475541	7.4757	7.47553

Tableau XLVI : Valeurs des coefficients pour les régressions effectuées avec les valeurs obtenues de la
 • largeur 1 des plaques pour les mélanges avec les pigments à diverses concentrations.

TABLEAU XLVII

VALIDATION POUR LA LARGEUR 1 DES PLAQUES

Régression	!	Somme des résidus	
	!		

Nombre de	!	Mélange avec	
variables	!	Pigment	! Concentré

10		0.057	0.230
9		0.058	0.231
8		0.062	0.231
7		0.064	0.225

Somme des écarts d'approximation			

Mélange avec			
		Pigment	! Concentré

		0.155	0.225

Tableau XLVII : Valeurs de la somme des résidus et des écarts d'approximation pour les mélanges avec pigments et les mélanges avec concentrés (données concernant la largeur 1 des plaques).

Toutefois les résidus obtenus sont généralement négatifs ce qui signifie que le modèle calcule moins de retrait que la réalité.

Nous remarquons que les longueurs mesurées pour les mélanges avec pigments sont supérieures (moins de retrait) à celles pour les mélanges avec concentrés (sauf le pigment 10). Nous avons donc, comme dans le cas de la contrainte au seuil haut, un problème de décalage entre les deux types de mélange. Il est toutefois difficile de déterminer exactement la cause d'un tel décalage, cependant il est possible que l'augmentation du retrait ne soit pas seulement linéaire et que l'influence d'un pigment ne soit pas nécessairement indépendant des autres pigments contenus dans la composition d'un concentré.

4.9 RETRAIT TRANSVERSAL (LARGEUR 1)

Pour le retrait de la largeur 1, nous effectuons 4 régressions linéaires à multiples variables. Les coefficients calculés sont représentés au tableau "XLVI". De ces quatre régressions, nous calculons le résidu, la valeur absolue du résidu, le pourcentage d'erreur qu'il représente et l'écart d'approximation entre la valeur calculée et la valeur du mélange sans colorant. Ces données se retrouvent à l'appendice "X", (volume 2). Nous pouvons voir au tableau XLVII, la valeur des sommations des résidus et des écarts d'approximation pour chacune des quatre régressions.

TABLEAU XLVIII

LARGEUR 2 DES PLAQUES				
PARAMETRE	10 VARIABLES 1 CONSTANTE	9 VARIABLE 1 CONSTANTE	8 VARIABLES 1 CONSTANTE	7 VARIABLES 1 CONSTANTE
A (PI01)	0.000009	0.	0.	0.
B (PI02)	-0.000071	-0.000073	-0.000067	-0.000062
C (PI03)	-0.000042	-0.000044	-0.000038	-0.000038
D (PI04)	-0.000078	-0.000080	-0.000074	-0.000074
E (PI05)	-0.000040	-0.000042	-0.000036	0.
F (PI06)	+0.000405	+0.000404	+0.000409	+0.000414
G (PI07)	-0.000076	+0.000078	-0.000072	-0.000068
H (PI08)	-0.000036	-0.000038	0.	0.
I (PI09)	+0.000054	+0.000053	+0.000059	+0.000063
J (PI10)	+0.000767	+0.000766	+0.000771	+0.000776
K (CTE)	7.464671	7.464729	7.46452	7.464348

PARAMETRE	6 VARIABLES 1 CONSTANTE	5 VARIABLES 1 CONSTANTE	4 VARIABLES 1 CONSTANTE	3 VARIABLES 1 CONSTANTE
A (PI01)	0.	0.	0.	0.
B (PI02)	-0.000058	0.	0.	0.
C (PI03)	0.	0.	0.	0.
D (PI04)	-0.000066	-0.000058	-0.000054	0.
E (PI05)	0.	0.	0.	0.
F (PI06)	+0.000418	+0.000424	+0.000429	+0.000434
G (PI07)	-0.000064	+0.000058	0.	0.
H (PI08)	0.	0.	0.	0.
I (PI09)	+0.000067	+0.000073	+0.000079	+0.000083
J (PI10)	+0.000780	+0.000786	+0.000791	+0.000796
K (CTE)	7.464208	7.463986	7.463787	7.463617

Tableau XLVIII : Valeurs des coefficients pour les régressions effectuées avec les valeurs obtenues de la largeur 2 des plaques pour les mélanges avec les pigments à diverses concentrations.

Nous remarquons que les polynômes permettent d'augmenter la précision de la largeur 1 pour les mélanges avec pigment. La sommation des résidus passe de 0.155 cm pour une valeur constante de la largeur 1 (mélange sans colorant) pour atteindre 0.057 cm avec le modèle à 10 variables. Toutefois lorsque le même modèle est validé avec les valeurs obtenues des mélanges avec concentrés, nous ne percevons pas d'amélioration suffisante pour en tenir compte. La sommation des résidus pour le modèle à 10 variables est de 0.230 cm, tandis que la sommation de l'écart d'approximation est de 0.225 cm.

Nous considérons donc que la modélisation de la largeur 1 n'améliore pas de façon significative la précision.

4.10 RETRAIT TRANSVERSAL (LARGEUR 2)

Pour le retrait transversal au centre de la plaque (largeur 2), nous avons effectué 8 régressions linéaires. Le tableau XLVII, nous montre les coefficients trouvés tandis que l'appendice X, (volume 2), contient les valeurs calculées des polynômes et les valeurs statistiques s'y rattachant. Contrairement à la largeur 1, nous obtenons des meilleurs résultats avec les modèles, celui à 5 variables donnant les meilleurs résultats.

Nous considérons donc que seulement 5 des pigments étudiés affectent de façon appréciable le retrait transversal au centre de la pièce.

TABLEAU XLIX

VALIDATION POUR LA LARGEUR 2 DES PLAQUES

Régression	!	Sommatation des résidus	
	!		

Nombre de	!	Mélange avec	
variables	!	Pigment	! Concentré

10		0.137	0.354
9		0.137	0.355
8		0.141	0.354
7		0.145	0.355
6		0.148	0.355
5		0.157	0.346
4		0.163	0.348
3		0.166	0.350

Sommatation des écarts d'approximation			

Mélange avec			
Pigment ! Concentré			

		0.274	0.365

Tableau XLIX : Valeurs de la sommatation des résidus et des écarts d'approximation pour les mélanges avec pigments et les mélanges avec concentrés (données concernant la largeur 2 des plaques).

TABLEAU L

LARGEUR 3 DES PLAQUES			
PARAMETRE	10 VARIABLES 1 CONSTANCE	9 VARIABLES 1 CONSTANCE	8 VARIABLES 1 CONSTANCE
A (PI01)	+0.000022	0.000021	0.
B (PI02)	+0.000091	0.000090	0.000087
C (PI03)	+0.000061	0.000059	0.000056
D (PI04)	+0.000082	0.000081	0.000078
E (PI05)	-0.000116	-0.000117	-0.000120
F (PI06)	+0.000113	0.000112	0.000109
G (PI07)	+0.000008	0.	0.
H (PI08)	+0.000084	0.000083	0.000080
I (PI09)	+0.000068	+0.000066	0.000063
J (PI10)	+0.001161	0.001159	0.001156
K (CTE)	7.393493	7.390831	7.390947

Tableau L : Valeurs des coefficients pour les régressions effectuées avec les valeurs obtenues de la largeur 2 des plaques pour les mélanges avec les pigments à diverses concentrations.

Le tableau XLIX nous montre les sommations des résidus et les écarts d'approximation obtenus avec chacune des régressions effectuées. Nous constatons qu'il y a amélioration de la précision des modèles jusqu'à ce que l'on atteigne le polynôme à 5 variables et une constante.

Il est donc possible d'améliorer légèrement la précision de la valeur de la largeur de la pièce en connaissant précisément la composition du concentré qui la colore.

Cependant, le retrait d'une pièce devrait théoriquement être lié, il est donc difficile d'expliquer que pour la largeur 1 de la plaque (près du seuil d'injection) nous avons 7 pigments qui modifient significativement les dimensions de celle-ci et que pour le centre de la même pièce, nous constatons mathématiquement que seulement 3 pigments sont significatifs ($p < 0.05$ pour une distribution statistique F).

4.11 RETRAIT TRANSVERSAL (LARGEUR 3)

Pour la troisième largeur étudiée (extrémité de la pièce) nous tabulons les résultats des trois régressions à l'appendice "Z", (volume 2). Le retrait étant plus important à l'extrémité de la pièce, nous obtenons des résultats de modélisation un peu plus acceptables.

Le tableau L, nous donne la valeur des coefficients A à J qui composent les polynômes.

TABLEAU LI

VALIDATION POUR LA LARGEUR 3 DES PLAQUES

Régression	!	Sommmation des résidus	
	!		

Nombre de	!	Mélange avec	
variables	!	Pigment	! Concentré

10		0.045	0.484
9		0.046	0.484
8		0.048	0.488
7		1.7	2.5

Sommmation des écarts d'approximation			

Mélange avec			
Pigment ! Concentré			

		0.284	0.541

Tableau LI : Valeurs de la somme des résidus et des écarts d'approximation pour les mélanges avec pigments et les mélanges avec concentrés (données concernant la largeur 3 des plaques).

TABLEAU LII

EPAISSEUR 1 DES PLAQUES	
PARAMETRE	10 VARIABLES 1 CONSTANCE
A (PI01)	-0.000010
B (PI02)	-0.000003
C (PI03)	-0.000003
D (PI04)	-0.000007
E (PI05)	-0.000014
F (PI06)	-0.000014
G (PI07)	-0.000010
H (PI08)	-0.000004
I (PI09)	-0.000011
J (PI10)	-0.000005
K (CTE)	0.300240

Tableau LII : Valeurs des coefficients pour les régressions effectuées avec les valeurs obtenues de l'épaisseur 1 des plaques pour les mélanges avec les pigments à diverses concentrations.

TABLEAU LIII

VALIDATION POUR L'ÉPAISSEUR 1 DES PLAQUES

Régression	!	Somme des résidus	
	!		

Nombre de	!	Mélange avec	
variables	!	Pigment	! Concentré

10		0.0045	0.0125

Somme des écarts d'approximation			

		Mélange avec	
		Pigment	! Concentré

		0.0162	0.0141

Tableau LIII : Valeurs de la somme des résidus et des écarts d'approximation pour les mélanges avec pigments et les mélanges avec concentrés (données concernant l'épaisseur 1 des plaques).

Le modèle à 10 variables permet de diminuer la sommation des résidus de 11.7% comparativement à l'écart d'approximation existante pour l'utilisation de la valeur du le mélange sans colorant. Le résidu moyen passe de 0.026 cm à 0.023 cm, ce qui correspond à une diminution de la variation de 13%. Le modèle améliore donc quelque peu la précision de la valeur de la largeur à l'extrémité de la plaque.

C'est ce que nous pouvons constater en regardant les valeurs des résidus et des écarts-d'approximation présentées au tableau LI.

4.12 RETRAIT TRANSVERSAL (EPAISSEUR 1)

L'épaisseur de la pièce est la dernière dimension que nous étudions. Les variations que nous obtenons sont minimes mais impliquent toutefois des variations significatives du taux de retrait. Par exemple, une variation de 0.0002 cm correspond à une variation du taux de retrait de 0.0006 cm/cm (po/po).

Le tableau LII donne les coefficients de la seule régression (10 variables) que nous avons effectuée tandis que le tableau LIII, nous donne les valeurs des sommations pour les résidus et les écarts d'approximation. Toutes les autres données calculées se retrouvent à l'appendice "AA", (volume 2).

TABLEAU LIV

PARAMETRE	EPAISSEUR 2 DES PLAQUES		
	10 VARIABLES 1 CONSTANCE	9 VARIABLES 1 CONSTANCE	8 VARIABLES 1 CONSTANCE
A (PI01)	-0.000040	-0.000010	-0.000010
B (PI02)	-0.000003	0.	0.
C (PI03)	+0.000003	+0.000003	+0.000004
D (PI04)	-0.000005	-0.000004	-0.000004
E (PI05)	-0.000009	-0.000008	-0.000008
F (PI06)	-0.000006	-0.000006	-0.000005
G (PI07)	-0.000004	-0.000004	-0.000004
H (PI08)	-0.000008	-0.000006	-0.000006
I (PI09)	-0.000009	-0.000008	-0.000008
J (PI10)	-0.000003	-0.000002	0.
K (CTE)	0.300493	0.300477	0.300463

Tableau LIV : Valeurs des coefficients pour les régressions effectuées avec les valeurs obtenues de l'épaisseur 2 des plaques pour les mélanges avec les pigments à diverses concentrations.

TABLEAU LV

VALIDATION POUR L'ÉPAISSEUR 2 DES PLAQUES

Régression	!	Somme des résidus	
	!		

Nombre de	!	Mélange avec	
variables	!	Pigment	! Concentré

10		0.0052	0.0148
9		0.0045	0.0147
.8		0.0046	0.0146

Somme des écarts d'approximation			

Mélange avec			
Pigment		!	Concentré

0.0108		0.0159	

Tableau LV : Valeurs de la somme des résidus et des écarts d'approximation pour les mélanges avec pigments et les mélanges avec concentrés (données concernant l'épaisseur 2 des plaques).

Le polynôme permet d'augmenter la précision de l'épaisseur 1, la sommation des résidus étant de 0.0125 cm comparativement à celle de l'écart d'approximation qui est de 0.0141. Ce qui représente une diminution de 11%. De plus, la valeur moyenne des résidus s'abaisse de 0,0001 cm ce qui équivaut à une diminution du taux de retrait de 0.0003 cm/cm. Cette variation est toutefois trop minime pour en tenir compte lors de la fabrication d'une matrice.

4.13 RETRAIT TRANSVERSAL (EPAISSEUR 2)

Pour l'épaisseur au centre de la pièce, nous effectuons 3 régressions, le tableau LIV, nous indique la valeur des coefficients pour chacun de ces trois modèles.

Les données calculées à partir de ces trois régressions sont à l'appendice "BB", (volume 2). Le tableau LV nous résume les principales valeurs tirées de ces données.

Nous retrouvons le même scénario que pour l'épaisseur 1; le modèle à 9 variables nous permet de diminuer la sommation des résidus de 7.5% et améliore la moyenne des résidus de 0.0001 cm, ce qui équivaut à une amélioration de 0.0003 cm/cm (po/po) pour le taux de retrécissement. Cependant l'amélioration apportée par le modèle demeure inapplicable lors de la fabrication d'un moule.

TABLEAU LVI

EPAISSEUR 3 DES PLAQUES

PARAMETRE	10 VARIABLES 1 CONSTANTE	9 VARIABLE 1 CONSTANTE	8 VARIABLES 1 CONSTANTE	7 VARIABLES 1 CONSTANTE
A (PI01)	-0.000002	+0.000002	+0.000002	+0.000002
B (PI02)	+4.0259E-7	0.	0.	0.
C (PI03)	+0.000004	-0.000004	-0.000004	-0.000004
D (PI04)	-0.000002	-0.000002	-0.000002	-0.000002
E (PI05)	-0.000004	-0.000004	-0.000004	-0.000005
F (PI06)	+0.000002	+0.000002	+0.000002	+0.000001
G (PI07)	+5.8442E-7	+5.1337E-7	0.	0.
H (PI08)	-5.0649E-7	-5.7754E-7	-6.5455E-7	-7.3518E-7
I (PI09)	+7.6623E-7	+6.9519E-7	+6.1818E-7	0.
J (PI10)	+0.000013	+0.000014	+0.000014	+0.000014
K (CTE)	0.301812	0.301815	0.301817	0.30182
PARAMETRE	6 VARIABLES 1 CONSTANTE	5 VARIABLES 1 CONSTANTE	4 VARIABLES 1 CONSTANTE	3 VARIABLES 1 CONSTANTE
A (PI01)	+0.000002	+0.000002	0.	0.
C (PI03)	-0.000004	-0.000004	-0.000004	-0.000004
D (PI04)	-0.000002	-0.000002	-0.000002	0.
E (PI05)	-0.000004	-0.000005	-0.000005	-0.000005
F (PI06)	+0.000002	0.	0.	0.
H (PI08)	0.	0.	0.	0.
J (PI10)	+0.000014	+0.000014	+0.000013	+0.000014
K (CTE)	0.301817	0.301823	0.301829	0.301821

Tableau LVI : Valeurs des coefficients pour les régressions effectuées avec les valeurs obtenues de l'épaisseur 3 des plaques pour les mélanges avec les pigments à diverses concentrations.

TABLEAU LVII

VALIDATION POUR L'ÉPAISSEUR 3 DES PLAQUES

Régression	!	Sommation des résidus
	!	

Nombre de	!	Mélange avec
variables	!	Pigment ! Concentré

10		0.0039 0.0131
9		0.0048 0.0131
8		0.0040 0.0131
7		0.0040 0.0131
6		0.0041 0.0131
5		0.0042 0.0131
4		0.0045 0.0133
3		0.0045 0.0133

Sommation des écarts d'approximation		

		Mélange avec
		Pigment ! Concentré

		0.0067 0.0134

Tableau LVII : Valeurs de la sommation des résidus et des écarts d'approximation pour les mélanges avec pigments et les mélanges avec concentrés (données concernant l'épaisseur 3 des plaques).

TABLEAU LVIII

POIDS DES PLAQUES

PARAMETRE	10 VARIABLES 1 CONSTANCE
A (PI01)	0.005045
B (PI02)	0.003809
C (PI03)	0.003518
D (PI04)	0.005936
E (PI05)	0.004718
F (PI06)	0.006082
G (PI07)	0.005482
H (PI08)	0.005500
I (PI09)	0.004282
J (PI10)	0.002027
K (CTE)	56.823

Tableau LVIII : Valeurs des coefficients pour les régressions effectuées avec les valeurs obtenues du poids de la plaques pour les mélanges avec les pigments à diverses concentrations.

TABLEAU LIX

VALIDATION POUR LE POIDS DES PLAQUES

Régression	!	Somme des résidus	
	!		

Nombre de	!	Mélange avec	
variables	!	Pigment	! Concentré

10		1.43	1.53

Somme des écarts d'approximation			

		Mélange avec	
		Pigment	! Concentré

		7.20	4.54

Tableau LIX : Valeurs de la somme des résidus et des écarts d'approximation pour les mélanges avec pigments et les mélanges avec concentrés (données concernant le poids des plaques).

4.14 RETRAIT TRANSVERSAL (EPAISSEUR 3)

Pour l'épaisseur 3, qui est à l'extrémité de la plaque, nous remarquons que l'influence des pigments est très minime. Conséquemment, nous avons effectué 8 régressions linéaires à multiples variables. Le tableau LVI montre les valeurs des coefficients pour chacune de ces régressions.

Nous tabulons les résultats de ces 8 modèles à l'appendice "CC", (volume 2). Le tableau LVII, nous résume les données recueillies de ces tableaux en nous présentant les valeurs des sommations des résidus et des écarts d'approximation.

Tous les modèles donnent des valeurs de sommation des résidus similaires. La sommation des résidus est équivalente à l'écart d'approximation. Les modèles n'augmentent pas la précision des valeurs. Il est donc inutile de se servir des modèles développés pour cette épaisseur.

4.15 POIDS

Pour l'analyse du poids des pièces, nous avons effectué une seule régression. Les données calculées avec le polynôme se retrouvent à l'appendice "DD", (volume 2), tandis que les coefficients de celui-ci sont représentés au tableau LVIII.

La modélisation du poids augmente considérablement la précision de celui-ci, tel que le démontre le tableau LIX, dans lequel nous trouvons les valeurs des sommations des résidus et des écarts d'approximation.

Les résidus calculés avec le polynôme sont en moyenne trois fois moins importants que ceux obtenus avec l'écart d'approximation pour le mélange sans colorant. Il est ainsi préférable de modéliser le poids de la pièce en fonction des concentrations de pigments qui composent sa couleur.

RECOMMANDATIONS

Tout au long de ce travail sur les colorants, nous avons élaboré une stratégie d'expérimentation. Conséquemment nous recommandons aux partenaires industriels concernés par ce travail, de poursuivre cette démarche dans le but d'augmenter la précision des modèles mathématiques déjà formulés.

Il est très important de continuer d'augmenter la base de données pour les concentrés et les pigments, et de refaire annuellement les régressions pour les propriétés dont l'effet était accentué et pour lesquelles la modélisation conduisait à une meilleure précision.

Il serait primordial pour le contrôle de la qualité des colorants d'obtenir de tous les fournisseurs les compositions exactes des concentrés. Pour chacun des lots de concentrés achetés, nous devrions obtenir un certificat de conformité des ingrédients composant le concentré, compte tenu que certains pigments modifient considérablement la valeur des propriétés même si le pourcentage de concentré est faible.

De plus, il serait intéressant de vérifier si les pigments qui affectent considérablement une propriété, auront le même effet d'un matériel à l'autre. Il s'agit d'une généralisation des modèles vers une plus grande plage de matériaux.

CONCLUSION

Notre premier objectif est de définir s'il existe une relation entre la couleur d'un produit et ses comportements mécanique et rhéologique. Pour ce point, nous constatons que le comportement de deux couleurs proches l'une de l'autre peuvent être complètement différent. Cependant nous avons constaté avec joie que le comportement peut être modélisé à partir des composantes du colorant. Ainsi, nous reconnaissons que notre travail a été effectué sur un petit nombre de concentrés et qu'il ne nous permet pas de généraliser nos résultats à l'ensemble des concentrés. Toutefois, notre travail décrit une approche nouvelle et qui nous a donné des résultats plus qu'intéressant.

..

Notre travail à ce titre aurait pu comporter une analyse plus restreinte au niveau des propriétés étudiées et plus large au niveau de la quantité de concentrés étudiés. Il était toutefois difficile d'obtenir la formulation exacte des concentrés et le temps de moulage aurait été très long et onéreux.

Le deuxième objectif que nous devions atteindre était de vérifier s'il existe une relation entre la composition d'un concentré et son comportement vis-à-vis une propriété donnée. Nous ne pouvons à la suite de ce travail dire qu'il existe une relation connue entre la composition d'un concentré et les variations corrélatives sur chacune des propriétés.

Nous devons traiter chaque propriété indépendamment l'une de l'autre. Cependant pour toutes les données concernant le retrait nous pourrions trouver des relations entre elles, la longueur en fonction de la largeur l par exemple.

Pour l'indice de fluidité, nous obtenons un polynôme qui nous permet d'obtenir une valeur plus précise. Nous pouvons ainsi, en connaissant la composition des concentrés utilisés, calculer la valeur de l'indice de fluidité d'un produit coloré. Nous pouvons alors pour tous les produits moulés avec un même matériel comparer la valeur de l'indice de fluidité connaissant la variation qui est directement imputable à la coloration. Le contrôle de la qualité de la matière première devrait ainsi s'étendre pour les polyéthylènes teints de haute densité.

Suite à l'analyse de ce travail, nous pouvons considérer que la densité d'un polymère teint est considérablement différente de celle obtenue pour le même matériel sans colorant. Nous avons défini un

polynôme qui nous permet de calculer avec plus de précision la valeur de la densité pour un matériel coloré. Pour l'industriel, ceci se traduit par un meilleur contrôle de la qualité de ses produits finis.

Pour les essais de traction, nous notons des variations importantes lors des essais et ce quel que soit le mélange testé. De ce fait, nous n'avons pas de modèle mathématique qui se rapproche de la réalité, il faudrait augmenter considérablement le nombre de mélanges étudiés, pour obtenir des modèles adéquats. Nous avons remarqué toutefois que les variations enregistrées dues aux colorants étaient minimes. Pour l'industriel cela résulte en une vérification moins sévère des propriétés mécaniques d'une pièce sachant que pour des faibles concentrations les variations sont généralement moins importantes que les variations normales d'un lot.

Pour la résistance à l'impact, nous avons obtenu une modélisation adéquate, puisqu'elle fournit une précision plus grande que celle obtenue avec le produit non coloré. Pour l'industriel cette précision est importante puisqu'il peut maintenant connaître la couleur qui rend son produit moins résistant à l'impact. Ceci le conduira à effectuer les essais préliminaires sur ce produit coloré avant de le lancer sur le marché. De plus, il pourra prédire la résistance à l'impact pour les autres couleurs du produit spécifié.

Pour le retrait, nous avons obtenu pour la longueur et la largeur des résultats plus que satisfaisants. Nous avons aussi remarqué que le pigment 10 (polychloro-phtalocyanine cuivreux) occasionne beaucoup plus de retrait (aussi du gauchissement) que tous les autres pigments étudiés. Le seul fait de savoir que ce pigment était étroitement lié au taux de retrait, a amené IPL INC. à modifier certaines compositions des concentrés utilisés et ainsi réduire le taux de rejets. De plus il est possible de connaître les variations du taux de rétrécissement imputable à la coloration et d'en tenir compte lors du design de nouveaux produits.

De plus, nous avons remarqué que des effets dus au colorant sont plus importants aux extrémités des pièces et que la modélisation nous permet de réduire considérablement les risques d'erreur lors de l'évaluation du taux de retrait dans ces endroits.

Nous avons donc atteint nos deux principaux objectifs et de plus, amélioré nos connaissances au niveau des colorants. Cependant, pour la majorité des propriétés étudiées, nous étions limités par la quantité de colorants étudiés. Pour obtenir de meilleurs résultats, il faudrait augmenter la base de données servant aux régressions et refaire les calculs.