

Caractérisation du comportement d'un composite PolyÉthylène Auto-Renforcé

Characterization of the behaviour of a Self-Reinforced PolyEthylene Composite

Coline Roiron^{1,3}, Eric Lainé¹, Jean-Claude Grandidier¹, Dominique Olivier², Simon Karam², Nicolas Garois³

1 : Institut Pprime, UPR3346 CNRS, ISAE-ENSMA, Université de Poitiers
ISAE-ENSMA - Téléport2 - 1 Av. Clément Ader - BP40109, F-86962 Futuroscope Chasseneuil Cedex
e-mail : coline.roiron@ensma.fr et eric.laine@ensma.fr et gretidier@ensma.fr

2 : Total Research & Technology Feluy
Zone Industrielle Feluy C, B7181 Seneffe
e-mail : dominique.olivier@total.com et simon.karam@total.com

3 : Laboratoire Prospectif Matériaux du Futur, TOTAL S.A.
Tour Michelet A - 24 Cours Michelet- La Défense 10, F92069 Paris la Défense Cedex -France
e-mail : nicolas.garois@hutchinson.com

Résumé

Les composites auto-renforcés à matrice thermoplastique, appelés aussi SRP (Self-Reinforced Polymers), apportent une réponse aux exigences de propriétés mécaniques optimales, de légèreté des structures et environnementales concernant le recyclage des composites. La caractérisation thermomécanique de composites SRPE (matrice PolyÉthylène) est une première étape importante en vue de la construction d'une loi de comportement. Cette étude montre l'influence de la quantité de fils sur le comportement mécanique de SRPE et considère les propriétés thermiques de ces derniers, de la matrice et des fils à l'aide d'essais de DSC. Les analyses thermique et mécanique soulignent l'absence d'une couche transcristalline à l'interface.

Abstract

Self-reinforced Composites based on thermoplastic matrix, also called SRP (Self-Reinforced Polymers), highly respond to optimum mechanical properties and lightweight requirements, but before all, to environmental concerns regarding composites recycling. The thermo-mechanical characterization of SRPE (Poly-Ethylene matrix) is the first major step in developing a material behavior law. This study shows the effect of the yarn's quantity on the mechanical behavior of SRPE, PE matrix and yarns while also considering the thermal properties obtained by DSC analysis. Both thermal and mechanical tests clearly monitor the lack of a transcristalline layer at the interface between the matrix and the reinforcement.

Mots Clés : polymères auto-renforcés, caractérisation, impact de la proportion de renfort, DSC, tests de traction

Keywords : self-reinforced polymers, characterization, effect of the yarns quantity, thermal analysis, mechanical analysis

1. Introduction

L'utilisation des polymères thermoplastiques pour certains domaines d'application est restreinte car leur module est faible. Ces matériaux se sont alors imposés dans les pièces structurales comme matrice dans les composites à fibres de carbone, de verre ou de kevlar. Leurs fonctions sont d'assurer le maintien des fibres qui supportent la charge et de protéger ces dernières de l'environnement. Les matrices thermodurcissables dominaient au préalable le marché des composites. Toutefois les matrices thermoplastiques connaissent à ce jour un nouvel essor car elles sont mises en œuvre plus rapidement et montrent une plus-value vis-à-vis de la santé. L'atout de ce type de matrice est surtout leur réutilisation, possible en les fondant simplement du fait des faibles liaisons dans la phase cristalline. 95 % des composites produits actuellement sont renforcés à l'aide de fibres de verre [1]. Cependant, outre les exigences industrielles liées à la légèreté des structures, le renforcement en fibres de verre et carbone questionne au regard des régulations sur la gestion des déchets et les législations environnementales de plus en plus exigeantes mises en place pour les

fabricants de matière. Ces législations poussent les industriels à davantage considérer l'impact de leurs produits à chaque étape du cycle de vie, et notamment le recyclage et l'élimination en fin de vie. L'industrie automobile est parmi les industries en première ligne auxquelles s'appliquent ces réglementations. A la vue des volumes des matières utilisées, l'impact environnemental de tels composites est significatif. Les fibres de verre, de carbone et les fibres naturelles comme le chanvre et le lin constituant les renforts peuvent seulement être recyclées en de nouveaux grades de renfort mais dont les propriétés mécaniques sont dégradées. En fin de vie, les fibres naturelles peuvent être brûlées, ce qui n'est pas le cas des fibres de verre dont la gestion à ce stade est complexe. Même si la fibre et la matrice sont recyclables, les séparer est une étape compliquée et non envisageable à grande échelle, en revanche si fibre et matrice sont fusibles et de même nature un recyclage complet est envisageable.

Un nouveau concept de composite auto-renforcés ('self-reinforced polymer', nommé SRP par la suite) a été proposé par Capiati et Porter en 1975 [2]. Il s'agit d'un matériau composite réalisé à l'aide d'un unique polymère où la matrice et le renfort sont de la même famille chimique. Ainsi, contrairement aux composites classiques (composites à matrice polymère et renforts en fibres de verre ou de carbone), qu'il est difficile et coûteux de recycler, un SRP est en revanche bien plus aisé à recycler [3-4]. Malgré le fait que les propriétés mécaniques du SRP recyclé par broyage sans chimie sont moins bonnes dans la connaissance actuelle (résistance et module en traction) que celles du SRP initial, dans la mesure où l'apport de la fibre continue est perdu, elles restent meilleures que le polymère de la matrice. De plus, ses propriétés ne sont que peu modifiées avec le nombre de fois où il a été recyclé [4].

Si la morphologie diffère entre le renfort, souvent étiré et montrant une microstructure fibrillaire, et la matrice, dont la structure est sphérolitique, les structures chimiques sont proches et une adhésion chimique forte est donc possible entre fibres et matrice. Plusieurs auteurs observent la formation d'une couche transcristalline, issue d'une croissance épitaxiale et dont la présence et l'épaisseur sont influencées par plusieurs paramètres liés au renfort, à la matrice et au procédé de mise en œuvre [2,5-15]. Une telle homogénéité de structure permet aussi de ne pas impacter la biocompatibilité et la biodégradation des SRP puisqu'aucun agent chimique n'est ajouté pour encourager l'adhésion renfort/matrice [12]. En outre, certaines fibres en polymère, par exemple en PE (PolyÉthylène), ne sont compatibles qu'avec peu de matrices car leur polarité moléculaire est faible. L'auto-renforcement est donc une solution pour y pallier [16]. Comme les composites classiques, l'interface entre renfort et matrice constitue un des enjeux majeurs puisque les propriétés mécaniques du composite dépendent de sa qualité. Dans le cas des fibres de carbone et de verre des traitements de surface sont appliquées aux fibres pour assurer le meilleur transfert de contraintes entre la matrice et le renfort par adhésion chimique et mécanique (rugosité). Un ensimage des renforts est la plupart du temps nécessaire, il se fait d'ailleurs avec un polymère avec des chimies complexes et quelque fois problématiques du point de vue des réglementations. Ce mode de transfert limite alors les propriétés de traction dans la direction transverse notamment et la résistance à l'impact, ce qui est moins critique pour les SRP. La possibilité d'obtenir des propriétés mécaniques plus optimales associées à la capacité de recyclage sont les motivations majeures pour faire usage des SRP, mais un procédé de transformation rentable à grande échelle reste la priorité des industriels.

De nombreux procédés composés d'une unique ou de plusieurs étapes permettent de mettre en œuvre les SRP [15]. Trois procédés sont principalement étudiés dans la littérature. La thermo-compaction (« hot compaction ») consiste à appliquer un cycle de température et de pression de sorte que la fusion partielle de la surface extérieure des fibres constituant, cristallise en refroidissant pour créer la matrice [2,8,13,17-18]. L'empilement de films de matrice et de renfort, obtenus au préalable est une seconde possibilité. La matrice, dont la température de fusion doit être

inférieure à celle des renforts, fond et infiltre les structures de renfort [15,19]. Enfin, la combinaison de la co-extrusion, se définissant par l'enrobage d'un homopolymère par un copolymère associé, et de la thermo-compaction est aussi communément utilisée [3,20-21]. Une des difficultés de mise en œuvre commune pour chacun des trois procédés est l'étroitesse de la fenêtre de processabilité. En effet, pour conserver le bénéfique apporté par des fibres notamment, il est important de gérer le procédé sur une plage de température ne permettant pas la fusion complète des fibres mais la fusion de la matrice et la bonne adhésion fibres/matrice tout en évitant la dégradation des propriétés mécaniques. L'agrandissement de cette fenêtre pour obtenir des propriétés mécaniques optimales est primordial, cela est possible en utilisant et/ou en jouant sur plusieurs paramètres (copolymère, perfection cristalline, étirage des renforts, phénomène de surchauffe des fibres...) [3,5-6,18,20-24]. L'élargissement de cette fenêtre permet un contrôle moins précis des paramètres du procédé. Mais au-delà de cela, la compréhension et la prise en compte de l'influence des paramètres procédé est indispensable pour que les propriétés de la structure en SRP soient en adéquation avec les exigences industrielles. Ceci a donné matière à de multiples articles [3-5,11,13-15,18,21,23-25].

Dans la littérature, de nombreux auteurs se sont attachés à étudier le comportement de SRP, quelle que soit la nature du polymère constituant. Le comportement du SRP se distingue de celui des polymères non-renforcés par de plus grandes rigidité et résistances à la traction [12-13,17] et à la compression [26], une plus grande performance en flexion longitudinale [14], une meilleure ténacité [17] et résistances à l'impact [27-28] et au fluage [28]. Le comportement des SRP vis-à-vis de celui des composites à iso-matrices renforcés en fibres de verre, de carbone ou encore en fibres naturelles a aussi été investigué. Les module et résistance spécifiques des SRP, concurrencent ceux des composites à iso-matrices renforcés en fibres de verre [3]. Mais les SRP se démarquent surtout par leur forte capacité d'absorption d'énergie et donc par leur résistance à l'impact supérieure à n'importe quel composite classique [3,14,23,26].

Si le comportement des SRP a fait l'objet de plusieurs études, peu d'auteurs se sont employés à examiner de façon comparative et associée le comportement mécanique et thermomécanique des fibres, du polymère isotrope constituant la matrice et du SRP. Hine et al. [13] confrontent les courbes obtenues en traction de bandes de PP, du PP isotrope (matrice) et du SRPP mis en œuvre par thermo-compaction à partir d'un sergé 2x2. Leur intention est de caractériser les paramètres importants qui contrôlent le comportement du PP tissé orienté thermo-compacté en étudiant les propriétés mécaniques des fibres d'origine, la géométrie du renfort, les propriétés mécaniques du polymère de base et le type de tissage. Teishev et al. [11] mettent en parallèle le comportement thermique des différents éléments qui composent le SRPE, fait d'une matrice HDPE et de fibres d'UHMWPE obtenues par enroulement filamentaire puis compactées avec des films de matrice. Leur objectif est davantage de définir l'influence des conditions de procédé sur le comportement mécanique et les conditions favorables de croissance de la couche transcristalline ainsi que son impact sur les propriétés mécaniques.

La caractérisation du comportement thermomécanique des différentes parties constitutives d'un SRP n'est donc pas complètement couverte et pour apporter un début de réponse, nous étudions dans le présent travail le comportement thermique et mécanique de fibres UHMWPE, d'une matrice PE et du SRPE associé. Une quantification de l'apport mécanique en fonction d'une proportion donnée de fils est notamment considérée.

2. Procédure expérimentale

2.1 Matériaux

Le renfort est un ensemble de fils étirés d'UHMWPE, et la matrice est constituée d'un PE de basse densité. Ces deux éléments sont commerciaux. Le composite SRPE (Self-Reinforced PolyEthylene)

obtenu à partir de ces deux composants a été élaboré par Total Research & Technology Feluy (Total RTF), en plusieurs étapes, à l'aide d'un nouveau procédé dont le protocole est en cours de développement et fait l'objet d'un dépôt de brevet. Ce dernier procédé a aussi servi à fabriquer la matrice (PE massif). Le composite est renforcé de fils à 0°, +/- 45°C et 90°C (Fig.1a). Les fils à 45°C permettent de tenir l'ensemble.

2.2 Essais de DSC

L'appareillage utilisé est une machine de DSC Q20. Les essais ont été réalisés à 10°C/mn sur deux échantillons différents pour chacun des éléments constituants (fils, matrice et composite). Les spécimens ont subi trois cycles thermiques, une première chauffe de -70°C à 160°C puis un maintien de 3min, suivi d'un refroidissement de 160°C à -70°C, la température finale est alors maintenue constante durant 3min puis un nouveau chauffage est effectué de -70°C à 160°C.

2.3 Essais mécaniques

Des essais de traction ont été effectués sur chacun des trois éléments. Pour la matrice PE et le SRPE, une machine de traction à vis INSTRON 1195 a permis de piloter les essais à vitesse de traverse constante (équivalente à 10⁻³/s), à température ambiante et à 60°C, en ajoutant une enceinte chauffante. L'hypothèse est faite que le serrage des mors permet d'imposer localement la même déformation à la matrice et au renfort. Les zones utiles des éprouvettes PE ont une dimension moyenne de 10*15*3.6mm. Celles pour les éprouvettes de SRPE mesurent 14*20* 4.1mm. Ces dernières possèdent 2, 3 ou 4 fils orientés dans le sens de la sollicitation, répartis régulièrement à la surface de l'échantillon. Des chargements monotones et cycliques avec recouvrance sont imposés. Une méthode de suivi de marqueurs par Vidéo-traction[®] a été utilisée pour mesurer les déformations longitudinales et transverses au cours du temps. Les essais ont été faits jusqu'à 100% de déformation vraie lorsque le suivi de marqueurs le permettait.

Les essais de traction sont réalisés sur des fils seuls, d'un diamètre de 0.5mm et de longueur utile 15mm, sur une machine INSTRON E1000 (Fig. 1b), à la même vitesse que précédemment, jusqu'à rupture. Aucun essai en température n'a été conduit sur les fils seuls.



Fig. 1. (a) Photo d'une éprouvette de SRPE contenant 3 fils orientés dans la direction de sollicitation (b) Essai de traction sur fil seul

3. Résultats et discussion

3.1 Caractérisation thermique

Une première caractérisation thermique des différents éléments est réalisée. Une confrontation des endothermes obtenus pour les multiples cycles subis est faite. Les résultats obtenus sur deux échantillons pour chacun des éléments sont reproductibles et les valeurs des différents pics sont présentées dans le Tab. 1.

	1er chauffage	2ème chauffage	Refroidissement
Matrice PE	43°C / 110.46°C	110.76°C	61.99°C / 96.12°C
Fil UHMWPE	138°C / 147.56°C / 156.81°C	137.63°C / 151.8°C	119.03°C / 139.12 °C
Composite SRPE	43°C / 110.90°C / 146.86°C	110.26°C / 135.54°C	61.36°C / 95.64 °C / 119.74°C

Tab. 1. Résultats DSC, valeurs des températures aux pics des endothermes et exothermes

Lors des chauffages (Fig. 2a) et Fig. 2b)), les premiers endothermes de la matrice de PE et du SRPE se superposent. Il en est de même pour les deux premiers exothermes lors du refroidissement (Fig. 2c)).

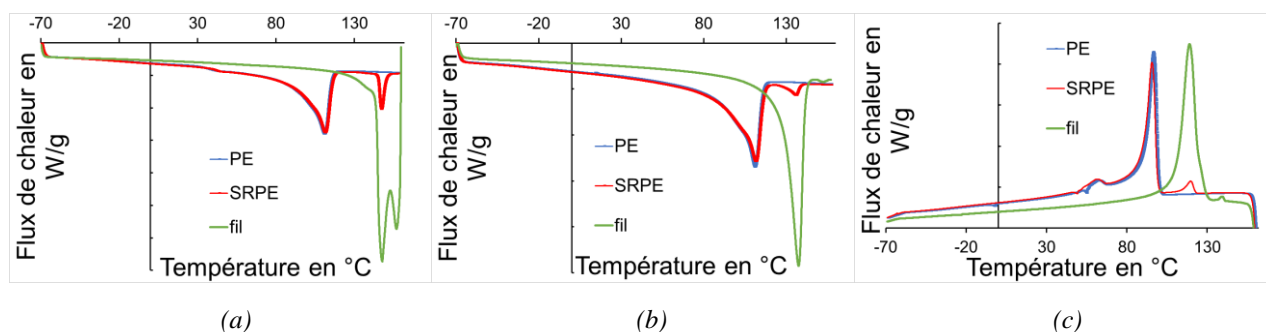


Fig. 2. Endothermes obtenus lors de mesures DSC pour du fil d'UHMWPE, de la matrice isotrope et le SRPE, (a) premier chauffage - (b) second chauffage - (c) refroidissement

L'endotherme du fil pour le premier chauffage (Fig. 2a) correspond à ce qui est rapporté dans la littérature. En effet, à température ambiante, trois phases coexistent, une phase cristalline, une phase amorphe et une phase méso-orientée [29-30]. Le pic à 138°C correspond à la fusion des cristaux monocliniques. Le second pic est associé à la fusion des cristaux orthorhombiques libres de contraintes. Le dernier est lié à la transition des cristaux orthorhombiques en phase cristalline hexagonale ou pseudo-hexagonale [27,29-33]. Le résultat obtenu en DSC coïncide avec une combinaison de phases de PE contraintes et non contraintes. Dans la littérature d'autres hypothèses sont proposées pour expliquer le double pic : Kwon et al. [30] suggèrent que ces multiples pics sont associés à la fusion de plusieurs épaisseurs de lamelles alors que Prox et al. [33] les associent à la fusion de lamelles plus ou moins stables. De nombreux paramètres influencent la présence et le décalage des pics comme le rapport d'étirage, la vitesse de chauffage, la masse de l'échantillon ainsi que l'environnement de la fibre et la méthode de préparation de la fibre [29-31].

La bosse autour de 43°C présente dans le cas du premier chauffage n'est plus visible pour le second chauffage (Fig. 2a et Fig. 2b), elle est donc imputable au procédé de mise en œuvre. Le premier pic pour le SRPE est associé à la fonte des sphérolites de la matrice. Le second pic correspond à la fonte de la phase orthorhombique du fil. Le procédé semble avoir modifié la morphologie du fil puisque la phase monoclinique est absente tout comme la transition en une phase hexagonale ou pseudo-hexagonale. Pour le second chauffage (Fig. 2b), le fil possède un premier pic élevé que l'on peut associer à une phase monoclinique majoritaire et un second moins important associé à une

phase orthorhombique subsistante. Le procédé d'étirage induit donc une morphologie spécifique. De la même façon que lors du premier chauffage, le SRPE présente un pic lié à la fusion de la phase matricielle et un second à la fusion d'une phase reliée au fil. Aucune morphologie tertiaire reliée à la présence d'une couche transcristalline n'apparaît. La présence de cette couche est inhibée pour certaines natures de matrice, par exemple lors de l'utilisation d'une matrice HDPE avec des fils d'UHMWPE mais ce n'est normalement pas le cas d'une matrice LDPE [11]. Pour ce matériau, outre la nature de la fibre, les conditions de procédé ne semblent pas avoir permis la croissance de cette couche à l'interface. Lors du refroidissement consécutif au premier chauffage (Fig. 2c), le SRPE présente des pics de cristallisation liés en partie à la matrice et au renfort, les différents exothermes présentant des pics des températures identiques. Les seconds pics pour les deux premiers cycles subis par le fil ne sont pas présents dans les résultats du composite, ils peuvent correspondre à une partie inhibée lors du procédé. La différence de proportion des phases cristallines entre le fil et le SRPE, s'explique par une quantité distincte de fil dans chacun des éléments testés.

3.2 Caractérisation thermomécanique

Les essais à température ambiante ont été menés sur cinq échantillons à température ambiante et sur cinq échantillons à 60°C. Ils sont apparus reproductibles. Les résultats comparatifs d'essais de traction réalisés à température ambiante sur la matrice, le fil et le composite sont présentés en nominal car aucune méthode mesurant la variation de la section du fil n'a été utilisée (Fig. 3a). Le renfort présente une rigidité et une résistance à la traction bien supérieures au PE massif et au composite renforcé de deux fils (ce qui correspond à 0.6% de renfort en fraction surfacique), induites par le procédé d'étirage, mais un allongement à rupture inférieur. Ces tendances sont conformes à celles soulignées par Hine et al. [13].

Des essais de traction à 60°C ont été effectués sur le PE massif et le SRPE. Les résultats en contrainte vraie/déformation vraie sont montrés (Fig. 3b). Que ce soit à température ambiante ou à 60°C, les mêmes tendances se dégagent. À de petites déformations, les modules du SRPE et du PE sont proches car les renforts ne sont pas encore sollicités puis le module du SRPE devient supérieur au module de la matrice. Les renforts reprennent alors la charge. Après rupture des fibres, la résistance du composite reste tout d'abord supérieure à celle du PE isotrope, de la friction doit subsister entre renfort et matrice et entre les fibres permettant un surcroît de rigidité puis elle tend à se rapprocher de celle de la matrice, les renforts ayant totalement rompus. Comme attendu la température de l'essai a une forte influence sur les propriétés thermomécaniques des constituants. Ainsi, à plus haute température, le module décroît, la résistance à la traction diminue mais l'allongement à rupture des renforts double (cas du SRPE Fig. 3b).

Le module tangent est mesuré à 4% de déformation vraie, déformation à partir de laquelle les fibres reprennent l'effort. Les résultats comparatifs sont présentés (Fig. 4a). Les valeurs sont moyennées sur les différents échantillons testés. Une influence significative de la température apparaît. De plus, le rapport du module tangent à 4% à 23°C du SRPE comprenant 2 fils sur celui du PE (environ 2.7) est semblable au rapport entre les mêmes modules pris à 60°C. La tendance se retrouve pour le même calcul avec un SRPE constitué de 3 fils avec toutefois une plus grande dispersion expérimentale (rapport d'environ 3.5). Cela souligne une absence de renforcement thermique. La proportion de fils orientés dans la direction de sollicitation a un effet sur le module tangent (Fig. 4a). La quantification de l'influence d'un seul fil sur le comportement mécanique du composite est importante, ce qui démontre l'intérêt de ces auto-renforcés. Avoir la contribution des quelques fils est un résultat marquant en vue de la construction d'une loi de comportement.

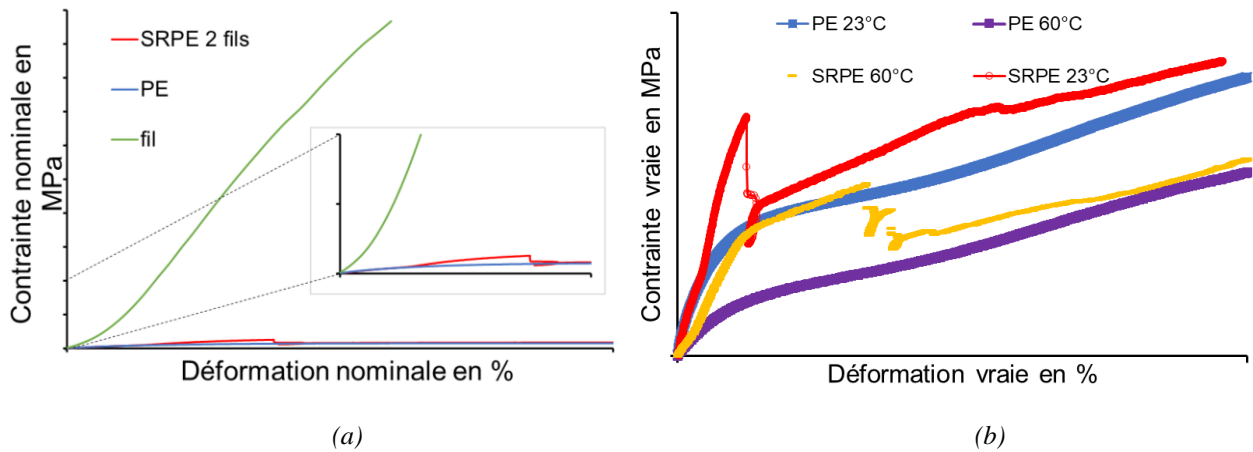


Fig. 3. (a) Comparaison des courbes contrainte nominale/déformation nominale obtenues pour lors d’essais de traction à température ambiante pour du fil, du composite renforcé de 2 fils dans la direction de sollicitation et de PE massif (matrice) - (b) Courbes contrainte vraie/déformation vraie d’essais de traction faits sur du PE massif et du SRPE (2 fils) à 23°C et à 60°C

3.3 Quantification de l’influence d’un fil

Comme vu dans le paragraphe précédent, la proportion de fils a un impact sur le module tangent, cet effet est en première approximation linéaire (Fig. 4a). Elle a aussi une influence sur la contrainte à rupture des fils du composite. Elle augmente quasi-linéairement en fonction de la fraction de fils (Fig. 4b). Les points ont été moyennés dès lors que plusieurs essais avaient été conduits. Cette tendance linéaire est aussi mise en avant par Deng et al. [27].

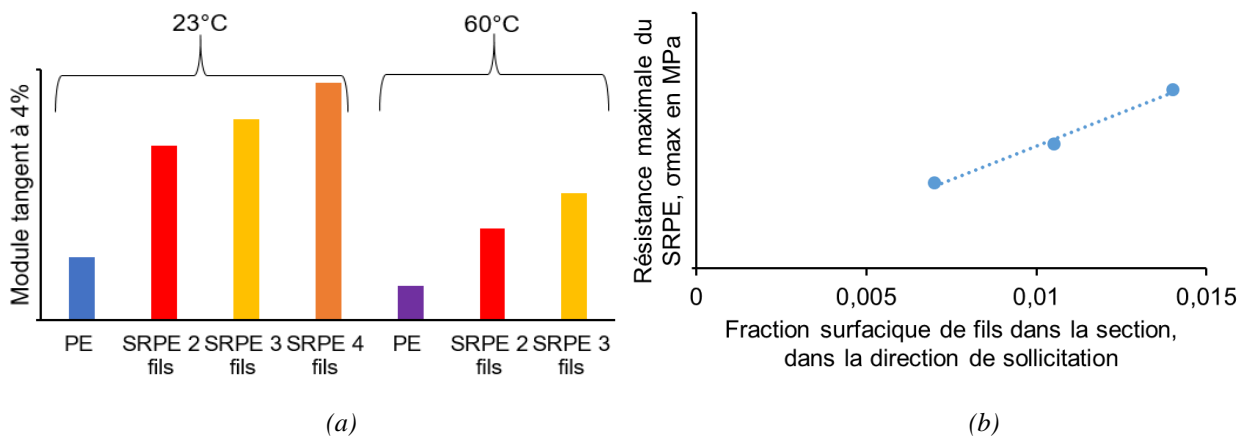


Fig. 4. (a) Comparaison des modules tangents à 4% de déformation vraie pour le PE massif et le SRPE, à température ambiante et à 60°C - (b) Résistance maximale en fonction de la fraction surfacique de fils dans la section, dans la direction de sollicitation

Le module sécant est aussi gouverné par la proportion de fibres (Fig. 5a). La nette influence du nombre de fils dans la direction de sollicitation est observable avec un écart croissant qui augmente avec la déformation. Cela permet de quantifier l’influence des fibres sur ‘l’écrouissage’ plastique.

Comme le comportement en traction d’un SRP se situe entre celui de la matrice isotrope et celui de la fibre, Hine et al. [13] et Ward et Hine [23], proposent une simple règle des mélanges pour prédire le module du composite dont le renfort est unidirectionnel ou lorsqu’il s’agit d’un tissé équilibré, pour des composites thermo-compactés.

La règle des mélanges est ici utilisée et permet de conjecturer le module tangent du composite à 0.5% via la relation suivante :

$$E_{T\text{SRPE}} = E_{T\text{PE}} * (1 - f_{SF}) + n * E_{T\text{fil}} * f_{SF} \quad (\text{Eq. 1})$$

avec $E_{T\text{PE}}$ le module tangent à 0.5% du PE isotrope, $E_{T\text{fil}}$ celui d'un fil seul, n le nombre de fils orientés dans la direction de sollicitation et f_{SF} la fraction surfacique de fils dans la section utile. Cette simple règle des mélanges permet de prédire avec un bon accord le module tangent du composite à 0.5% (Fig. 5b), entre 3 et 5% d'erreur, ce qui est acceptable par rapport aux incertitudes de mesures.

Du fait de la nature de l'interface des SRPE et des bénéfices apportés aux propriétés mécaniques, Quan et al. [7] estiment qu'une règle des mélanges peut permettre de calculer la contribution de la couche transcristalline et que l'apport de cette couche est plus grand d'un ordre de grandeur que la contribution de la matrice cristalline. A la vue des bonnes prédictions apportées par la règle des mélanges (Eq. 1), l'absence de couche transcristalline à l'interface dans le SRPE, suggérée par l'analyse des résultats en DSC, semble confirmée.

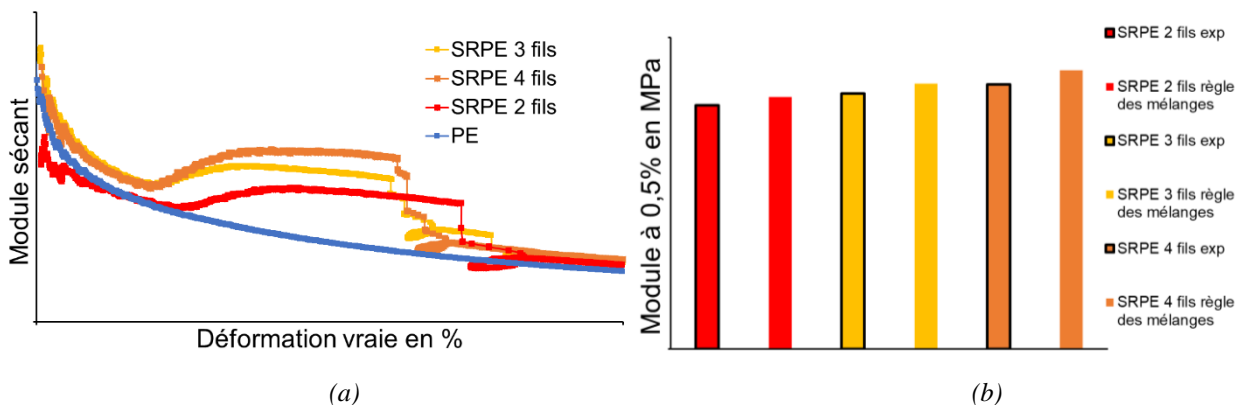


Fig. 5. (a) Modules sécants en fonction de la déformation vraie pour des échantillons de SRPE contenant 2, 3 et 4 fils et du PE isotrope, testés à 23°C - (b) Comparaison des modules tangent à 0.5% obtenus expérimentalement (résultats encadrés en noir) et à l'aide d'une règle des mélanges

4. Conclusion

Les analyses thermique et thermomécanique mettent en avant l'influence des renforts sur le comportement thermomécanique du SRPE. Une règle des mélanges prédit le module du SRPE étudié et ce, pour des renforts constitués de 2, 3 et 4 fils. Si le nouveau procédé développé par TOTAL RTF permet de mettre en œuvre des SRPE avec des propriétés intéressantes, une absence de couche transcristalline est remarquée. Une modification des paramètres du procédé peut être envisagée pour optimiser cette interface et améliorer la transmission de charge en début de courbe. Des observations microscopiques seules ou couplées avec des attaques chimiques pour mettre en évidence une partie du réseau cristallin pourraient être effectuées afin de compléter les analyses en DSC.

Références

- [1] E. Witten, V. Mathes, M. Sauer, et M. Kühnel, « Composites Market Report 2018, Market developments, trends, outlooks et challenges », nov. 2018.
- [2] N. J. Capiati et R. S. Porter, « The concept of one polymer composites modelled with high density polyethylene », *J. Mater. Sci.*, vol. 10, n° 10, p. 1671-1677, oct. 1975.
- [3] N. Cabrera, B. Alcock, J. Loos, et T. Peijs, « Processing of all-polypropylene composites for ultimate recyclability », *Proc. MECH E Part J. Mater. Appl.*, vol. 218, n° 2, p. 145-155, mai 2004.

- [4] T. Bárány, A. Izer, et A. Menyhárd, « Reprocessability et melting behaviour of self-reinforced composites based on PP homo et copolymers », *J. Therm. Anal. Calorim.*, vol. 101, n° 1, p. 255-263, juill. 2010.
- [5] J. Karger-Kocsis et T. Bárány, « Single-polymer composites (SPCs): Status et future trends », *Compos. Sci. Technol.*, vol. 92, p. 77-94, févr. 2014.
- [6] J. Loos, T. Schimanski, J. Hofman, T. Peijs, et P. J. Lemstra, « Morphological investigations of polypropylene single-fibre reinforced polypropylene model composites », *Polymer*, vol. 42, n° 8, p. 3827-3834, avr. 2001.
- [7] H. Quan, Z.-M. Li, M.-B. Yang, et R. Huang, « On transcrystallinity in semi-crystalline polymer composites », *Compos. Sci. Technol.*, vol. 65, n° 7, p. 999-1021, juin 2005.
- [8] N. D. Jordan, D. C. Bassett, R. H. Olley, P. J. Hine, et I. M. Ward, « The hot compaction behaviour of woven oriented polypropylene fibres et tapes. II. Morphology of cloths before et after compaction », *Polymer*, vol. 44, n° 4, p. 1133-1143, févr. 2003.
- [9] A. Izer, A. Stocchi, T. Bárány, V. Pettarin, C. Bernal, et T. Czigány, « Effect of the consolidation degree on the fracture et failure behavior of self-reinforced polypropylene composites as assessed by acoustic emission », *Polym. Eng. Sci.*, vol. 50, n° 11, p. 2106-2113, nov. 2010.
- [10] A. Teishev et G. Marom, « The effect of transcrystallinity on the transverse mechanical properties of single-polymer polyethylene composites », *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 56, n° 8, p. 959-966, 1995.
- [11] A. Teishev, S. Incardona, C. Migliaresi, et G. Marom, « Polyethylene fibers-polyethylene matrix composites: Preparation et physical properties », *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 50, n° 3, p. 503-512, oct. 1993.
- [12] C. Gao *et al.*, « Preparation et characterization of uniaxial poly(lactic acid)-based self-reinforced composites », *Compos. Sci. Technol.*, vol. 117, p. 392-397, sept. 2015.
- [13] P. J. Hine, I. M. Ward, N. D. Jordan, R. Olley, et D. C. Bassett, « The hot compaction behaviour of woven oriented polypropylene fibres et tapes. I. Mechanical properties », *Polymer*, vol. 44, n° 4, p. 1117-1131, févr. 2003.
- [14] P. Rojanapitayakorn, P. T. Mather, A. J. Goldberg, et R. A. Weiss, « Optically transparent self-reinforced poly(ethylene terephthalate) composites: molecular orientation et mechanical properties », *Polymer*, vol. 46, n° 3, p. 761-773, janv. 2005.
- [15] Á. Kmetty, T. Bárány, et J. Karger-Kocsis, « Self-reinforced polymeric materials: A review », *Prog. Polym. Sci.*, vol. 35, n° 10, p. 1288-1310, oct. 2010.
- [16] L. Li, X. Liu, X. Zhou, J. Hong, X. Zhuang, et X. Yan, « Mechanical properties of unidirectional continuous fiber self-reinforced polyethylene graded laminates », *Polym. Compos.*, vol. 36, n° 1, p. 128-137, janv. 2015.
- [17] P. Vecchione, D. Acierno, M. Abbate, et P. Russo, « Hot-compacted self reinforced polyamide 6 composite laminates », *Compos. Part B Eng.*, vol. 110, p. 39-45, févr. 2017.
- [18] R. J. Yan, P. J. Hine, I. M. Ward, R. H. Olley, et D. C. Bassett, « The hot compaction of SPECTRA gel-spun polyethylene fibre », *J. Mater. Sci.*, vol. 32, n° 18, p. 4821-4832, sept. 1997.
- [19] S. Kazemahvazi, C. Schneider, et V. S. Deshpete, « A constitutive model for self-reinforced ductile polymer composites », *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 71, p. 32-39, avr. 2015.
- [20] B. Alcock, N. O. Cabrera, N. M. Barkoula, et T. Peijs, « The effect of processing conditions on the mechanical properties et thermal stability of highly oriented PP tapes », *Eur. Polym. J.*, vol. 45, n° 10, p. 2878-2894, oct. 2009.
- [21] K. J. Kim, W.-R. Yu, et P. Harrison, « Optimum consolidation of self-reinforced polypropylene composite et its time-dependent deformation behavior », *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 39, n° 10, p. 1597-1605, oct. 2008.

- [22] S. A. Tabatabaei, Y. Swolfs, H. Wu, et S. V. Lomov, « Full-field strain measurements et meso-FE modelling of hybrid carbon/self-reinforced polypropylene », *Compos. Struct.*, vol. 132, p. 864-873, nov. 2015.
- [23] I. M. Ward et P. J. Hine, « The science et technology of hot compaction », *Polymer*, vol. 45, n° 5, p. 1413-1427, mars 2004.
- [24] C. Gao, L. Yu, H. Liu, et L. Chen, « Development of self-reinforced polymer composites », *Prog. Polym. Sci.*, vol. 37, n° 6, p. 767-780, juin 2012.
- [25] K. K. U. Stellbrink, G. Hausser, et R. Steegmuller, « One-Component Composites as Functionally Gradient Materials », *J. Thermoplast. Compos. Mater.*, vol. 12, n° 3, p. 188-200, mai 1999.
- [26] C. Schneider, S. Kazemahvazi, M. Åkermo, et D. Zenkert, « Compression et tensile properties of self-reinforced poly(ethylene terephthalate)-composites », *Polym. Test.*, vol. 32, n° 2, p. 221-230, avr. 2013.
- [27] M. Deng et S. W. Shalaby, « Properties of self-reinforced ultra-high-molecular-weight polyethylene composites », *Biomaterials*, vol. 18, n° 9, p. 645-655, janv. 1997.
- [28] C. M. Wu, P. C. Lin, et R. Murakami, « Long-term creep behavior of self-reinforced PET composites », *Express Polym. Lett.*, vol. 11, n° 10, p. 820-831, 2017.
- [29] S. Ratner, A. Weinberg, E. Wachtel, P. M. Moret, et G. Marom, « Phase Transitions in UHMWPE Fiber Compacts Studied by in situ Synchrotron Microbeam WAXS », *Macromol. Rapid Commun.*, vol. 25, n° 12, p. 1150-1154, juin 2004.
- [30] Y. K. Kwon, A. Boller, M. Pyda, et B. Wunderlich, « Melting et heat capacity of gel-spun, ultra-high molar mass polyethylene fibers », *Polymer*, vol. 41, n° 16, p. 6237-6249, juill. 2000.
- [31] J.-T. Yeh, S.-C. Lin, C.-W. Tu, K.-H. Hsie, et F.-C. Chang, « Investigation of the drawing mechanism of UHMWPE fibers », *J. Mater. Sci.*, vol. 43, n° 14, p. 4892-4900, juill. 2008.
- [32] F. v. Lacroix, J. Loos, et K. Schulte, « Morphological investigations of polyethylene fibre reinforced polyethylene », *Polymer*, vol. 40, n° 4, p. 843-847, févr. 1999.
- [33] M. Prox, B. Pomnimit, J. Varga, et G. W. Ehrenstein, « Thermoanalytical investigations of self-reinforced polyethylene », *J. Therm. Anal.*, vol. 36, n° 5, p. 1675-1684, mai 1990.