

**Université du 8 mai 1945 – Guelma**  
**Faculté des Sciences et de la Technologie**  
**Département de Génie Mécanique**



Mémoire de fin d'étude pour L'obtention  
de Diplôme de Master

Option : Construction Mécanique

Présenté par : HAMZA Loukmane

---

---

***Effet de l'interaction  
polyéthylène-pétrole brut sur  
l'énergie de rupture***

---

---

Sous la Direction de :  
Dr. HAMLAOUI Nacira

Année universitaire 2024/2025

## **REMERCIEMENTS**

Je voudrais remercier ALLAH d'abord pour m'avoir donné la force, la patience et l'endurance pour faire face aux nombreux obstacles et circonstances pour terminer cette mémoire.

Je voudrais présenter mes remerciements à mon encadreur **Dr. HAMLAOUI Nacira**. Je voudrais également témoigner ma gratitude pour sa patience et son soutien qui m'a été précieux afin de mener ce travail à bon port.

Je voudrais remercier le **Pr. Kamel CHAOUI**, Directeur du Laboratoire de Recherche Mécanique des Matériaux et Maintenance Industrielle (LR3MI) de l'Université Badri Mokhtar de Annaba, sans oublier tous les membres du Laboratoire.

Je tiens à remercier les techniciens de notre atelier.

Mes vifs remerciements s'adressent enfin au personnel du Département de Génie mécanique de L'Université de Guelma.

## REMERCIEMENTS

À celle qui a été mon refuge, mon soutien, mon exemple...  
À ma chère maman, je te dédie ce travail avec tout l'amour et la reconnaissance que je te porte. Merci pour tes prières, tes sacrifices, ton amour et ta force silencieuse qui m'a porté jusqu'ici. Rien n'aurait été possible sans toi., mon pilier et ma source d'inspiration éternelle.

À mes frères Salim, Nadir et Bilal, un immense merci à vous. Chacun de vous a été à sa manière un soutien précieux dans ce parcours. Salim, ta motivation et ton esprit combatif m'ont toujours inspiré. Nadir, merci pour ta sagesse et tes conseils qui m'ont souvent guidé. Bilal, ton humour, ta gentillesse et ta présence rassurante m'ont beaucoup aidé à garder le moral dans les moments difficiles. Merci à vous trois pour votre amour fraternel, vos encouragements sincères et votre présence constante.

Et un remerciement très spécial à ma petite sœur Hiba, tous nos remerciements et notre gratitude à la fleur de notre maison ton innocence, ton sourire et ta tendresse ont illuminé mes journées les plus difficiles. Ce travail est aussi pour toi.

À celle qui a volé mon cœur sans laisser d'empreintes, Je ne sais toujours pas si tu es une magicienne ou simplement une fille dont le sourire défie les lois de la gravité. à mon sourire dans les jours gris. Tu as toujours été mon seul soutien et le gardien de mes secrets. Je te présente cette œuvre en remerciement de ce que tu as fait pour moi.

A tout la famille HAMZA

A mes amis Nidal Tayeb Hossem Issam ossama (khali)  
Amine ....

Je veux ma remercier d'avoir cru en moi . d'avoir fait tout ce travail dur . n'avoir pas de jours de congé de ne jamais avoir arrêté je veux me remercier d'être juste moi tout le temps.

# TABLE DES MATIERES

## Introduction générale

Introduction générale .....	02
-----------------------------	----

## Chapitre I : Généralité sur les polymères

I.1. Introduction .....	05
I.2. Généralités sur les polymères .....	05
I.3. Types des polymères .....	06
I.3.1. Thermodurcissables .....	06
I.3.2. Elastomères .....	06
I.3.3. Thermoplastiques .....	07
I.4. Structure et morphologie du PE .....	08
I.5. Propriétés et utilisations .....	11
I.5.1. Le recyclage .....	11
I.5.2. La conduction .....	12
I.5.3. Utilisations .....	13
I.6. Les polyéthylènes .....	14
I.6.1. Définition .....	14
I.6.2. Structure et propriétés .....	14
I.6.3. Polyéthylènes haute densité (PEHD) .....	15
I.6.4. Propriétés des polyéthylènes .....	16
I.6.5. Caractéristiques mécanique du PEHD .....	16
I.6.6. Tubes en polyéthylènes .....	17
I.6.6.a. Spécification pour composition de base .....	17
I.6.6.b. Caractéristiques et classification .....	17
I.6.6.c. Extrusion de tubes .....	18
a) L'extrudeuse .....	19
b) La filière .....	20
c) Le refroidissement .....	21
d) Heritage .....	21
e) L'extrudat .....	21
I.6.6.d. Les produits obtenus .....	22
I.6.7. Principaux Propriétés du PEHD .....	22
I.6.8. Domaine d'utilisation .....	22

I.7. Description générale de PEHD .....	23
I.7.1. Propriétés .....	23
I.7.2. : Utilisation de PEHD .....	23
I.7.3. Production .....	23
I.7.4. Avantages et Inconvénients du PEHD .....	24
I.7.4.a. Avantages .....	24
I.7.4.b. Inconvénients.....	24
I.8. Etat de l'art .....	24
I.9. Conclusion.....	36
Références Bibliographiques .....	37
<b>Chapitre II</b>	
II.1. Introduction.....	40
II.2. Présentation du matériau étudié .....	40
II.2.1. Désignation.....	41
II.2.2. Notion de SDR .....	42
II.3. Préparation des éprouvettes de rupture .....	42
II.3.1. Equipements de tournage .....	43
II.3.2. Opération de découpage .....	45
II.3.3. Préparation des entailles .....	45
II.4. Caractérisation mécanique .....	46
II.5. Protocole et condition de vieillissement .....	47
II.6. Caractérisation de la surface des échantillons .....	49
II.7. Conclusion .....	50
Références Bibliographiques .....	51
<b>Chapitre III</b>	
III.1. Introduction .....	53
III.2. Résultats d'absorption et discussion.....	55
III.2.2. Méthode du travail essentiel de rupture ( $w_e$ ) .....	56
III.3. Résultats et discussions .....	58
III.4. L'influence du pétrole brut sur l'état de surface .....	66
III.4.1. Défauts de rugosité.....	66
III.5. Conclusion .....	69
Références Bibliographiques .....	70
<b>Conclusion générale</b>	

Conclusion générale .....	74
---------------------------	----

# LISTE DES FIGURES

## Chapitre I :

Figure I.1 : Structure d'un Thermodurcissable.....	06
Figure I.2 : structure d'un élastomère.....	07
Figure I.3 : Structure d'un thermoplastique linéaire.....	08
Figure I.4 : Microstructure d'un polyéthylène .....	09
Figure I.5 : Structure d'un polymère amorphe .....	10
Figure I.6 : sigles Ruban de Möbius pour quelques polymères.....	11
Figure I.7 : Utilisation de matières plastiques en Europe.....	13
Figure I.8 : Différents domaines d'utilisation du PEHD .....	15
Figure I.9 : Consommation de polyéthylène dans le monde .....	15
Figure I.10 : Matières premières PEHD pour extrusion de tubes.....	16
Figure I.11 : La ligne d'extrusion de tube polyéthylène.....	19
Figure I.12 : Extrudeuse mono vis.....	20
Figure I.13 : Sens, Géométrie et dimensions des éprouvettes DENT. ....	25
Figure I.14 : Courbes charge-déplacement pour différents ligaments. ....	25
Figure I.15 : Courbes charge-déplacement sélectionnées pour le calcul de EWF.....	26
Figure I.16 : l'évolution du travail spécifique total à la rupture en fonction de la longueur de ligament. ....	26
Figure I.17 : Exemple de procédures de pré-fissuration : (a) « coupe à droite » et (b) piqûre de la pointe de la lame en acier.....	27
Figure I.18 : Exemple de courbe charge-déplacement obtenue à partir d'un échantillon DENT produit avec un film de 0,2 mm d'épaisseur. Les flèches indiquent les différentes étapes de développement de la zone plastique et/ou de propagation des fissures, .....	27
Figure I.19 : Courbes de cinétique de gonflement des disques PE d'une épaisseur de (1) 5, (2) 10, (3) 15 et (4) 20 mm dans (a) ODCB et (b) OX. ....	29
Figure I.20 : (a) Courbes de contrainte-déformation de traction : (1) échantillons initiaux et de ceux gonflés à l'équilibre dans (2) ODCB et (3) OX. ....	30
Figure I.21 : Analyse gravimétrique : absorption du diesel en fonction du temps et de la température.....	33

Figure I.22: Courbes thermogravimétriques obtenues du PEHD vieilli à 20 °C pendant: a) 35 jours d’immersion, b) 84 jours d’immersion. ....	33
Figure I.23 : Courbes thermogravimétriques obtenues pour diesel et PEHD vieilli à 20 °C et 50°C.....	34
Figure I.24 : Opérations de prélèvement des couches.....	34
Figure I.25 : Comportement $\sigma$ – $\varepsilon$ pour le PEHD tel que reçu :	
(A) IL et (B) OL .....	35
Figure I.26 : Comportement $\sigma$ – $\varepsilon$ pour PEHD vieilli dans l’huile de frein : (A) IL et (B) OL.....	35
<b>Chapitre II :</b>	
Figure. II.1: Marquage d’un tube en HDPE pour le gaz. ....	42
Figure II.2: Présentation de tronçon en montage d’usinage sur tour SN 40. ...	43
Figure II.3: Disposition des enveloppes dans la paroi.....	44
Figure II.4: Opération de tournage du tube en HDPE-100: .....	44
Figure II. 5 : (a) Sens de prélèvement des éprouvettes de rupture. (b) Forme et dimensions des éprouvettes DENT. ....	45
Figure II. 6: Dispositif pour la découpe des éprouvettes DENT. ....	45
Figure II.7: Fraiseuse type ALMO .....	46
Figure II.8: Réalisation des entailles. ....	46
Figure II.9: Banc d’essais. ....	47
Figure II.10: Eprouvettes de sorption.....	48
Figure II.11: Spécimens émergés dans le pétrole brut pour tests de sorption. ....	48
Figure II.12: Balance utilisée pour les poids des éprouvettes. ....	49
Figure II.13: Rugosimètre GOYOJO model TR200. ....	50
<b>Chapitre III :</b>	
Figure III.1: Schéma de la démarche expérimentale. ....	54
Figure III.2: Variation du % de poids en fonction du temps pour le HDPE exposé au pétrole brut pour 15 jours. ....	56
Figure III.3: Eprouvette DENT (Double-edged notched tension) avec deux zones de dissipation d’énergie. ....	57
Figure III.4: Courbes charges-déplacements jusqu’à rupture sans vieillissement pour $V= 10$ mm/mn, a) couche extérieure et b) couche intérieure.....	60
Figure III.5: Courbes charges-déplacements jusqu’à rupture vieilles dans le pétrole brut pendant 15 jours .....	61

Figure III.6: Principe de calcul de l'énergie : l'aire sous la courbe force-déplacement, cas de la couche intérieure. ....	61
Figure III.7: Travail spécifique de rupture ( $w_f$ ) en fonction du ligament ( $l$ ), cas de la couche intérieure sans vieillissement.....	62
Figure III.8: Courbe de déformation charge-allongement du PEHD. ....	64
Figure III.9: Observations de la propagation de la fissure sur une éprouvette lors d'un essai de traction. ....	65
Figure III.10: Représentation des rugosités.....	67
Figure III.11: Variation de des critères de la rugosité pour les deux couches à l'état brut.....	68
Figure III.12: Variation des critères de la rugosité pour les deux couches exposées pendant 15 jours au pétrole brut.....	69

# LISTE DES TABLEAUX

## Chapitre I

Tableau.1.1 : taux de cristallinité X (%) de quelques thermoplastiques Semi-cristallins.....	10
Tableau I.2: Principales propriétés du PEHD.....	17
Tableau I.3 : Composition de base. ....	17
Tableau I.4. Classification de la résine. ....	18
Tableau I.5 : Valeurs des températures d'extrusion. ....	20
Tableau. I.6 : Quelques propriétés d'un polyéthylène à haute densité. PEHD (à température ambiante) .....	23
Tableau. I.7. Production de polyéthylène à haute densité (PEHD)en 2003, de quelques pays (en milliers de tonnes).....	24
Tableau I.8 : Récapitule les résultats trouvés .....	28
Tableau I.9 : Caractéristiques mécaniques des échantillons de PE brut et gonflés .....	31

## Chapitre II :

Tableau II.1: Propriétés des tubes en HDPE .....	41
--	----

## Chapitre III :

Tableau III.1: Valeurs des résultats trouvées du PEHD 100.....	62
--	----

## Resume

Dans ce travail de recherche on a étudié l'effet de pétrole brut sur l'énergie de rupture d'un tube en HDPE vierge, immergé pour 15 jours, dans les conditions du laboratoire. L'approche du travail essentiel a été adaptée pour calculer  $w_e$  sur la base d'une géométrie DENT. Les résultats obtenus montrent que l'effet des hétérogénéités et le pétrole brut est remarquable sur les propriétés mécaniques. L'étude du gain en masse du HDPE dans pétrole, on a constaté que la couche extérieure est la plus absorbante par rapport à la couche intérieure. Concernant l'état de surface se dégrade en fonction du temps.

**Mots clés:** Polyéthylène, Tube, Couche, pétrole brut, EWF, Energie de rupture.

## Abstract :

In this research work, we studied the effect of crude oil on the fracture energy of a virgin HDPE tube, immersed for 15 days under laboratory conditions. The essential work of fracture (EWF) approach was applied to calculate the fracture energy using a DENT geometry. The results obtained show that the impact of heterogeneities and crude oil is significant on the mechanical properties. The study of mass gain in HDPE immersed in oil revealed that the outer layer absorbs more than the inner layer. Regarding the surface condition, it deteriorates over time.

**Keywords:** Polyethylene, Pipe, Layer, Crude oil, EWF, Fracture energy.

## المخلص

في هذا العمل البحثي، تمت دراسة تأثير النفط الخام على طاقة الكسر لأنبوب من البولي إيثيلين عالي الكثافة جديد، بعد غمره لمدة 15 يومًا في ظروف مخبرية. تم اعتماد منهجية العمل الأساسي للكسر لحساب طاقة الكسر باستخدام العينات (DENT). أظهرت النتائج أن تأثير التباينات و النفط الخام واضح بشكل كبير على الخواص الميكانيكية. ومن خلال دراسة الزيادة في الكتلة لأنبوب HDPE المغمور في النفط، تبين أن الطبقة الخارجية تمتص أكثر من الطبقة الداخلية. أما حالة السطح، فإنها تتدهور مع مرور الوقت.

**الكلمات المفتاحية :** البولي إيثيلين، الأنبوب، الطبقات، النفط الخام، العمل الأساسي للكسر، طاقة الكسر.

# **Introduction**

## **générale**

---

## Introduction générale :

Le polyéthylène haute densité (PEHD) c'est un polymère disponible et le plus utilise dans l'industrie de nos jours, car ces propriétés mécaniques, physiques et son faible coût de production font de lui un polymère de choix. De nos jours, l'utilisation des tubes en polyéthylène de haute densité (PEHD) domine considérablement les différents secteurs de transport de fluides. Cette résine (PE) est le polymère le plus courant et est largement utilisée pour la fabrication de conteneurs, de réservoirs et de tube pour le stockage et le transport du pétrole, des produits de raffinage du pétrole, des carburants et des liquides agressifs, y compris les solvants organiques. Le PE est connu pour être insoluble dans tout solvant à température ambiante, bien qu'il puisse gonfler dans certains solvants. Mais les polymères peuvent également voir leurs propriétés se détériorer lorsqu'ils sont exposés à des environnements agressifs, tels que ceux rencontrés pour les dérivés du gaz et du pétrole. Les interactions entre les plastiques et les produits chimiques offrent de nombreux exemples illustrant leur diversité. Par exemple, les acides exercent une influence sur le polyéthylène (PE), entraînant des altérations significatives dans les caractéristiques mécaniques. Il est essentiel de considérer ces interactions lors du travail avec des plastiques, car l'exposition aux produits chimiques peut avoir un impact significatif sur leurs propriétés.

L'objectif de ce travail est d'évaluer expérimentalement l'énergie de rupture en termes de travail essentiel rupture (EWF), d'un tube en polyéthylène de haute densité PEHD expose au pétrole brut pour une courte durée. Ainsi que l'absorption et l'état de surface. Ce mémoire est composé de trois chapitres :

Le premier chapitre présente une étude bibliographique sur les différents polymères étant la résine mère du polyéthylène: une brève définition, la polymérisation, la mise en œuvre, et à l'étude des polyéthylènes haute densité et les tubes en PEHD et à l'état de l'art des travaux essentiels sur les modes de rupture des tubes en HDPE-100.

Le deuxième chapitre est consacré à la présentation des moyens et méthodes expérimentales mises pour la réalisation de ce travail.

Le troisième chapitre est un travail expérimental réservé aux essais effectués ainsi que les résultats obtenus avec leurs discussions.

---

Et finalement vient la présentation de la conclusion générale.

**Chapitre I:**  
**Etude**  
**bibliographique**

## **I.1. Introduction :**

Un polymère est un matériau constitué de macromolécules formées par la répétition d'unités structurales similaires, reliées entre elles en longues chaînes. On distingue généralement trois grandes familles de polymères : naturels, synthétiques et semi-synthétiques. Parmi les polymères synthétiques les plus répandus figure le polyéthylène, notamment dans sa forme à haute densité (PEHD), largement utilisé dans les systèmes de canalisation. Ce matériau est généralement obtenu par extrusion et se caractérise par sa robustesse et sa résistance à la pression. Au fil des décennies, l'usage des tubes en PEHD s'est considérablement accru dans divers domaines, notamment pour le transport de l'eau et du gaz, où ils sont employés avec succès depuis plus de 50 ans. Le polyéthylène (PE) représente l'un des polymères les plus utilisés à l'échelle mondiale, notamment dans les domaines de l'emballage, de la distribution des fluides et de l'isolation électrique. Il existe sous différentes formes (LDPE, HDPE, LLDPE). Ces caractéristiques expliquent pourquoi le PE domine en volume les polymères utilisés pour la fabrication de films d'emballage, de sacs, de bouteilles, de canalisations, d'équipements médicaux, de composants automobiles et d'applications techniques avancées.

L'étude du comportement et des caractéristiques de ce matériau demeure un sujet d'investigation actif. En effet, son emploi dans des conditions d'utilisation de plus en plus exigeantes nécessite une compréhension approfondie des mécanismes physiques impliqués sous sollicitations thermiques ou mécaniques. Les propriétés mécaniques des structures tubulaires en HDPE ont fait l'objet de plusieurs travaux touchant différents aspects, tels que la variation des propriétés physiques et mécaniques en relation avec la structure moléculaire, les mécanismes de rupture et les effets néfastes d'environnements agressifs [5].

## **I.2. Généralités sur les polymères :**

Un polymère est constitué de macromolécules, elles même sont constituées d'une chaîne de monomères.

On distingue les homopolymères constitués de répétition d'une unique structure Moléculaire et les copolymères constitués d'une répétition de plusieurs

structures différentes ; (la plupart des polymères sont élaborés à partir d'un ou deux types de monomères seulement).

### **I.3. Types des polymères :**

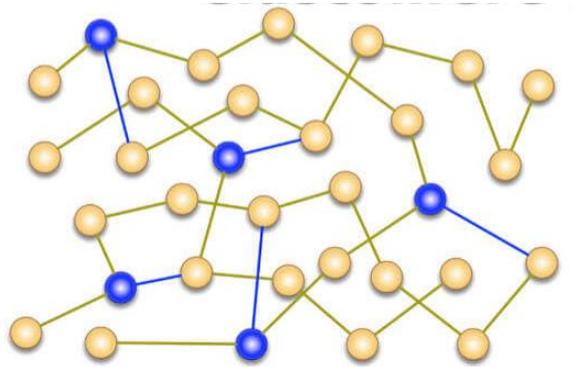
Les polymères sont divisés en trois parties, suivant des différences de structures macromoléculaires aboutissant à des différences importantes dans les propriétés thermomécaniques :

#### ***I.3.1. Thermodurcissables :***

Les molécules de ces polymères sont formées de longues chaînes liées par des liaisons chimiques fortes et des forces physiques. À température ambiante, ils sont rigides. Sous l'effet de la chaleur, seules les liaisons physiques se rompent, les liaisons chimiques restant stables.

Il y a environ six familles de produits : Phénoplastes, Aminoplastes, Epoxydes, Polyesters insaturés, Polyamides et polyuréthanes.

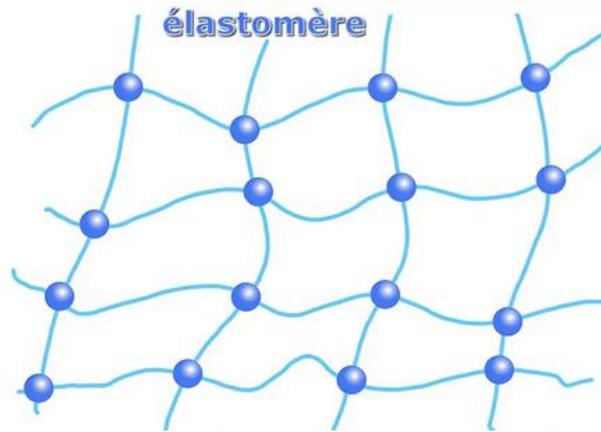
Ils sont appelés ainsi, car une fois leurs formes acquises, elles ne peuvent être modifiées. Parmi les thermodurcissables, on peut citer : résines phénoliques (PF), résines de polyester (UP), résines époxydes (EP) et résines de polyuréthane (PUR).



**Figure I.1 :** Structure d'un Thermodurcissable [1].

#### ***I.3.2. Elastomères :***

Les élastomères sont des matériaux partiellement réticulés, avec un faible degré de réticulation comparé aux thermodurcissables. Les liaisons entre les chaînes (pontages) permettent aux macromolécules de retrouver leur forme initiale, plus ou moins rapidement, après une déformation sous contrainte – ce qui constitue leur propriété essentielle.

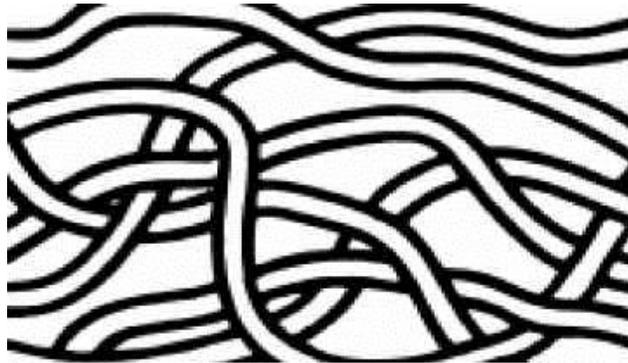


**Figure I.2 :** structure d'un élastomère [2].

Les macromolécules sont reliées par des liaisons chimiques, renforcées par des forces de cohésion physiques et des enchevêtrements moléculaires. On distingue principalement trois grandes familles de produits : les caoutchoucs naturels, les polybutadiènes et les silicones. Parmi les principaux élastomères figurent les silicones (SI), les résines de polyuréthane (PUR), le caoutchouc butyle (IIR), le caoutchouc terpolymère (EPDM) et le polyéthylène chlorosulfoné (CSM). Ces matériaux sont utilisés dans la fabrication de coussins, d'isolants, de semelles de chaussures et de pneus.

### ***1.3.3. Thermoplastiques :***

Comme son nom l'indique, le matériau devient malléable sous l'effet de la chaleur. Le polymère est composé de macromolécules linéaires ou ramifiées, liées entre elles par des interactions physiques. À température ambiante, il est solide, mais lorsqu'il est chauffé, l'énergie thermique surmonte les forces intermoléculaires, permettant aux chaînes de glisser les unes sur les autres. Le polymère se ramollit, devient déformable et peut être mis en forme. Après refroidissement, la forme acquise est conservée. Ce processus est réversible : à chaque réchauffement, le matériau retrouve sa malléabilité. Cette propriété, propre aux polymères thermoplastiques, permet leur recyclage.



**Figure I.3 :** Structure d'un thermoplastique linéaire [8].

La sphéricité naît à partir d'un centre nucléon d'où croissent radialement les lamelles ; cette dernière n'est pas entièrement cristalline, Les parties non cristallines, constituées des chaînes ou portions de chaînes à l'état amorphe.

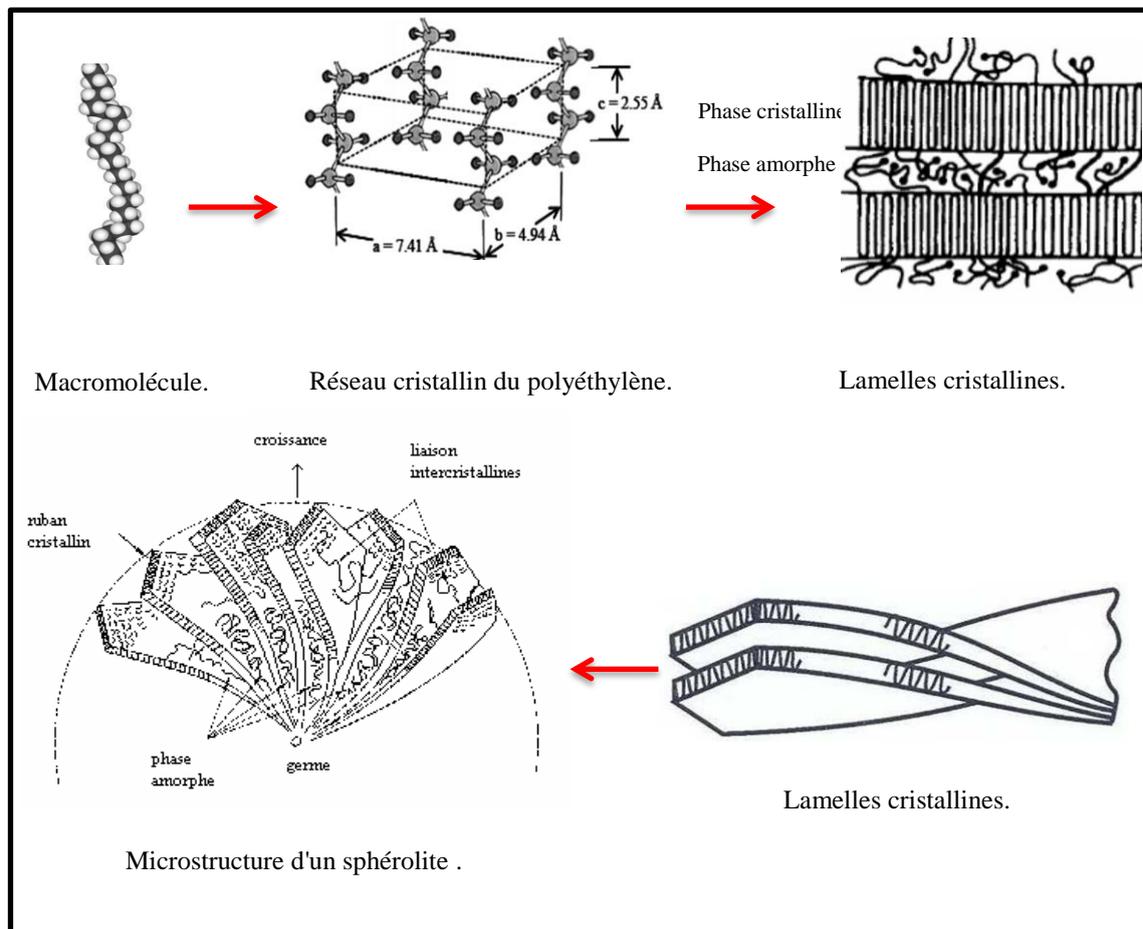
#### **I.4. Structure et morphologie du PE :**

L'objectif de ce paragraphe est de définir et de décrire les différents éléments formant la microstructure du PE. La morphologie des polymères semi-cristallins est très complexe, elle s'organise sur plusieurs échelles (microscopique, mésoscopique et macroscopique); comme le polyéthylène présente au moins deux phases différentes: la phase amorphe et la phase cristalline. Elle est analysée à plusieurs échelles, de la chaîne macromoléculaire aux sphérolites.

A l'échelle de l'Angström, le cristal peut être défini par sa maille cristalline et son motif. Le réseau cristallin est constitué de mailles élémentaires dont la dimension peut atteindre  $10^{-10}$  m..

-A l'échelle nanoscopique, les chaînes se replient sur elles-mêmes et peuvent ainsi participer à l'édification de lamelles. L'épaisseur des lamelles cristallines, déterminée par diffraction des rayons X aux petits angles, est comprise entre 10 et 30 nm dans le cas du polyéthylène. Les lamelles amorphes et cristallines sont organisées sous forme d'empilements lamellaires.

-A l'échelle mésoscopique, le polymère est organisé sous forme d'empilements lamellaires, pour le PEHD se sont des sphérolites [5].



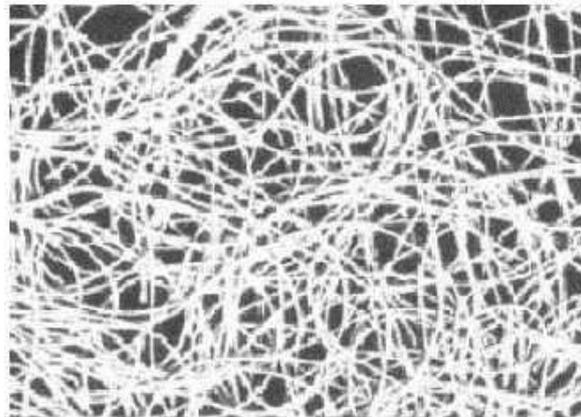
**Figure I.4 :** Microstructure d'un polyéthylène [15].

Le taux de cristallinité  $X$  (la proportion de phase cristalline, fraction de la masse du polymère se trouvant à l'état cristallin) donne l'importance de la structure cristalline dans l'ensemble de la matière. Le tableau 01 représente l'intervalle du taux de cristallinité  $X$  de quelques polymères semi-cristallins.

**Tableau.I.1** : Taux de cristallinité X (%) de quelques thermoplastiques Semi-cristallins. (D'après B. Wienerlis 1973) [3].

Polymère	X (%)
Polyamide (PA66)	35- 40
Polyamide (PA6)	35- 40
Poly (oxymethylene)	70- 80
Poly (terephthalate)	30- 40
Poly (terephthalate de	40- 50
Polytetraphluorethylene	60 -80
Polyéthylène haute density	70- 80
Polyéthylène (base density) (PEBD)	45- 55

Il existe également des thermoplastiques sans phase cristalline, ils sont dits amorphes, les matières thermodurcissables et les élastomères à quelques exceptions près sont également amorphes.



**Figure I.5** : Structure d'un polymère amorphe[16].

À basse température, les polymères amorphes se présentent à l'état solide et se distinguent par l'absence d'organisation ordonnée des monomères à longue distance. Ils peuvent être assimilés à des liquides dont les mouvements moléculaires sont figés, tout en conservant une structure désordonnée typique de l'état liquide.

La classification classique en trois grandes familles élastomères, thermodurcissables et thermoplastiques reste toutefois relativement arbitraire. Certains matériaux, comme les polyuréthanes, peuvent exister sous forme

d'élastomères ou de thermodurcissables. De plus, une catégorie intermédiaire, appelée élastomères thermoplastiques, présente des propriétés à mi-chemin entre celles des thermoplastiques et des élastomères.

### I.5. Propriétés et utilisations :

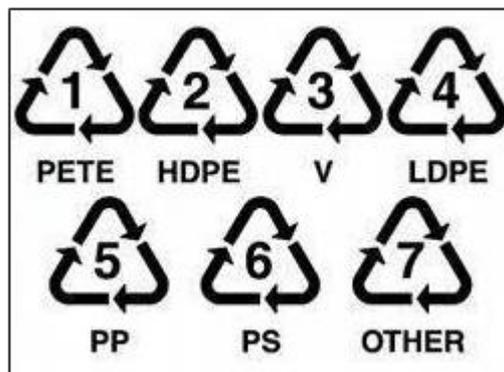
On donne ci-après quelques propriétés des matières plastiques et leurs applications dans notre vie quotidienne :

#### I.5.1. Le recyclage :

Les thermoplastiques se distinguent par leurs propriétés de recyclage. Ils ont la possibilité de conserver leurs propriétés plastiques contrairement aux thermodurcissables et les élastomères. Chacune de ces trois flèches se trouvent dans cette figure ont des significations [4].

- La première : symbolise la collecte des matériaux usés.
- La seconde : la réutilisation et la production de nouveaux produits grâce aux rebuts.
- La troisième : reconnaît le rôle important du consommateur qui réclame de plus en plus des produits recyclés.

On trouve généralement un nombre entre ces trois flèches :



**Figure I.6 :** sigles Ruban de Möbius pour quelques polymères.

Ce système de codage peut être utilisé pour identifier les plastiques lorsqu'ils sont triés manuellement.

Le recyclage des plastiques est un moyen de protection de l'environnement, et ce par la réduction de déchets. Étant une dérivée du pétrole la réduction du plastique et ses déchets représentent un intérêt environnemental et économique, sachant que le recyclage d'une tonne de plastique équivaut à une économie de 700 Kg de pétrole brut [6] Les produits fabriqués à partir de plastiques recyclés

trouvent des applications variées, allant des tuyaux de drainage aux cassettes audio et vidéo, en passant par les casques de vélo. Certaines entreprises, comme IBM, ont même relevé le défi de concevoir des ordinateurs en plastique recyclé.

### ***1.5.2. La conduction :***

Comme nous l'avons cité précédemment les matériaux plastiques sont des isolants thermiques et électriques, la conductivité thermique d'un polymère est mille fois plus faible que celle du cuivre et cent fois plus faible que celle de l'acier, elle se situe entre 0,15 et 0,30 W/mW [7], qui est proche de celle du bois. Il en résulte les conséquences suivantes :

Il faut 1000 s pour chauffer, ou refroidir 1 cm de polymère alors qu'il ne faut que 10 s pour effectuer la même opération sur 1 cm d'acier. Ceci explique que tous les outillages de mise en forme des polymères réalisent la plastification du matériau en couche mince. Il en résulte que la plupart des objets fabriqués en polymère sont de faible épaisseur (quelques millimètres).

-La fabrication d'objets de plus forte épaisseur, par exemple des isolations pour câbles de haute énergie, est possible mais requiert des temps de refroidissement très élevés, donne des cadences de fabrication faibles qui ne se justifient que par les propriétés finales recherchées.

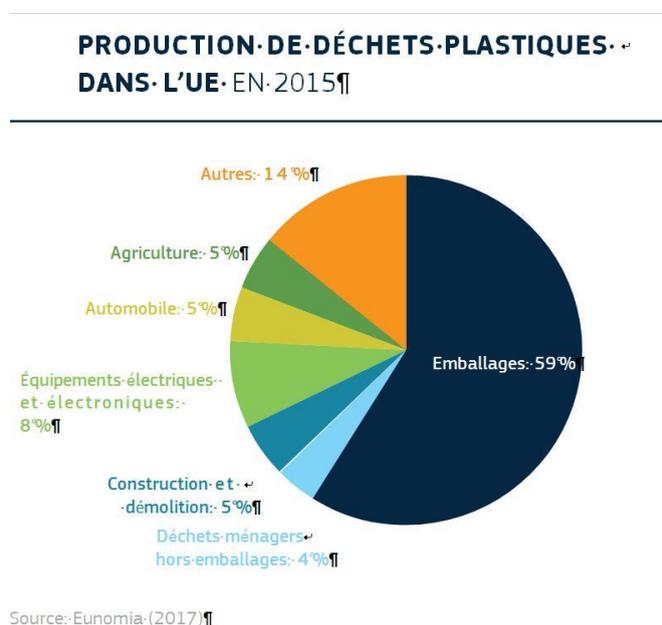
-La température d'interface entre un polymère à 200°C et un moule d'injection à 20°C sera de 4013 : la régulation thermique du moule impose la solidification du polymère dès qu'il est au contact des parois métalliques.

-La température d'interface entre un polymère à 200°C et un bac d'eau à 20°C sera de 50°C : un film ou une fibre de polymère se solidifiera en surface dès son entrée dans un bac d'eau. En revanche, la température d'interface entre un polymère à 200°C et l'air à 20°C sera de 199°C : il sera donc possible d'étirer un fil ou un film dans l'air sur des distances importantes.

- La puissance dissipée sera dans bon nombre de procédés très supérieure à la chaleur apportée, ou enlevée, par conduction depuis l'outillage. Il sera donc souvent illusoire et économiquement non fondé de vouloir contrôler la température du polymère fondu en contrôlant la température de régulation de l'outillage [7].

### I.5.3. Utilisations :

L'utilisation des matières plastiques connaît une expansion constante. Depuis 1950, la production et la consommation mondiales de plastiques enregistrent une croissance moyenne annuelle d'environ 9 %. La production mondiale est ainsi passée de 1,5 million de tonnes en 1950 à près de 260 millions de tonnes en 2007. L'Europe contribue à hauteur de 25 % à cette production globale, soit environ 65 millions de tonnes par an, dont près de 40 % sont assurés par l'Allemagne et l'Italie. En Suisse, la demande annuelle en plastiques transformés s'élève à environ 900 000 tonnes, contre 12,2 millions de tonnes pour l'Allemagne.



**Figure I.7 :** Utilisation de matières plastiques en Europe.

L'emballage est le premier secteur d'application des matières plastiques, suivi par l'équipement électrique et électronique (E&E). Après les autres applications comme industrie automobile comprennent notamment la médecine et les loisirs. Ces pourcentages sont calculés sur la base d'une demande représentant environ 52,5 millions de tonnes de plastiques (2015), constituée principalement des cinq familles de plastiques présentées en introduction (PE, PP, PVC, PS, PET).

## **I.6. Les polyéthylènes :**

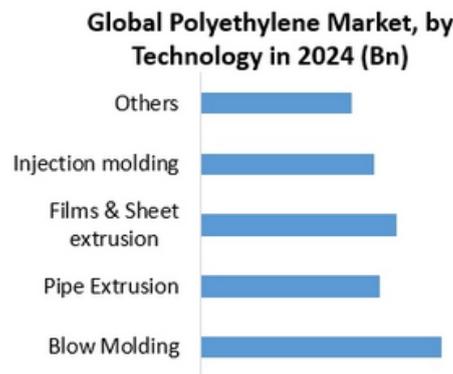
### ***I.6.1. Définition :***

Le polyéthylène est un polymère thermoplastique, de molécule  $C_2H_4$ , représentant une longue chaîne d'atomes de carbone. Parfois les atomes de carbone au lieu d'être liés à des atomes d'hydrogène, ils sont liés à de longues chaînes de polyéthylène, appelé polyéthylène ramifié, ou polyéthylène basse densité (PEBD). Ces polyéthylènes sont des polymères à branches longues et courtes fabriqués par amorçage radicalaire avec les procédés haute pression, de masse volumique : 0,910 à 0,935 g/cm<sup>3</sup> [10], L'absence de ramification mène au polyéthylène linéaire, dit de haute densité (PEHD). Les polyéthylènes sont issus de la polymérisation d'éthylène gazeux et peuvent être de natures différentes suivant les modes de synthèse. Divers procédés sont utilisables pour cette polymérisation, parmi lesquelles nous citerons : la déshydratation de l'alcool éthylique sur de l'alumine, l'hydrogénation de l'acétylène, le cracking des hydrocarbures aliphatiques et les gaz naturels. L'éthylène doit être soigneusement purifié, pour donner lieu à une croissance saine de la chaîne.

### ***I.6.2. Structure et propriétés :***

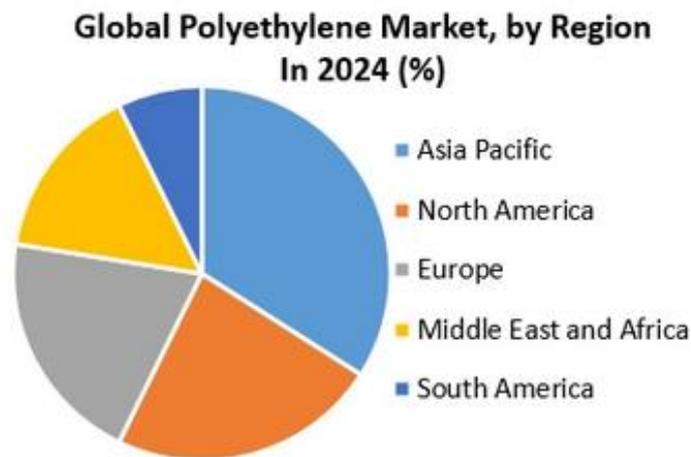
Les polyéthylènes (PE) possèdent l'une des structures chimiques les plus simples de tous les polymères, Ce sont des matériaux thermoplastiques semi cristallins qui représentent un enchainement de groupe (-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-) [3], Ils sont obtenus par polymérisation d'éthylène gazeux. Déshydratation de l'alcool éthylique sur l'alumine, l'hydrogénation de l'acétylène et le cracking des hydrocarbures aliphatiques se trouvant dans le naphta (pétrole brut) et les gaz naturels. Cette dernière s'effectue à haute température, vers 800°C. L'éthylène doit être soigneusement purifié, pour le débarrasser de diverses impuretés gazeuses comme : CO, CO<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, NH<sub>3</sub>, S... qui pourraient jouer le rôle d'inhibiteurs de polymérisation, en rompant les chaînes de polymère, au fur et à mesure de leur formation.

C'est le plastique le plus courant qui représente plus de 34 % du marché mondial des plastiques. La figure I.2 montre la place des produits en polyéthylène dans le marché mondiale.



**Figure I.8 :** Différents domaines d'utilisation du PEHD.

Dans la figure suivante, nous verrons un graphique que représente la consommation de polyéthylène mondiale en 2024.



**Figure I.9 :** Consommation de polyéthylène dans le monde.

### ***1.6.3. Polyéthylènes haute densité (PEHD) :***

Le polyéthylène haute densité (PEHD), issu de la polymérisation du monomère éthylène ( $C_2H_4$ ), appartient à la famille des thermoplastiques et se distingue par un rapport résistance mécanique / densité particulièrement élevé. Ce polymère présente une structure essentiellement linéaire, caractérisée par un faible degré de ramification, ce qui permet un empilement dense des chaînes macromoléculaires. Cette configuration moléculaire favorise le développement de forces intermoléculaires significatives, conférant au matériau une forte cristallinité ainsi qu'une densité accrue.

Le PEHD se distingue également par un point de fusion relativement élevé comparativement à d'autres polymères thermoplastiques, ce qui élargit son domaine d'applications industrielles, allant de la fabrication de tuyauteries sous pression jusqu'à la production d'emballages rigides tels que les contenants de stockage.

Bien qu'il soit largement maîtrisé à l'échelle industrielle, le mécanisme réactionnel précis de sa synthèse demeure encore, à certains égards, objet de recherches approfondies, notamment en ce qui concerne les dynamiques de croissance des chaînes et le contrôle de la cristallinité.

Sur le plan économique, le PEHD constitue l'un des plastiques les plus répandus à l'échelle mondiale, représentant plus de 34 % du marché global des polymères thermoplastiques. [5].



**Figure I.10 :** Matières premières PEHD pour extrusion de tubes.

#### ***1.6.4. Propriétés des polyéthylènes :***

Elles dépendent de ses paramètres structuraux comme la cristallinité, la masse volumique et la distribution des masses molaires, de la conception de la pièce, des conditions de mise en œuvre et des conditions d'utilisation comme le type et la durée des contraintes, ainsi que de la température. Le tableau 1 regroupe l'influence des paramètres structuraux sur les propriétés mécaniques du PEHD.

#### ***1.6.5. Caractéristiques mécanique du PEHD :***

Les caractéristiques mécaniques de PEHD sont décrites sous forme d'un tableau :

**Tableau I.2:** Principales propriétés du PEHD.

Propriétés	Unités	PEHD
Masse volumique	g. cm <sup>-3</sup>	0.945 a 0.970
Cristallinité	%	60 a 80
Température de fusion	°C	118 a 146
Température de transition vitreuse	°C	-125 a -120
Contrainte à la rupture	MPa	26 a 40
Allongement à rupture	%	20 a 1000
Limite élastique	MPa	13 a 27

**I.6.6. Tubes en polyéthylènes :****I.6.6.a. Spécification pour composition de base :**

Le tableau 3 regroupe quelques Valeurs de composition de base pour les tubes en polyéthylènes.

**Tableau I.3 :** Composition de base.

Caractéristiques	Spécifications	Paramètres d'essais	Méthodes d'essais
Teneur en matière Volatile	350mg/kg		NFEN 12099
Teneur en noir de Carbone	2.0 a 2.6 en masse		ISO 6964 ou NFT51-140
Dispersion du noir De carbone	3		ISO11420 ou NFT51-142
Tenue aux Composants des gas	20 h	80°C, 2MPa	NF-T54-065

**I.6.6.b. Caractéristiques et classification :**

Les tubes polyéthylènes sont caractérisés par :

- La classification de la résine : PE 40 - 63 - 80 - 100.
- La pression nominale.
- Le SDR : Diamètre extérieur / Epaisseur.

La NIRS (Minimal Required Strength) ou contrainte minimale requise, d'où est issue la Classification des résines en PE tableau 4 L'appellation retenue par la

future norme européenne donne à la fois la MRS de la résine et la " résistance hydrostatique à long terme ", En tenant compte du coefficient de sécurité fixe à 1,25. Les canalisations en polyéthylène se classent selon la MRS de la résine utilisée Pour leur fabrication. Des normes d'utilisation axent le cadre conventionnel des Comparaisons entre plusieurs résines PE sur une durée de 50 ans à une température de 20° C. D'une façon générale, la tenue d'une canalisation est fonction de sa durée et de sa température d'initialisation.

**Tableau I.4.** Classification de la résine.

Classification resine (Selon ISO)	Contrainte minimale requis (MRS)	Resistance hydrostatique à long terme (à 20° C)
PE 100	10.0 MPa	8.0 MPa
PE80	8.0 MPa	6.3 MPa
PE63	6.3 MPa	5.0 MPa
PE40	4.0 MPa	3.2 MPa
PE32	3.2 MPa	2.5 MPa

#### ***1.6.6.c. Extrusion de tubes :***

L'extrusion est le procédé le plus utilisé pour la mise en forme des polymères, et en particulier les thermoplastiques. Cette opération a pour objet la transformation de la matière thermoplastique en une masse visqueuse homogène, susceptible de s'écouler à débit constant à travers une filière, sous l'effet d'une Pression pour fabriquer des produits finis ou des semi- produits (films, plaques, tubes, profiles, isolations de câbles...).

Les principaux problèmes rencontrés lors de l'extrusion de tubes sont les difficultés liées à :

L'obtention d'une épaisseur homogène sur toute la périphérie du tube ; et le contrôle de la température pour éviter tout échauffement préjudiciable à la qualité du produit [4] La ligne d'extrusion est globalement constituée de 4 zones

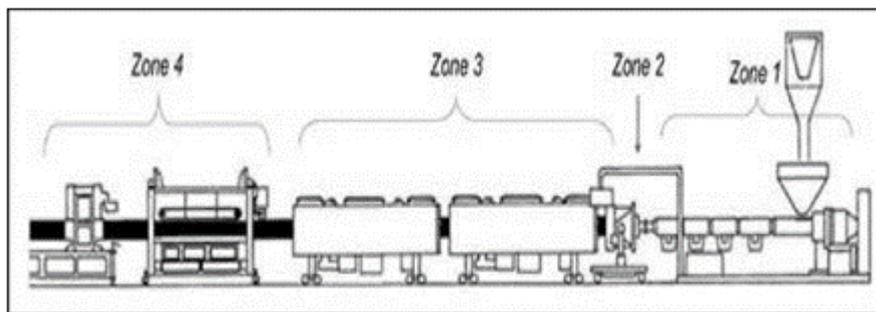
suivantes :

-Zone 1 : l'extrudeuse ou boudineuse qui consiste à fondre les granules de polyéthylène à température de 230°C qui donne une pâte et le pousse à travers la zone suivante.

-Zone 2 : Tête d'extrusion qui met la matière fondue sous forme de tube.

-Zone 3 : pour les bacs de calibrage et de refroidissement, Le tube y est calibré en diamètre extérieur et en épaisseur. Il transite dans une enceinte de refroidissement par circulation ou aspersion d'eau.

-Zone 4 : Les périphériques consistent à faire sur le tube un marquage ou tirage de repérage situé tous les mètres et dépose la peinture par jet d'encre puis découper la.



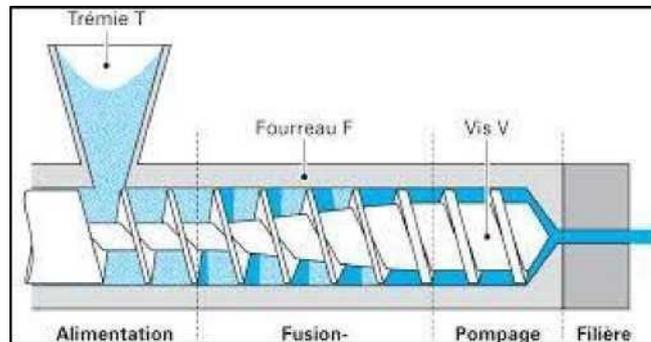
**Figure I.11** : La ligne d'extrusion de tube polyéthylène.

**a) L'extrudeuse :**

La machine est alimentée en matière pulvérulente par une trémie (1). L'extrudeuse mono vis (2), dans laquelle une vis de type Archimède tourne à l'intérieur d'un fourreau cylindrique, ce dernier est généralement muni de colliers chauffants électriques reliés à un ensemble de régulateurs qui régulent la température le long du fourreau.

La principale fonction d'extrudeuse est de fondre le polymère, le mettre en pression et le mélanger du polymère fondu, afin d'alimenter dans de bonnes conditions la filière en tête, qui donne la forme au produit fabriqué. Le tableau I-5 montre quelques valeurs indicatives de réglage de température d'extrusion du polyéthylène haute densité. D'après les observations qui ont été faites sur l'état du polymère dans la machine en régime permanent, on peut distinguer trois zones phénoménologiques.

- la zone d'alimentation, dans laquelle le polymère est entièrement solide (en Poudre, plus au moins compacte).
- La zone de plastification, dans laquelle coexistent le polymère en copolymère déjà fondu.
- La zone de pompage, dans laquelle le polymère est totalement fondu [6].



**Figure I.12 :** Extrudeuse mono vis [6].

**Tableau I.5 :** Valeurs des températures d'extrusion.

Matière	Pression en MPa	Temperature en °C				
		Zone d'alimentation	zone de compression	zone de pompage	Tête	filière
PE haute Densité	100-180	140	160	165	165	170

**b) La filière :**

Le rôle principal que doit jouer une filière d'extrusion est de fournir à la sortie de l'outillage un produit aux dimensions requises, uniformes en température. Ceci est particulièrement important pour les phases qui suivent l'extrusion proprement dite (étirage, conformation, refroidissement...), pour lesquelles toute hétérogénéité en sortie de filière pourrait qu'être aggravée et conduire éventuellement à un produit incorrect [7]. Le polymère fondu, est distribué autour d'un mandrin qui est relié au corps de la filière par l'intermédiaire d'ailettes. En sortie, le tube passe dans une filière dite froide, ou confondateur, constituée d'un anneau refroidi et percé de trous par lesquels

l'eau sous pression vient figer la surface extérieure du tube tout en lubrifiant son déplacement. Une légère surpression appliquée à l'intérieur du tube permet de lui conserver la géométrie cylindrique et le plaquer sur la filière froide.

**c) Le refroidissement :**

Le tube poursuit son refroidissement par déplacement dans un ou plusieurs Bacs d'eau (4) avant d'être découpé à la longueur requise [7], Plusieurs types de conformateurs dans lesquels les parois encore chaudes et déformables sont plaquées contre les faces refroidies du calibre par le vide créé, agissant de l'extérieur, ou par la pression de l'air à l'intérieur du tube. Un des systèmes, nommé "conformation en bac d'eau sous vide", est très répandu. Il se compose d'un long réservoir fermé, rempli aux deux tiers d'eau froide constamment renouvelée. L'air au-dessus de l'eau est maintenu sous une dépression de 300 Pa. Le calibrage dans un bac sous vide limite les efforts de frottement entre tube et calibre [7].

**d) Heritage:**

Pour que le profil, qui sort de la filière, ne se déforme pas immédiatement, on le soumet à traction ce qui contribue en partie au maintien de sa forme et de l'épaisseur des parois. L'effort de traction doit être ajusté à la vitesse de sortie du profil. Ce rôle est tirage qui agit sur le profil refroidi et dont la vitesse.

Est réglée et contrôlée avec précision le dispositif de tirage conditionne les dimensions du profil et applique l'effort nécessaire au passage dans le cofondateur. Pour les tubes, on utilise plus fréquemment les tireurs à chenilles.

Les tubes fabriqués par extrusion peuvent avoir des diamètres non conformes, ou non calibrés à l'extérieur ou à l'intérieur. Les dimensions des tubes non conformes sont réglées par la vitesse de tirage et la vitesse de refroidissement [6].

**e) L'extrudat :**

Les tubes rigides sont sciés à la longueur désirée, une scie circulaire suit le profil dans son mouvement d'avance, elle est entraînée par le profil lui-

même, et commandée automatiquement par un contacteur électrique. Les tubes souples sont dans la plupart des cas enroulés sur des bobines dont la rotation est liée à la vitesse de tirage.

#### ***1.6.6.d. Les produits obtenus :***

Les tubes en méthylènes doivent avoir des surfaces extérieurs et intérieurs propres et lisses et être exemptes de défauts, tels qu'ils soient susceptibles d'être nuisibles à leur qualité, rayures, piqûres, gains, bulles, soufflures et criques.

L'examen est effectué à l'œil nu, sur des éprouvettes ouvertes selon deux génératrices diamétralement opposées. Les extrémités des tubes doivent être coupées proprement et perpendiculairement à l'axe du tube.

Les filets de repérage jaunes sont au moins au nombre de trois, repartis également sur la circonférence du tube. Ces filets doivent avoir une faible épaisseur et une faible largeur de façon à ne pas modifier les caractéristiques physiques et mécaniques des tubes.

Le contrôle dimensionnel des tubes doit se faire automatiquement en ligne d'extrusion par scanner.

#### ***1.6.7. Principales Propriétés du PEHD:***

Les canalisations PEHD s'inscrivent dans un programme complet :

- Fluides sous pression PN 2,5 à 25.
- Fluides basse pression - Décollement – Assainissement.
- Eau potable (PEHD bandes bleues).
- Gaz (PEHD bandes jaunes).

#### ***1.6.8. Domaine d'utilisation :***

Les applications sont nombreuses et intéressantes, on distingue :

- Les conduites de transport de pétrole, fuel, gaz, eau potable.
- Les conduites de transport de pâtes cellulosiques.
- Les conduites de ventilation et de dépoussiérage.
- irrigation et le drainage.
- le gainage de câbles.

## I.7. Description générale de PEHD :

Le PEHD est un:

- Thermoplastique commercial semi-cristallin (typiquement 70-80%), blanchâtre, semi opaque.
- Polymère le plus simple et le moins cher.
- Un matériau écologique ; sa fabrication est propre, ne produit que peu de déchets.
- Et n'émet pas de substances nocives ; il est recyclable à 100% dont le traitement ne nécessite que peu d'énergie.

### I.7.1. Propriétés :

Le tableau suivant (tableau 1.03) présente quelques propriétés de PEHD [3].

**Tableau. I.6 :** Quelques propriétés d'un polyéthylène à haute densité. PEHD (à température ambiante) [3].

Propriétés	Valeur
Module d'Young* (MPa)	700 11400
Resistance en traction* (MPa)	18 a 35
Conductivite thermique (W/mX)	0,38 a 0,51
Temperature de transition (°C)	-125-120
Temperature de fusion Tf (°C)	135

### I.7.2. : Utilisation de PEHD :

L'utilisation de PEHD est appliquée dans plusieurs domaines, on donne ici des exemples pour quelques applications :

**-Agriculture :** film, filet de pêche, pipe d'irrigation, cageots.

**-Industrie :** cosmétiques, alimentaire (bidons d'huile), produits d'entretien.

**-Emballage :** pipe gaz naturel et eaux, pièces techniques et automobiles, Conteneurs.

### I.7.3. Production :

En Algérie, l'usine qui produit ce polymère se trouve dans la wilaya de Skikda ; c'est la société POLYMED (Société Méditerranéenne des

Polymères) dans la zone industrielle SONATRACH ; produit le PEHD suivant le procédé PHILIPS, d'une densité comprise entre 0,94 et 0,965 g/cm<sup>3</sup>.

- Sa production est de 130.000 Tonne/ An, d'où 54% est exportée.
- Le tableau 04 présente la production de quelques pays de PEHD, en 2003 dans le monde, en milliers de tonnes.

**Tableau. I.7.** Production de polyéthylène à haute densité (PEHD) en 2003, de quelques pays (en milliers de tonnes) [9].

Pays	PEHD
Etats-Unis	7976
Europe	4845
Japon	1170
France	505

#### ***1.7.4. Avantages et Inconvénients du PEHD :***

##### ***1.7.4.a. Avantages :***

- Mise en œuvre aisée.
- Excellentes propriétés d'isolation électrique.
- Résistance aux chocs.
- Grande inertie chimique.
- Qualité alimentaire.
- Perte du caractère perméable des PE que ce soit à l'eau, mais aussi à l'air et
- Aux hydrocarbures [10].

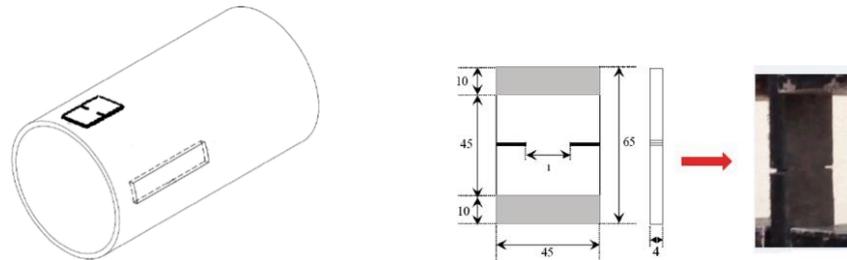
##### ***1.7.4.b. Inconvénients :***

- Sensibilité aux UV en présence d'oxygène.
- Sensibilité à la fissure sous contrainte.
- Mauvaise tenue à la chaleur.
- Collage important [10].

#### **1.8. Etat de l'art :**

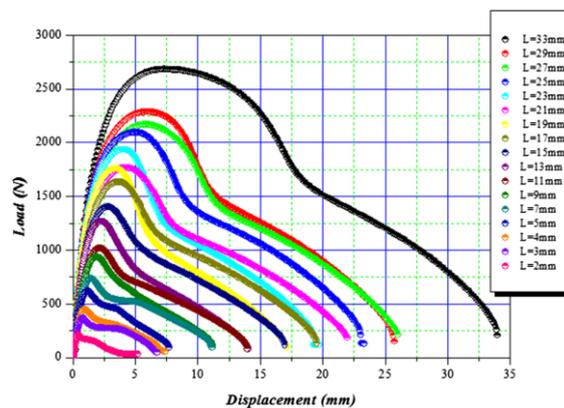
Tarek Houari et al. [11] ont déterminé expérimentalement la ténacité d'un tube en polyéthylène de haute densité (PEHD), destiné à la distribution de l'eau, en utilisant les concepts de la mécanique de la rupture qui est le travail essentiel de

rupture (EWF). Les essais ont été réalisés sur des éprouvettes DENT de dimensions  $65 \times 45 \times 4 \text{ mm}^3$  prélevées directement à partir de tube en PEHD de grade PE-100 de diamètre  $D = 400 \text{ mm}$ , longueur  $L = 12 \text{ mm}$  et d'épaisseur nominale comprise entre  $B = 36,3$  et  $40,1 \text{ mm}$  ; parallèlement à la direction d'extrusion (figure1). La vitesse d'essai est de  $20 \text{ mm/min}$  à température ambiante.

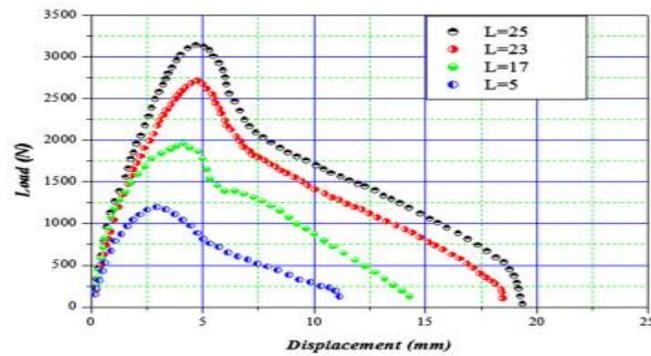


**Figure I.13 :** Sens, Géométrie et dimensions des éprouvettes DENT.

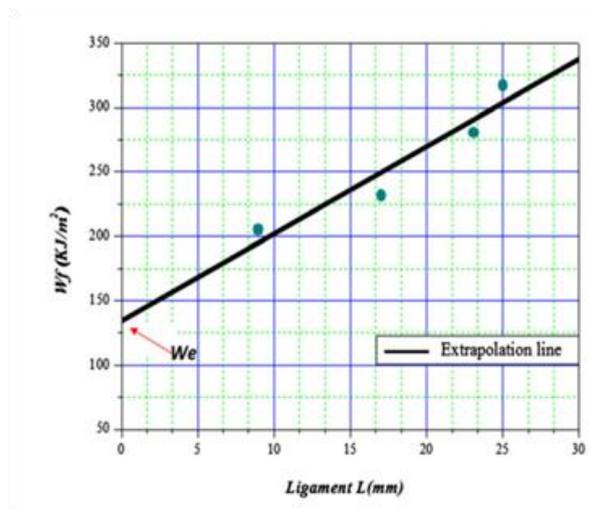
Les courbes expérimentales des essais de rupture force-déplacement pour différents ligaments sont illustrées sur la Figure I.14. L'allure de ces courbes confirme une rupture ductile pour le PEHD avec plastification du ligament. Une similitude de forme des courbes force-déplacement est observée quelle que soit la longueur du ligament. Ceci montre que le mode de rupture est indépendant de la longueur du ligament.



**Figure I.14 :** Courbes charge-déplacement pour différents ligaments.



**Figure I.15 :** Courbes charge-déplacement sélectionnées pour le calcul de EWF. Les résultats obtenus montrent que  $w_e$  est de l'ordre de  $137.5 \text{ kJ/m}^2$  avec un coefficient de corrélation  $R^2 = 0.900$ .



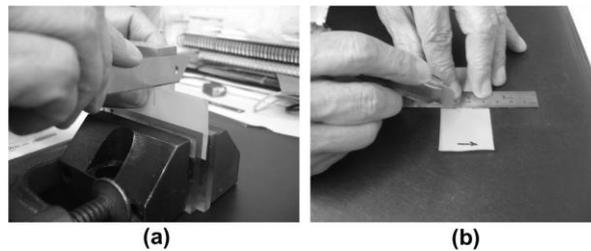
**Figure I.16 :** l'évolution du travail spécifique total à la rupture en fonction de la longueur de ligament.

Fabiano Moreno Peres et al. [12] ont étudié l'adéquation du protocole d'essai de travail essentiel de rupture (EWF) à une résine de polyéthylène moyenne densité (MDPE) conçue pour la production de conduites d'eau extrudées. Les problèmes typiques de cette méthode, comme par exemple l'influence de la préparation de l'échantillon, la géométrie de l'échantillon et les différentes méthodes de pré-fissuration, sont étudiés et leur influence sur les résultats obtenus est décrite.

Des plaques carrées moulées par compression, préparées conformément à la norme ASTM D4703-03, ont été utilisées pour la production de certains échantillons destinés à l'essai EWF. Deux épaisseurs nominales ont été concernées : 1 mm et 3 mm. Outre les échantillons moulés par compression, un

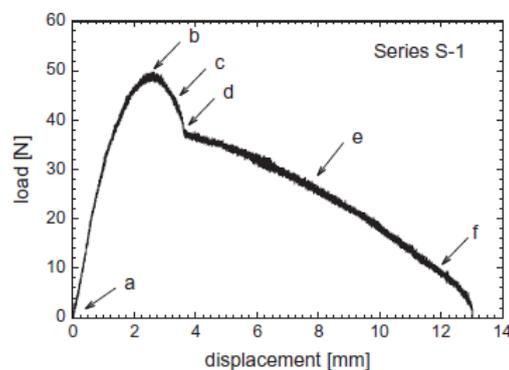
ensemble d'échantillons d'épaisseur nominale de 0,2 mm a été produit à partir de films extrudés par soufflage. Tous les échantillons ont été produits avec une longueur  $x = 75$  mm et une largeur  $B = 38$  mm.

Neuf séries d'essais ont été réalisées pour l'EFW, en faisant varier la procédure d'entaillage et l'orientation du ligament par rapport à la direction d'extrusion comme le montre la Figure I.17.



**Figure I.17 :** Exemple de procédures de pré-fissuration : (a) « coupe à droite » et (b) piquêre de la pointe de la lame en acier.

La Figure I.18 présente une courbe charge-déplacement typique obtenue avec l'échantillon DENT.



**Figure I.18 :** Exemple de courbe charge-déplacement obtenue à partir d'un échantillon DENT produit avec un film de 0,2 mm d'épaisseur. Les flèches indiquent les différentes étapes de développement de la zone plastique et/ou de propagation des fissures.

Le tableau I.8 résume les résultats obtenus pour les neuf séries d'expériences EWF. À première vue, les résultats se caractérisent par une forte dispersion, mais il convient de rappeler que les séries S-1 à S-5 concernent le film extrudé de 0,2 mm et que, plus particulièrement, les séries S1, S-3 et S-5 correspondent à des échantillons dont les ligaments étaient orientés parallèlement à l'axe d'extrusion,

tandis que les échantillons S-2 et S-4 avaient leurs ligaments orientés perpendiculairement à l'axe d'extrusion. Par conséquent, les importantes différences observées dans ces familles d'échantillons peuvent être attribuées à l'anisotropie de l'échantillon. Les séries S-6 à S-9, quant à elles, concernent des échantillons prélevés sur des plaques moulées par compression, qui sont, vraisemblablement, isotropes.

**Tableau I.8 :** Récapitule les résultats trouvés.

Series	#	$w_e$ (kJm <sup>-2</sup> )	S $w_e$	$\beta w_p$ (MJm <sup>-3</sup> )	S $\beta w_p$	$r^2$
S-1	19	37.57	7.28	7.31	0.69	0.8690
S-2	28	8.56	3.90	14.00	0.34	0.9851
S-3	26	24.40	2.35	9.27	0.21	0.9873
S-4	28	9.61	3.17	15.04	0.28	0.9913
S-5	22	32.10	2.55	8.89	0.24	0.9857
S-6	27	43.44	3.87	10.21	0.33	0.9741
S-7	26	35.18	2.27	11.36	0.21	0.9922
S-8	25	35.59	4.34	11.20	0.39	0.9730
S-9	28	41.79	5.17	12.40	0.45	0.9669

Ils ont conclu que, l'essai EWF utilisant la géométrie de l'échantillon DENT est bien adapté à une application au PEMD, car, dans tous les cas étudiés, le travail spécifique de la fracture évolue linéairement avec la longueur du ligament. Les courbes charge-déplacement obtenues présentent une remarquable autosimilarité au sein d'une série expérimentale donnée, mais des différences quantitatives apparaissent lors de la comparaison de différentes séries. Ces différences se reflètent dans les différents paramètres EWF, notamment en cas d'utilisation de différentes méthodes de pré fissuration, ce qui est corrélé aux différentes zones d'endommagement produites par ces méthodes à proximité de la pointe du pré fissure. Cette situation est plus critique pour le paramètre  $\beta w_p$ , mais montre clairement qu'un consensus sur la méthode de pré fissuration idéale est nécessaire.

Ivan Kuryndin et al. [13] ont fait une étude expérimentale de l'effet des solvants organiques sur les propriétés physiques et mécaniques du polyéthylène.

Ces auteurs ont utilisé l'ortho-dichloro-benzène ( $C_6H_4C_{12}$  (ODCB)) et l'ortho-xylène  $C_8H_{10}$ (OX).

Dans cette étude, trois types d'éprouvettes ont été utilisés :

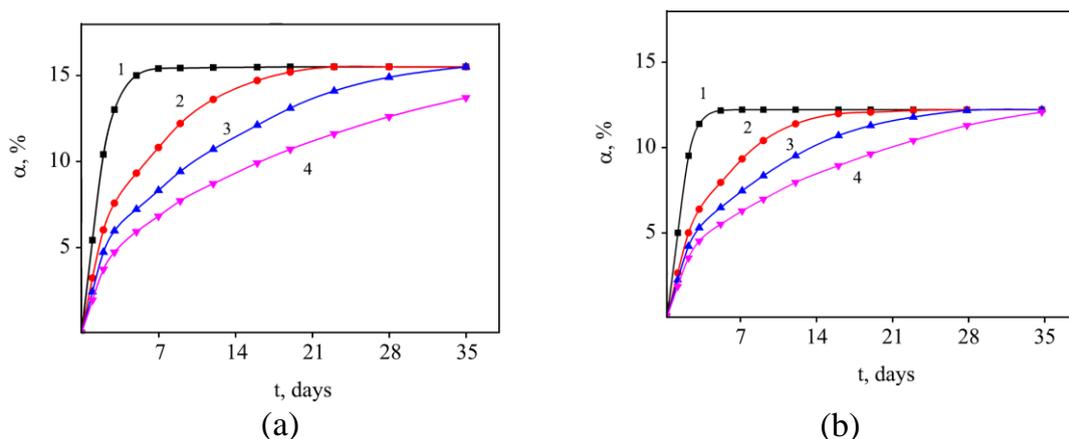
- Eprouvettes films de 32  $\mu m$  d'épaisseur obtenus par extrusion de PE.
- un cylindrique extrudée de 50 mm de diamètre, ensuite il a été découpé en disques de 5, 10, 15 et 20 mm d'épaisseur.
- Des éprouvettes standards 4 mm d'épaisseur découpé à partir d'une plaque plate moulée (selon la norme ASTM D638, éprouvette de type I).

Pour étudier les processus de gonflement, les deux derniers types d'éprouvettes ont été immergés dans l'ODCB et l'OX, maintenues à une température de 60 °C pendant 35 jours. La variation de la masse de l'éprouvette au fil du temps a été suivie par pesée avec une précision de 0,1 mg.

Le degré de gonflement ( $\alpha$ ) a été déterminé comme suit :

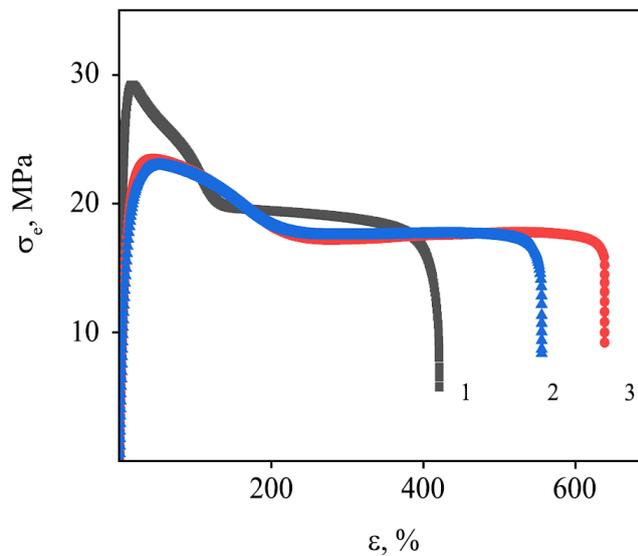
$$\alpha = \frac{m - m_0}{m_0} \times 100\% \quad (I.1)$$

Les résultats trouvés montrent que l'immersion d'échantillons de PE dans les solvants organiques ODCB et OX entraîne un gonflement limité, et que le degré d'équilibre de gonflement ne dépendait pas ni de la taille ni de la forme des échantillons, des valeurs de 15,5 et 12,4 % ont été atteintes respectivement pour ODCB et OX. Ce résultat est illustré à la figure 7 pour les échantillons de disques de PE.



**Figure I.19 :** Courbes de cinétique de gonflement des disques PE d'une épaisseur de (1) 5, (2) 10, (3) 15 et (4) 20 mm dans (a) ODCB et (b) OX.

Les courbes contrainte-déformation obtenues lors d'un essai de traction jusqu'à rupture des éprouvettes standards d'origines et ceux gonflés dans des solvants organiques jusqu'à l'équilibre (Figure I.20). Comme le montre la Figure II.8, l'allongement à la rupture des échantillons de PE d'origine atteint 400 %, tandis que les échantillons gonflés dans de l'ODCB et de l'OX se caractérisent par une déformation à la rupture supérieure à 600 % et 550 %, respectivement. Les caractéristiques mécaniques trouvés sont regroupés dans le tableau I.9



**Figure I.20 :** (a) Courbes de contrainte-déformation de traction : (1) échantillons initiaux et de ceux gonflés à l'équilibre dans (2) ODCB et (3) OX.

**Tableau I.9 :** Caractéristiques mécaniques des échantillons de PE brut et gonflés.

Eprouvette	Degré de gonflement, %	Résistance à la traction, MPa	Allongement à la rupture, %	Module de Young , MPa
Origine	–	86	385	1051
Gonflé pendent 1 jour dans:				
ODCB	5.4	92	435	588
OX	5.0	107	536	502
Gonflé à l'équilibre dans:				
ODCB	15.5	117	537	482
OX	12.4	130	648	440
Gonflé pendent 1 jour dans: ODCB	5.0	92	435	
OX	15.5	107	536	588
Gonflé à l'équilibre dans: ODCB	12.4	117	537	502
OX		130	648	482
				440

Ils ont conclu que le gonflement entraîne une augmentation de la masse et du volume des éprouvettes et une modification de leurs propriétés mécaniques. En particulier, une augmentation de la flexibilité et de l'allongement à la rupture est perceptible après une immersion relativement courte dans ces solvants organiques. Les résultats obtenus semblent importants pour la conception et l'exploitation des revêtements et des produits en PE (tuyaux, réservoirs, etc.) susceptibles d'être en contact, de courte ou de longue durée, avec des produits pétroliers.

Les effets du diesel sur les propriétés physiques et chimique d'une canalisation en polyéthylène haute densité (PEHD en fonction de la température et du temps ont été rapportes par Amelia H. U. Torres et al. [Amelia H. U. Torres<sup>1</sup>, Jose R. M. d'Almeida<sup>1</sup>, and Jean-Pierre Habas, Aging of HDPE Pipes Exposed to Diesel Lubricant, Polymer-Plastics Technology and Engineering, 50: 1594–1599, 2011 DOI: 10.1080/03602559.2011.578297].

Des échantillons de 80 mm de long, 10 mm de large et 2 mm d'épaisseur ont été usinés à partir du tube en PEHD et immergés dans du diesel à l'aide de récipients

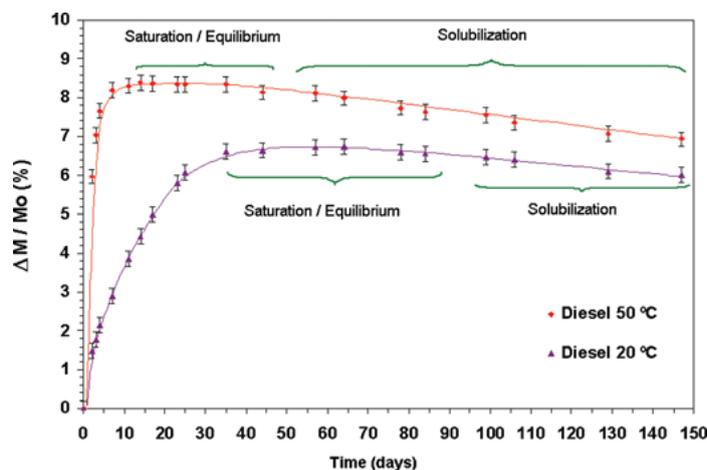
hermétiquement fermés. Ces récipients ont été placés dans des étuves à circulation d'air à deux températures différentes (20 °C et 50 °C) afin d'évaluer l'effet de la température sur le processus de vieillissement. Les échantillons ont été maintenus en immersion pendant des durées allant jusqu'à 150 jours.

L'absorption du diesel par le polymère a été évaluée par gravimétrie. La courbe de gain de poids en fonction du temps d'immersion des échantillons a été obtenue selon les procédures décrites dans la norme ASTM D570 pour les plastiques.

Après 150 jours, les échantillons ont été retirés du bain d'immersion et analysés par la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FT-IR) et l'analyse thermogravimétrique (ATG).

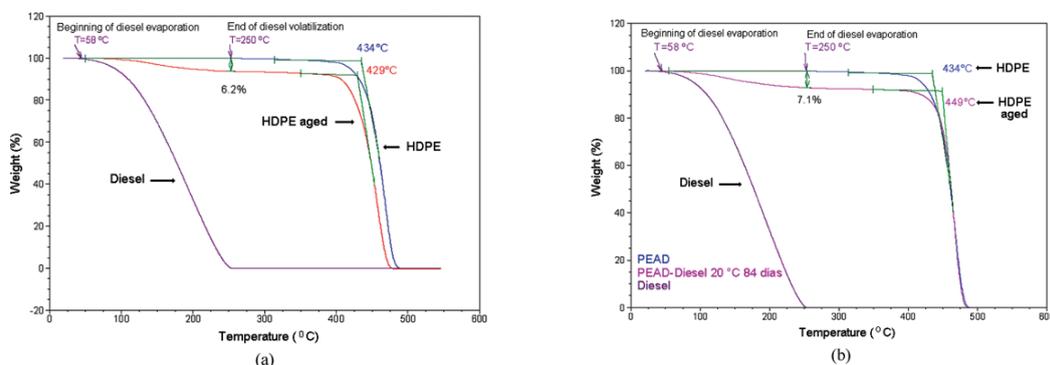
Ils ont souligné deux aspects qui sont :

- a)** La quantité de diesel absorbée est relativement élevée, dépend de la température. La diffusion c'est un processus activé thermiquement, la quantité de fluide absorbée à la saturation et le temps nécessaire pour atteindre cette valeur variaient avec la température d'immersion. Des valeurs de saturation de 8,4 % et 6,7 % ont été obtenues lorsque le polymère était immergé à 50 °C et 20 °C, respectivement. Le temps nécessaire pour atteindre ces valeurs était respectivement de 14 et 45 jours.
- b)** Une fois que la quantité de fluide absorbé atteint une valeur de saturation, la masse relative commence à diminuer. Après 150 jours d'immersion, le poids relatif du polymère est tombé à 6,8 % et 6 %, pour des températures de 50 °C et 20 °C respectivement.



**Figure I.21 :** Analyse gravimétrique : absorption du diesel en fonction du temps et de la température.

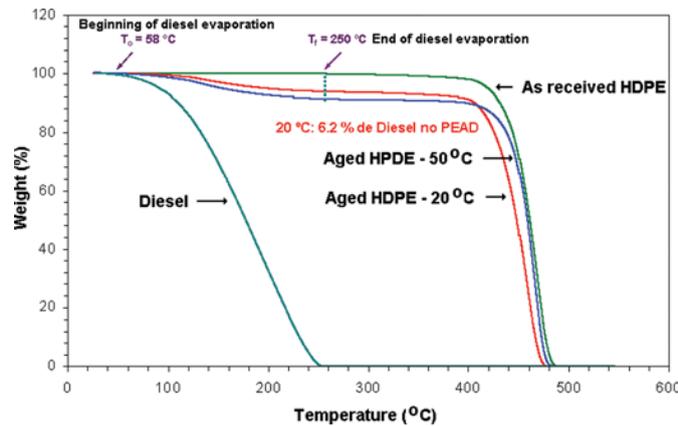
La Figure I.22 a présente une comparaison entre le polyéthylène à l'origine et vieilli à 20° C pendant 35 jours d'immersion c'est-à-dire avant saturation. Une perte de 6.2% de poids a été enregistrée entre une température de 58 et 250°C. En revanche une perte de 7.1% plus importante a été trouvée pour 84 jours immersion après la période de saturation (Figure I.22).



**Figure I.22:** Courbes thermogravimétriques obtenues du PEHD vieilli à 20 °C pendant: a) 35 jours d'immersion, b) 84 jours d'immersion.

Concernant l'effet de la température, ils ont observé que la perte de masse du PEHD vieilli à 50 °C (7,7 %) est supérieure à celle à 20 °C (6,2 %), lorsque la plage de températures inférieure à la température de début de réaction est prise en compte (Figure I.23).

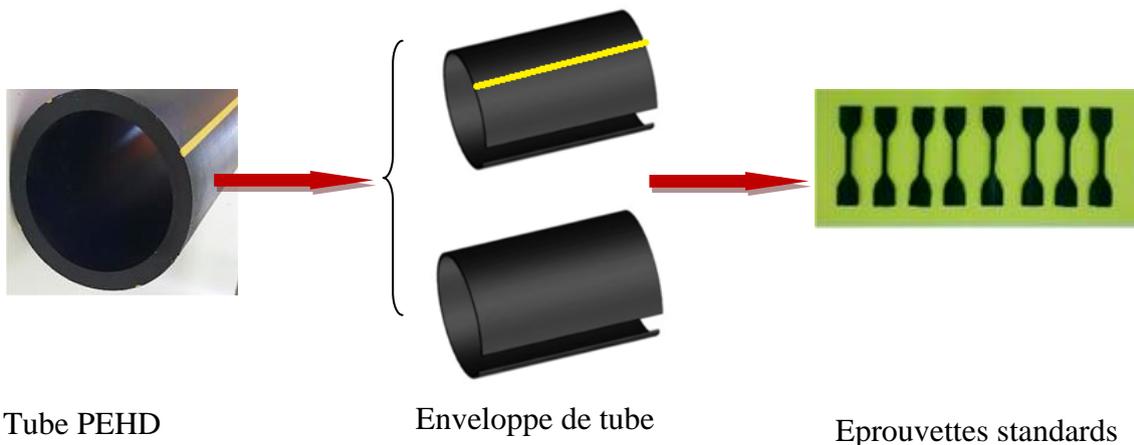
Ce résultat est étroitement lié à un coefficient de diffusion plus élevé du diesel à 50 °C. Par conséquent, une plus grande quantité de fluide est absorbée lorsque la température augmente.



**Figure I.23 :** Courbes thermogravimétriques obtenues pour diesel et PEHD vieilli à 20 °C et 50°C.

Une récente étude [14], ils ont examiné la compatibilité d'un matériau de tube extrudé en PEHD-80 copolymérisé avec le liquide de frein DOT.

Des éprouvettes usinées des couches intérieure (IL) et extérieure (OL) du tube sont vieilles dans une huile synthétique commerciale à base de polyglycol pendant 7 jours en conditions de laboratoire (Figure I.24).

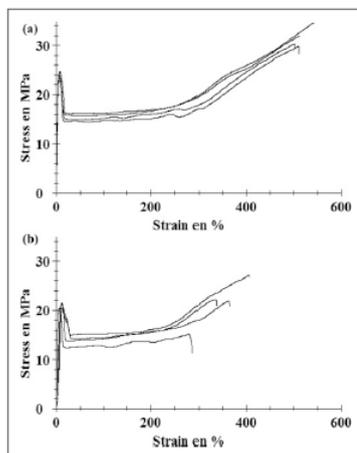


**Figure I.24 :** Opérations de prélèvement des couches.

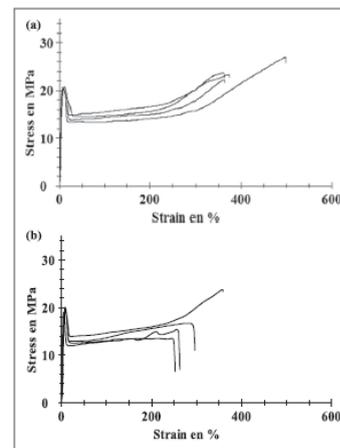
Ils ont trouvé que les variations de masse en pourcentage sont respectivement de +2,2 % et +1,9 % pour les surfaces intérieure (IL) et extérieure (OL) du tube.

La Figure I.25 illustre les courbes contrainte-déformation du PEHD comme reçu, tout d'abord, un comportement standard des polymères semi-cristallins avec trois zones distinctes. Celle-ci se compose d'une zone élastique étroite suivie d'une zone d'étirage à froid à contrainte constante. La partie finale (zone plastique) se caractérise par une limite élastique élevée et un sur allongement, ce qui confère

au matériau une orientation importante avant rupture. Bien que les courbes soient similaires, des différences majeures sont perceptibles en termes de dispersion des propriétés mécaniques et de valeurs mesurées pour les éprouvettes IL et OL. On observe pour les éprouvettes vieillis dans l'huile de frein figure II.18 que la couche intérieure (IL) présente une dispersion moindre que la couche extérieure (OL) (figure 2b). L'IL présente de meilleures propriétés, la limite élastique ( $> 24$  MPa) et la déformation à la rupture ( $> 500$  %) étant nettement plus élevées. La zone d'étirage est plus large et l'écroutissage est nettement plus marqué. La partie écroutissage des éprouvettes OL est considérablement réduite, ce qui implique une déformation à la rupture réduite (environ 375 %). Cela signifie que l'OL est moins résistant et moins ductile que l'IL.



**Figure I.25 :** Comportement  $\sigma$ - $\epsilon$  pour le PEHD tel que reçu : (A) IL et (B) OL



**Figure I.26 :** Comportement  $\sigma$ - $\epsilon$  pour le PEHD vieilli dans l'huile de frein : (A) IL et (B) OL.

Toutes les propriétés présentées à la Figure I.26 indiquent que les caractéristiques mécaniques de la couche intérieure (IL) sont bien supérieures à celles de la couche extérieure (OL). En effet, les valeurs mesurées de  $E$ ,  $\sigma_y$ ,  $\sigma_{CD}$  et  $\sigma_f$  se sont dégradés sous l'effet du vieillissement. Ces diminutions sont beaucoup plus prononcées pour les échantillons extérieurs (OL). Les pourcentages de réduction de  $E$ ,  $\sigma_y$ ,  $\sigma_{CD}$  et  $\sigma_f$  sont respectivement de 28,0, 13,9, 4,8 et 24 pour le côté IL, tandis qu'ils sont respectivement de 22,6, 7,7, 9,2 et 23,2 pour le côté OL. Les observations sont résumées pour le PEHD tel quel et vieilli par les équations (I.2) et (I.3) respectivement :

$$(E, \sigma_y, \sigma_{CD}, \sigma_f)_{INT (Comme\ reçu)} > (E, \sigma_y, \sigma_{CD}, \sigma_f)_{EXT (A-R)} \quad (I.2)$$

$$(E, \sigma_y, \sigma_{CD}, \sigma_f)_{INT (Vieilli)} > (E, \sigma_y, \sigma_{CD}, \sigma_f)_{EXT (Vieilli)} \quad (I.3)$$

En générale, ils sont conclus que la dégradation de la résistance causée par l'huile DOT 3 est plus importante pour le côté intérieure que pour le côté extérieure. Pour la couche intérieure, les réductions de  $E$ ,  $\sigma_y$  et  $\varepsilon_f$  sont respectivement de 28,0 %, 13,9 % et 22,7 %, tandis que pour la couche extérieure, elles sont de 22,6 %, 7,7 % et 25,1 %.

### **I.9. Conclusion :**

La combinaison des différents résultats obtenus au cours de cette étude a permis de choisir les longueurs de ligament pour respecter réalisé une caractérisation expérimentale, appliquer La méthode EWF. Les exigences à respecter avant d'appliquer l'approche EWF pour évaluer la ténacité à la fracture sous contrainte plane, conformément au protocole TC 4 de la Société européenne d'intégrité structurale (ESIS)

**Références Bibliographiques :**

- [1] <https://www.aquaportail.com/dictionnaire/definition/4143/thermoplastique>.
- [2] <https://www.aquaportail.com/dictionnaire/definition/5509/elastomere>.
- [3] Gottfried W.Ehrenstein, Fabienne Montagne matériaux polymères :Structure, propriétés et applications ; Hermès science publications, 2000.
- [4] Ehring J.R.’’ Plastic Recycling Products and Processes ‘’,Ed.Carl Hanser : New York ,1992, chapter 1.
- [5] AOUAICHIA Haroune, Etude de l’hétérogénéité dans un tube en PEHD par les méthodes du travail essentiel de rupture (EWF) et la répartition des énergies, 2022[.]
- [6] A. Peterlin, Molecular model of drawing polyethylene and polypropylene, Journal of materials science, 1971b, 6(6), p. 490-508.
- [7] Analyses et stratégies: les catégories des déchets.
- [8] Dr. Gilles olive, Chimie des matériaux, Ecole industrielle et commerciale De la ville de Namur ; 3ème édition, 07/01/2005.
- [9] Services des matériaux polymères et composites SMPC Université de Mons-Hainaut, Place du Parc 20, B-7000 Mons, Belgique
- [10]E. POSTAIRE, « Les matières plastiques à usage pharmaceutique », Edition médicales internationales, Paris, (2000), pp: 145.
- [11] Tarek Houari , Mohamed Benguediab , Azzeddine Belaziz , Mohamed Belhamiani , Abdelkrim Aid, Fracture Toughness Characterization of High-Density Polyethylene Using Essential Work of Fracture Concept, J Fail. Anal. and Preven, Journal of Failure Analysis and Prevention January 2020.  
<https://doi.org/10.1007/s11668-020-00829-6>
- [12] Fabiano Moreno Peres , José Ricardo Tarpani , Cláudio Geraldo Schön, An assessment of essential work of fracture testing method applied to medium density polyethylene (MDPE), Engineering Fracture Mechanics 105, 2013 136–151.
- [13] Ivan Kuryndin, Sergei Kostromin, Rustam Mamalimov, Anton Chervov, Andrei Grebennikov, Sergei Bronnikov, Polyolefins Journal, 2022, Vol. 9, No. 1  
DOI: 10.22063/POJ.2021.3005.1199
- [14] Latifa Alimi and Kamel Chaoui , Compatibility study of high density polyethylene grade 80 gas pipe with synthetic polyglycol-based brake oil, Journal of Elastomers & Plastics, 2024, Vol. 0(0) 1–29

[15] M. Carrega et coll., Matériaux industriels MATERIAUX POLYMERES,  
DUNOD, Paris, 2000, 71.

# **Chapitre II: Méthodes expérimentales**

## II.1. Introduction

Dans ce chapitre, l'ensemble des moyens mis en œuvre pour l'approche expérimentale sera examiné. Dans un premier temps, nous présentons le matériau de l'étude, en suite une description des différents équipements utilisés lors de confection des éprouvettes. Les parties traitées dans ce chapitre sont :

- (i) Matériau étudié,
- (ii) Méthode d'usinage des éprouvettes à partir des tronçons de tube en PEHD,
- (iii) Dégradation des éprouvettes dans le pétrole brut,
- (iv) Absorption en masse,
- (v) Essai de traction

## II.2. Présentation du matériau étudié

Le polyéthylène (PE) est l'un des thermoplastiques les plus populaires appliqués dans divers domaines industriels en raison de sa excellente performance mécanique. C'est un polymère le plus simple et le moins chers.

Le matériau utilisé dans cette étude est un tube en résine PEHD-100 extrudé par STPM CHIALI Co. de Sidi Bel-Abbes (Algérie) d'une résistance minimale requise (MRS) de 10 MPa. Il est extrudé, pigmenté en noir et destiné à la distribution du gaz naturel supportant une pression nominale en service de 4 bars. Il s'agit d'un thermoplastique semi-cristallin, comportant, une phase amorphe et une phase cristalline, dérivé des hydrocarbures et réalisé par polymérisation d'addition.

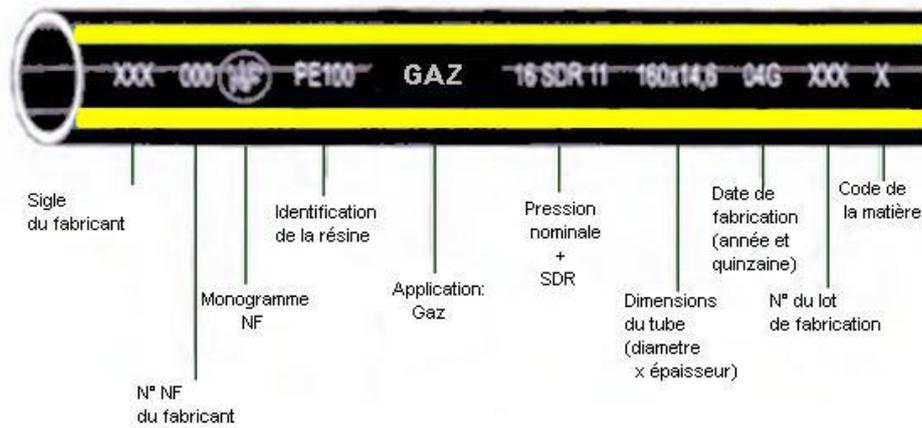
Les propriétés typiques du matériau HDPE-100 sont regroupées dans le tableau II.1 [1]. Le diamètre extérieur et l'épaisseur de la paroi sont respectivement de 200 et 12 mm, ce qui implique un rapport de dimensions standard (SDR) de 17.

**Tableau II.1:** Propriétés des tubes en HDPE [1]

Caractéristiques générales	Spécification	Méthode
<b>Masse volumique</b>	0.95 à 0.98 g/cm <sup>3</sup>	ISO 1183
<b>Indices de fluidité à 190°C</b>	0.75 g/10 min	ISO 1133
<b>Noir de Carbone</b>	2.0 to 2.6 %	ISO 6964
<b>Stabilité à oxydation</b>	≥ 20 min	ISO 11357-6
Caractéristiques mécaniques		
<b>Module de Young</b>	550–1460 MPa	ISO 527-1
<b>Contrainte d'écoulement</b>	20–30 MPa	ISO 527-1
<b>Allongement à la rupture</b>	≥ 350 %	ISO 527-1
<b>Ténacité</b>	2 à 5 MPa m <sup>1/2</sup>	
<b>Dureté Shore D à 20°C</b>	59	ISO-868
Caractéristiques thermiques		
<b>Température de fusion</b>	137°C	
<b>Température de transition vitreuse</b>	-125 °C	
<b>Température d'utilisation (permanent)</b>	-100...80°C	
<b>Conductivité thermique</b>	0.4 W.m <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup>	DIN 52612

### II.2.1. Désignation

- Norme de référence : EN 1555-2 / NA 7591-2.
- Pression Nominale : PN 4 GAZ.
- Conditionnement : En couronne de 100 m jusqu'au Ø 63, et en barre de 12 m a partir du Ø 90.
- Marquage sur tube : Norme - Fabricant - Matte - do x en- GAZ 4 - Date de fabrication - N° de Lot - Equipe de Fabrication - Ligne de production - Code matière première (LNE)



**Figure. II.1:** Marquage d'un tube en HDPE pour le gaz.

### II.2.2. Notion de SDR

Les tubes présentent l'avantage d'être à paroi lisse et de faible ration standard (SDR), qui est le rapport entre le diamètre du tuyau extérieur et l'épaisseur minimale de la paroi du tuyau. Le SDR est lié à la pression interne admissible, de la tuyauterie grâce à la procédure de la norme française NF EN 921 pour les tubes en plastique sous pression comme le montre l'équation II.1:

$$\sigma_{\text{hoop}} = P \frac{OD-h}{2h} \quad (\text{II.1})$$

En utilisant la définition SDR, l'équation (II.1) devient:

$$\sigma_{\text{hoop}} = P \frac{SDR-1}{2} \quad (\text{II.2})$$

Où,  $\sigma_{\text{hoop}}$ : contrainte circonférentielle, P: pression du gaz, OD: diamètre moyen extérieur et h: épaisseur minimale de la paroi.

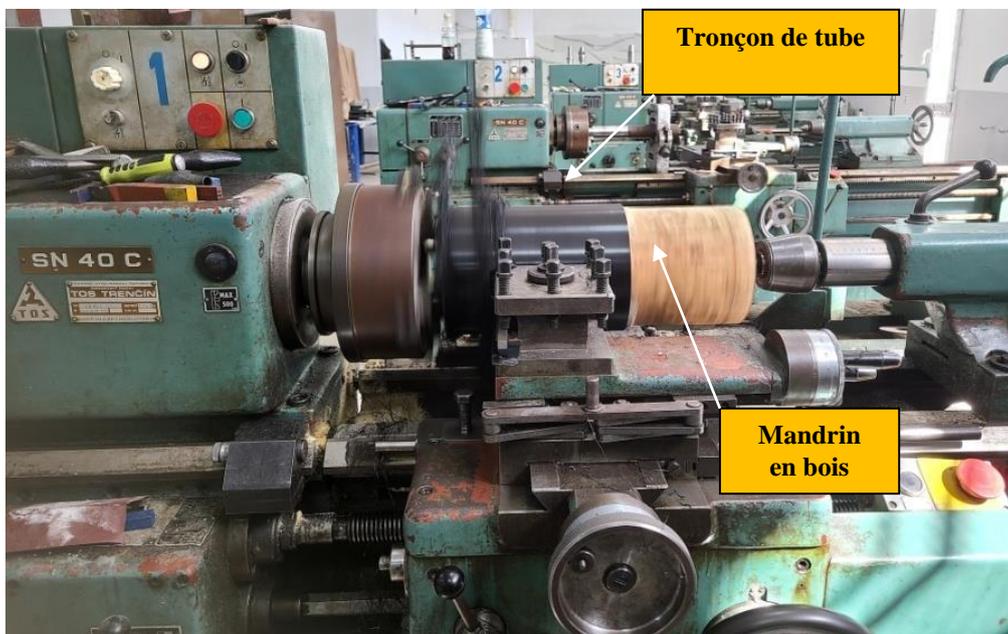
### II.3. Préparation des éprouvettes de rupture

La répartition des caractéristiques mécaniques à travers la paroi des tubes extrudés dans des conditions spécifiques a été abordée en relation avec les variations de morphologie et les contraintes résiduelles internes [2]. L'hétérogénéité des caractéristiques mécaniques dans des tubes en HDPE, il est essentiel d'adopter des techniques d'usinage spécifiques dans des environnements de travail appropriés.

Afin d'étudier l'évolution des propriétés mécaniques du HDPE-100 à travers la paroi tubulaire, les éprouvettes utilisées ont été directement prélevées à partir du tube pour conserver l'histoire thermo mécanique intrinsèque.

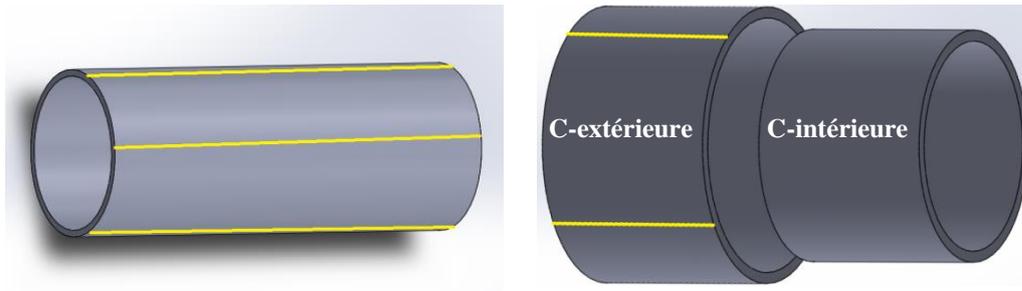
### II.3.1. Equipements de tournage

Les opérations de chariotage et d'alésage pour obtenir des enveloppes dans trois positions (extérieure, moyenne et intérieure) à travers la paroi tubulaire ont été réalisées sur un tour conventionnel à charioter et à fileter de la société Tchèque «TOS TENCIN» modèle SN 40 d'une puissance de 6.6KW sur la broche, ayant une gamme de vitesse de 45 à 2000 tr/min et d'avance de 0.08 à 6.4 mm/tr. Les éprouvettes utilisées pour la réalisation des essais de rugosité et la mesure de température sont des tronçons de tube de longueur de 200 mm. Pour la fixation du tronçon dans les mors de la machine, un mandrin en acier est préalablement préparé (Figure II.2).



**Figure II.2:** Présentation de tronçon en montage d'usinage sur tour SN 40.

La paroi du tube est divisée en 2 niveaux, et à partir de chaque niveau une couche est extraite dont l'épaisseur moyenne ne dépasse pas 3.1mm. La figure II.3 représente les deux couches extraites. des opérations de tournage et alésage sont réalisées (Figure II.4) en adoptant un régime de coupe optimisé par Hamlaoui et al.[3].



**Figure II.3:** Disposition des enveloppes dans la paroi.



a)

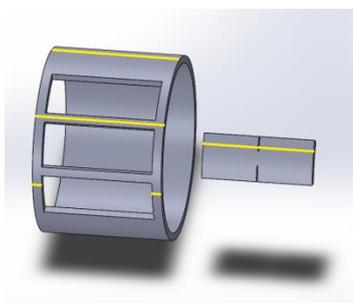


b)

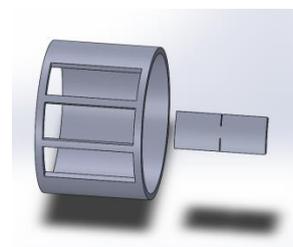
**Figure II.4:** Opération de tournage du tube en HDPE-100:

a) chariotage, b) alésage.

Les éprouvettes sont prélevées sans chauffage ni aplatissement, dans le sens parallèle à l'extrusion (direction longitudinale, L). Les dimensions et la forme géométrique de l'éprouvette sont reportées sur la Figure (II.5 a,b). Cela est reproductible pour deux couches obtenues. Les éprouvettes à double entaille (DENT) de dimensions  $120 \times 45 \times 4 \text{ mm}^3$  sont utilisées pour cette étude.

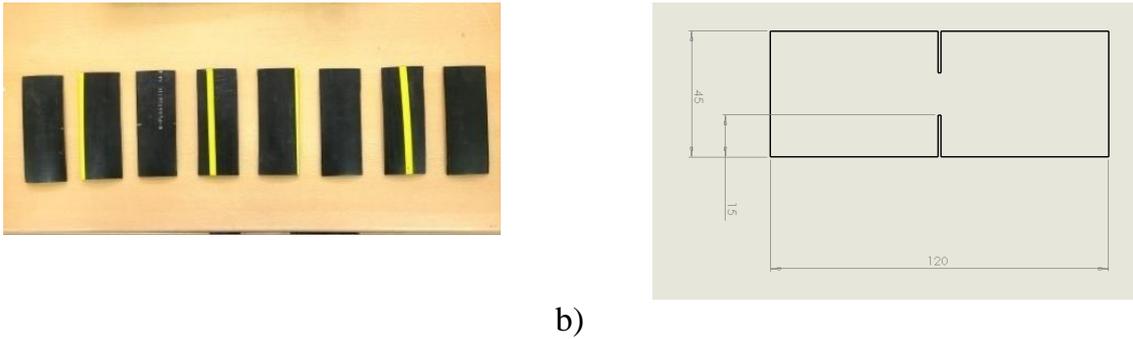


Couche extérieure



Couche intérieure

a)



**Figure II. 5:** (a) Sens de prélèvement des éprouvettes de rupture. (b) Forme et dimensions des éprouvettes DENT.

### *II.3.2. Opération de découpage*

Le découpage par emporte-pièce des éprouvettes est réalisé à l'aide d'une presse hydraulique (Figure II.6).



**Figure II. 6:** Dispositif pour la découpe des éprouvettes DENT.

### *II.3.3. Préparation des entailles*

En premier lieu les éprouvettes sont maintenues par un dispositif dans une fraiseuse figure II.7, ensuite elles sont fissurées par un cutteur. Le ratio (profondeur/largeur:  $a/W$ ) varie entre  $0,05 < a/W < 0,6$ . Les longueurs de ligament utilisées sont: 7, 9, 11, 13, 15, 17, 19 et 21 mm (Figure II.8). Il est à noter que les dimensions sont proportionnelles à la largeur  $W$  qui est égale à 45mm.



a)

**Figure II.7:** Fraiseuse type ALMO.

Dispositif de maintien

Lame de coupeur

**Figure II.8:** Réalisation des entailles.

#### II.4. Caractérisation mécanique

Les essais de rupture ont été effectués à la température ambiante et à une vitesse de 10 mm/min sur une machine d'essai universelle de type ZWICK ROELL 1120 (Ulm, Allemagne, d'une capacité de 2.5 kN, commandée par un ordinateur dont le traitement des résultats est effectué à l'aide du logiciel Testxpert (Figure II.9). Les essais ont été réalisés au Laboratoire de Recherche de mécanique, Matériaux et Maintenance (LR3MI), université de Badji Mokhtar Annaba.



**Figure II.9:** Banc d'essais.

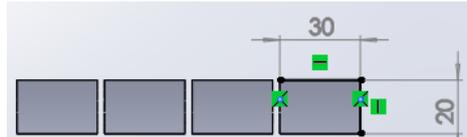
## **II.5. Protocole et condition de vieillissement**

Il demeure complexe de conduire des études lent terme sur la durabilité des matériaux dans des conditions naturelles, ainsi, une évaluation réaliste du vieillissement exige le recours à des tests accélérés. Cependant, il est impératif de bien appréhender le concept d'accélération, en identifiant le paramètre à accélérer et la méthode d'accélération appropriée. Les paramètres d'accélération sont généralement obtenus en augmentant la température de travail, les concentrations d'agents agressifs (pression d'oxygène, pH), ou en intensifiant les niveaux d'exposition usuels, notamment dans le contexte des tubes polymères.

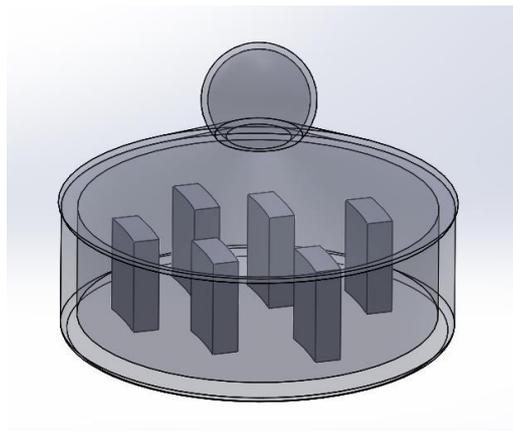
Une série d'essais de sorption a été planifiée pour 15j. 16 échantillons, 8 éprouvettes par couche de forme parallélépipédique  $30 \times 20 \times 3 \text{ mm}^3$  en polyéthylène de haute densité vierges sont immergées dans du pétrole brut. Les échantillons ont évolué au sein de conditions de laboratoire, maintenues à une pression atmosphérique standard et une température d'environ  $21^\circ\text{C}$ .

Ensuite ces échantillons sont pesés au moyen d'une balance électronique OHAUS, dont la capacité maximale s'élève à 220 g avec une précision de  $\pm 10^{-3}$

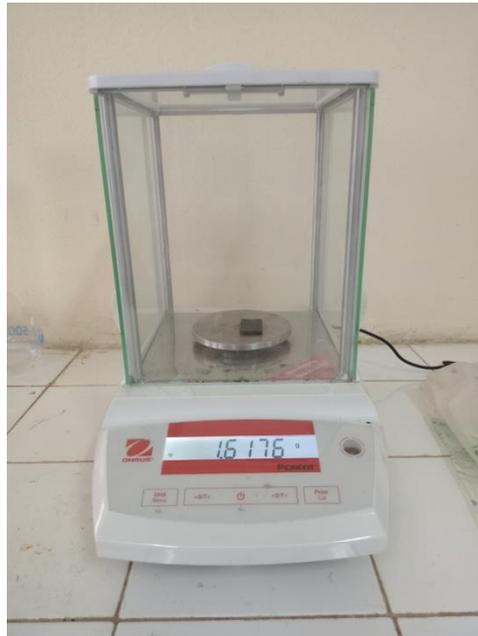
à des intervalles de temps réguliers, selon une procédure citée dans plusieurs travaux [4-7]. Cette procédure est soigneusement planifiée afin de perturber le moins possible le processus de sorption. Ces échantillons ont été placés dans des écrans hermétiquement scellés, abrités au sein d'une enceinte de laboratoire sous contrôle rigoureux, cette démarche méthodologique assure un suivi minutieux des conditions environnementales.



**Figure II.9:** Eprouvettes de sorption.



**Figure II.10:** Spécimens émergés dans le pétrole brut pour tests de sorption.



**Figure II.11:** Balance utilisée pour les poids des éprouvettes.

Cette procédure consiste à retirer l'échantillon de l'environnement testé en l'essuyant doucement avec une lingette en papier, de sorte que tout le liquide pénétrant est retiré de sa surface. Chaque échantillon est repesé, en suite le replonger dans le pénétrant à nouveau, en fermant le récipient d'immersion. Le temps nécessaire à l'ensemble de la procédure était compris entre 10 - 30 s. un tel intervalle de temps ne perturbe pas le processus de sorption.

## **II.6. Caractérisation de la surface des échantillons**

La caractérisation de la qualité de surface vieillie a été limitée aux trois critères de rugosité ( $R_a$ ,  $R_z$  et  $R_t$ ). La rugosité de surface est mesurée en utilisant un rugosimètre (2D), type GOYOJO model TR200 (Figure II.12) dont la précision est de  $0.1\mu\text{m}$ . Ce dernier est constitué d'une pointe en diamant (palpeur), avec un rayon de pointe de  $5\mu\text{m}$  se déplaçant linéairement sur la surface mesurée. La longueur de palpation est de 4 mm c'est-à-dire (avance utilisée: 0.5 et filtre utilisé: 0.8). Pour garantir la précision des valeurs mesurées, les mesures sont réalisées à trois endroits différents. Le résultat final est la moyenne de ces valeurs.



**Figure II.12:** Rugosimètre GOYOJO model TR200.

## II.7. Conclusion

En conclusion de ce chapitre dédié à la présentation des méthodes de caractérisation mécanique et physique du polyéthylène haute densité (HDPE), nous avons exploré avec soin les fondements qui sous-tendent l'analyse approfondie de ce matériau. En mettant en lumière les aspects mécaniques et physiques du HDPE. Les méthodes de caractérisation mécanique nous ont permis de sonder la résistance et la durabilité du HDPE et d'autres caractéristiques clés. Cette étape importante de la recherche nous positionne désormais de manière privilégiée pour interpréter les résultats obtenus à travers ces analyses.

## II.8. Bibliographie

[1] [http://www.groupechiali.com/image/documentation/catalogues/cat\\_pe2012pdf](http://www.groupechiali.com/image/documentation/catalogues/cat_pe2012pdf)  
consulter Jan.28 th 2016.

[2] Fadda H., Mounia K., Hamlaoui N., Chaoui K., Détermination des déformations résiduelles dans les tubes HDPE-100 par la méthode d'enlèvement de couches, Commun. Sci. Technol. N° 14, no. January 2014.

[3] N. Hamlaoui, S. Azzouz, K. chaoui, Z. Azari3 et M.-A. Yallese, Machining of tough polyethylene pipe material: surface roughness and cutting temperature optimization, Int J Adv Manuf Technol, 2017.

[4] M Ahart, DL Gallagher, P Scardina, AM Dietrich, 2016, Industrial Spills and Water Distribution: Crude MCHM Sorption and Desorption in Polymer Pipes and Linings. J Environ Eng ASCE, 142(10):1–9.

[https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)EE.1943-7870.0001116](https://doi.org/10.1061/(ASCE)EE.1943-7870.0001116)

[5] T.M. Aminabhavi, H.G. Naik, 1999, Molecular migration of low sorbing organic liquids into polymeric geomembranes, Polymer International, 48 (5), p. 373-381.

[https://doi.org/10.1002/\(sici\)1097-0126\(199905\)48:5<373::aid-pi149>3.0.co;2-9](https://doi.org/10.1002/(sici)1097-0126(199905)48:5<373::aid-pi149>3.0.co;2-9)

[6] I.S. Voulzatis, C.D. Papaspyrides, C.J. Tsenoglou, C. Roussis, 2007, Diffusion of Model Contaminants in High-Density Polyethylen, Macromol Mater Eng 292:272–284.

<https://doi.org/10.1002/mame.200600420>

[7] W. Ghabeche, K. Chaoui, 2019, An Investigation into Property Variances Between Outer and Inner HDPE Pipe Layers, MECHANIKA, 25 (2), p. 99-106.

<http://dx.doi.org/10.5755/j01.mech.25.2.22115>

# **Chapitre III: Résultats et discussions**

### III.1. Introduction

De nos jours, les canalisations polymères sont considérées comme des matériaux de substitution aux canalisations métalliques pour le transport des dérivés du pétrole. L'acier au carbone reste le principal matériau utilisé pour la fabrication des pipelines, mais la corrosion et une rugosité interne relativement élevée constituent deux inconvénients majeurs des canalisations en acier [1]. Par conséquent, le remplacement des anciennes grilles en acier par de nouvelles, utilisant des polymères ou des tubes en acier avec une couche interne en polymère, plutôt que des canalisations entièrement en acier, est une tendance courante, car les polymères résistent à la corrosion et peuvent également être fabriqués avec une très faible rugosité de surface.

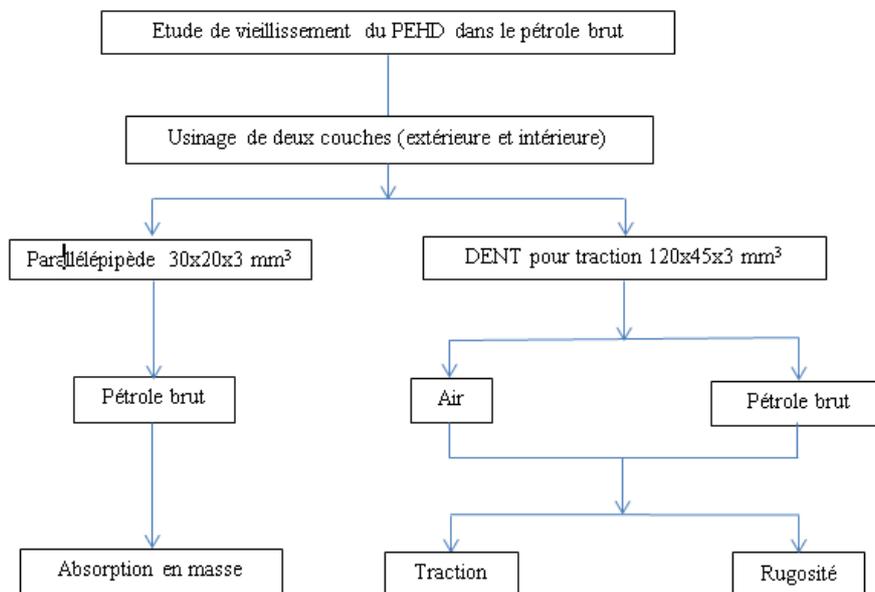
Parmi les nombreux matériaux polymères disponibles, le polyéthylène haute densité (PEHD) est un choix naturel en raison de ses bonnes propriétés, de sa disponibilité et de son coût. Cependant, les polymères peuvent également voir leurs propriétés se détériorer lorsqu'ils sont exposés à des environnements agressifs, tels que ceux rencontrés pour les dérivés du gaz et du pétrole. Le gonflement, la microfissuration et la plastification sont des problèmes courants liés au vieillissement des polymères [2–6].

La rupture est un mode de défaillance gouverné par la fissuration, elle est fortement influencée par la présence de microfissures, de pores, d'inclusions de particules fragiles (défauts internes) et par la présence d'entailles résultants de défauts de fabrication ou de conception. La théorie de la mécanique de la rupture est un moyen pour estimer la stabilité des fissures qui peuvent survenir à cause des défauts. Elle permet de prévoir l'évolution de la fissure jusqu'à la ruine de la structure. Suivant le niveau de ductilité du matériau, le comportement à la rupture est analysé à l'aide des concepts de la mécanique linéaire-élastique de la rupture (LEFM: Linear-Elastic Fracture Mechanics) et la mécanique élasto-plastique de la rupture (EPFM: Elastic-Plastic Fracture Mechanics), comme l'intégrale  $J$ , CTOD (i.e. Crack-tip-opening displacement) ou la méthode "Essential Work of Fracture" (EWF). Ces méthodes ont été développées pour caractériser la résistance à la rupture des matériaux. Ces concepts sont

maintenant couramment utilisés pour examiner la ténacité des matériaux. Selon ces approches, le processus de fracture est supposé provenir de défauts préexistants. Développé à l'origine dans le cadre de l'élasticité linéaire, le concept de l'intégrale J [7,8] a été étendu à l'élasticité non linéaire et donc utilisé pour résoudre les problèmes de rupture des matériaux ductiles.

Ce chapitre est destiné à présenter trois types de résultats comme décrit dans le chapitre deux. En premier lieu nous présentons les résultats de l'absorption du pétrole par le polyéthylène de haute densité. En suite l'évaluation du travail essentiel de rupture à travers la paroi d'un tube à gaz en PEHD-100 à l'air libre. Afin de l'explorer s'il y a une évolution de la résistance à la fissuration induite par le procédé d'extrusion qui connu de générer des variances morphologiques. L'effet du vieillissement par le pétrole sur l'énergie de rupture est aussi présent. Egalement la dégradation en termes de rugosité.

La démarche globale est schématisée dans la Figure III.1.



**Figure III.1:** Schéma de la démarche expérimentale.

### III.2. Résultats d'absorption et discussion

L'absorption est un phénomène ou processus faisant appel à des principes physiques et chimiques dans lequel des molécules ou des ions pénètrent dans une phase de matière (gazeuse, liquide ou solide). ce phénomène est différent de l'adsorption où les espèces adsorbées restent à la surface. Les espèces absorbées, quant à elles, entrent à l'intérieur de la phase (i.e. en profondeur dans le volume). L'absorption et l'adsorption peuvent être regroupées sous le terme sorption.

La variation de la masse de l'éprouvette au fil du temps a été suivie par pesée avec une précision de  $10^{-3}$  mg.

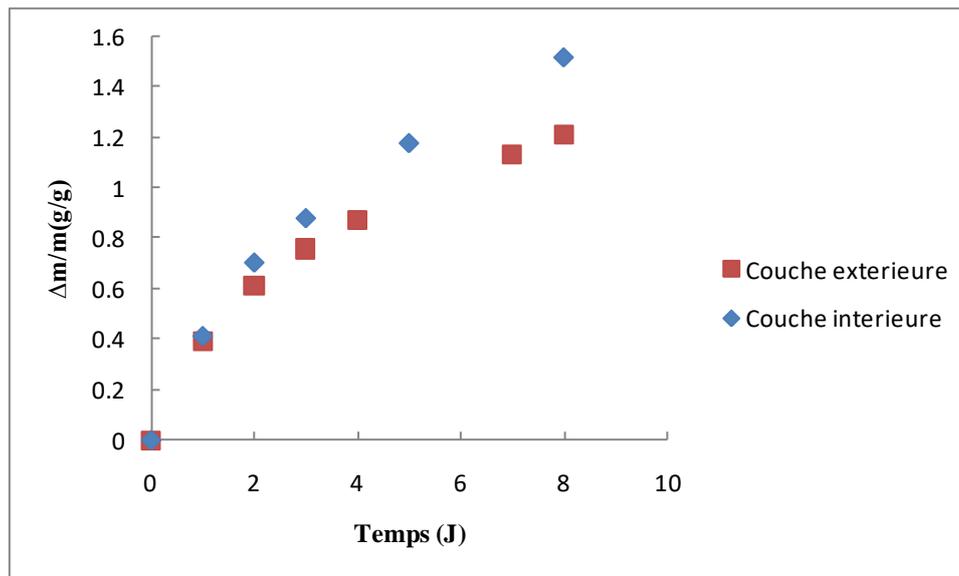
Le degré de variation de la masse est décrit par l'équation suivante :

$$\frac{\Delta m}{m_0} = \frac{m - m_0}{m_0} \times 100\% \quad (\text{III.1})$$

Où  $t$  et  $0$  indiquent respectivement l'état au temps écoulé  $t$  et l'état initial (ou avant immersion). Le rapport est présenté en pourcentage.

La Figure III.2 illustre l'absorption du pétrole brut par le PEHD. Il est bien clair, que les deux couches (extérieure et intérieure) indiquent une progression d'absorption normale entre 1 et 8 jours. La couche intérieure absorbe moins que la couche extérieure et l'écart entre les deux couches va en croissance.

Les résultats trouvés montrent que l'immersion des échantillons de PEHD dans le pétrole brut entraîne un gonflement limité. Pour la couche extérieure une augmentation de la masse 2.3376%, par contre une variation de 1.6996% de la couche intérieure. Cela peut être expliqué par le fait que le polyéthylène présente au moins deux phases différentes: la phase amorphe et la phase cristalline [9-12]. La morphologie peut varier à travers l'épaisseur du produit, et cela selon les conditions de refroidissement. Donc, un refroidissement rapide conduit à une structure sphéroïdiques de très petites tailles, et un faible taux de cristallinité. En revanche, un refroidissement lent favorise la formation des spherulites plus gros ( $50\mu\text{m}$ ), comportant des vides avec un taux de cristallinité plus élevé [13]. Il est connu que la couche extérieure est plus amorphe que la couche intérieure.

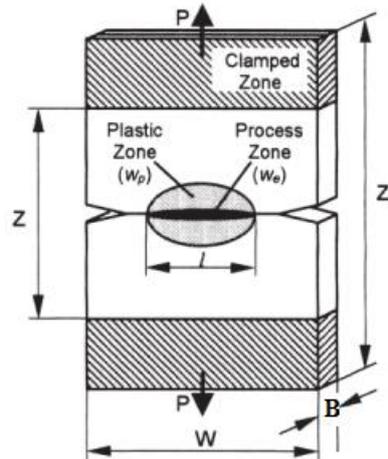


**Figure III.2:** Variation du % de poids en fonction du temps pour le HDPE exposé au pétrole brut pour 8 jours.

La sorption des liquides par le matériau HDPE se réfère au processus par lequel le HDPE absorbe et retient des quantités variables de liquides à sa surface ou à l'intérieur de sa structure. Lorsque le HDPE entre en contact avec un liquide, des interactions moléculaires, telles que les liaisons hydrogènes, peuvent entraîner une absorption de liquide par le matériau. La sorption peut impliquer la pénétration du liquide dans les espaces intermoléculaires ou dans les pores microscopiques présents dans le matériau PEHD. Ce phénomène peut être influencé par divers facteurs, notamment la nature chimique du liquide, la température, la pression, la surface spécifique du matériau et le taux de porosité de sa structure [14]. En conséquence, la capacité de sorption du HDPE peut varier en fonction de ces paramètres et des propriétés spécifiques du matériau.

### III.2.2. Méthode du travail essentiel de rupture ( $w_e$ )

La technique du travail essentiel de fracture (EWF) a été utilisée pour caractériser le comportement à la rupture des matériaux présentant une ductilité et où la plastification complète de la région ligamentaire se produit avant la propagation de la fissure. En ce sens, la technique EWF caractérise la mécanique de la rupture post-plastique, en déterminant deux paramètres : le travail spécifique essentiel de rupture ( $w_e$ ), lié à la surface où se produit le processus de rupture proprement dit, et le travail spécifique non essentiel de rupture ( $w_p$ ), lié au travail plastique effectué dans la zone externe de la zone de fracture.



**Figure III.3:** Eprouvette DENT (Double-edged notched tension) avec deux zones de dissipation d'énergie [15].

La méthode du travail essentiel de rupture (EWF) a été proposée à l'origine par Broberg [15] pour caractériser le comportement à la rupture des matériaux ductiles, puis développée par Mai et Cotterell [16,17] pour les métaux ductiles. Les méthodes expérimentales ont été développées par le groupe européen SIAE (European Structural Integrity Society) pour mesurer l'EWF dans l'état de contraintes planes. La méthode EWF est actuellement intéressante pour plusieurs projets de recherche qui traitent de la ténacité à la rupture des matériaux polymères. Cependant, son application est limitée car il n'existe actuellement aucun modèle mathématique permettant d'utiliser les données obtenues par la technique EWF pour simuler la rupture des matériaux ductiles [18,19].

Selon Broberg [15], lorsqu'un matériau ductile qui contient une fissure est chargé, la zone non-élastique en fond de fissure peut être divisée en 2 parties (Figure III.3):

- ✓ une zone interne appelée zone de processus de rupture interne (IFPZ – inner fracture process zone) où le processus de rupture se produit.
- ✓ une zone externe appelée zone de déformation plastique externe (OPDZ – outer plastic deformation zone) où la déformation plastique est nécessaire pour accommoder les grandes déformations dans la zone interne.

Au cours de la propagation de la fissure, beaucoup d'énergie dissipée dans la zone plastique n'est pas directement associée au processus de rupture. L'énergie dispersée dans la zone de processus de rupture sert à la rupture. Ainsi, le travail

total de rupture ( $W_f$ ) peut être divisé en deux termes: (i) le travail essentiel de rupture ( $W_e$ ) consommé dans la zone de processus de rupture interne pour créer une nouvelle surface et (ii) le travail non essentiel de rupture (ou travail plastique ( $W_p$ )) effectué dans la zone de déformation plastique extérieure. Le travail total de fracture ( $W_f$ ) calculé à partir de la surface des courbes force-déplacement ( $F-x$ ) est donné par l'équation (III.2):

$$W_f = W_e + W_p = w_e lB + w_p \beta l^2 B \quad (\text{III.2})$$

En supposant que les deux zones sont dans le ligament de l'échantillon (Figure III.2), l'équation (III.2) peut être réécrite dans les termes spécifiques sous les équations (III.3) et (III.4):

$$W_f = w_e lB + w_p \beta l^2 B \quad (\text{III.3})$$

$$w_f = w_e + w_p \beta l \quad (\text{III.4})$$

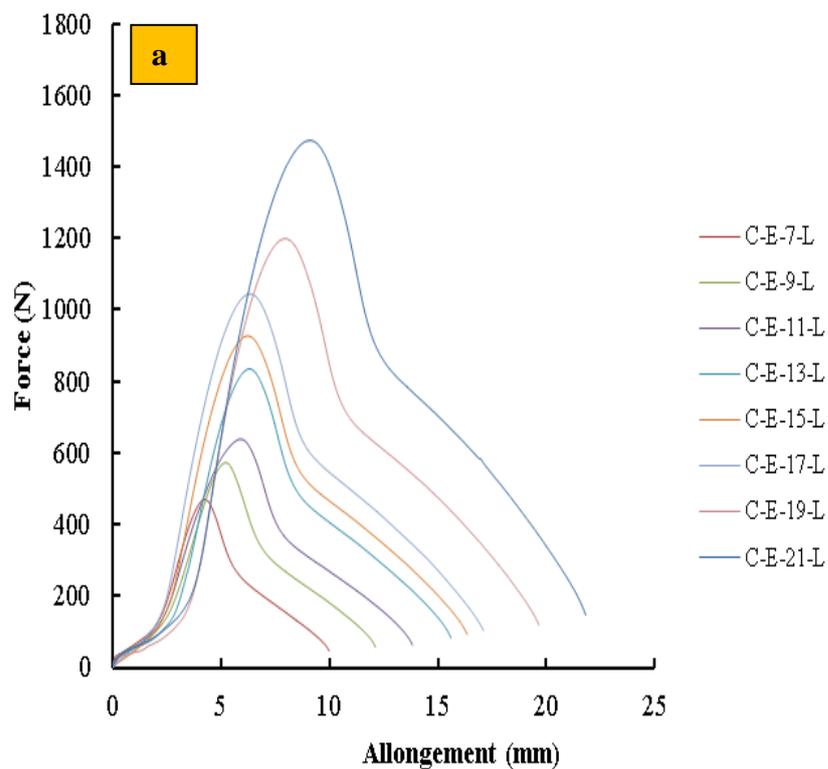
Où  $l$  est la longueur du ligament,  $B$  est l'épaisseur de l'échantillon,  $w_e$  est le travail essentiel spécifique de rupture et  $w_p$  est le travail non-essentiel spécifique de rupture. Le paramètre  $\beta$  est une constante proportionnelle à la taille et à la forme de la zone plastique et dépend de la géométrie de l'échantillon et de la fissure.

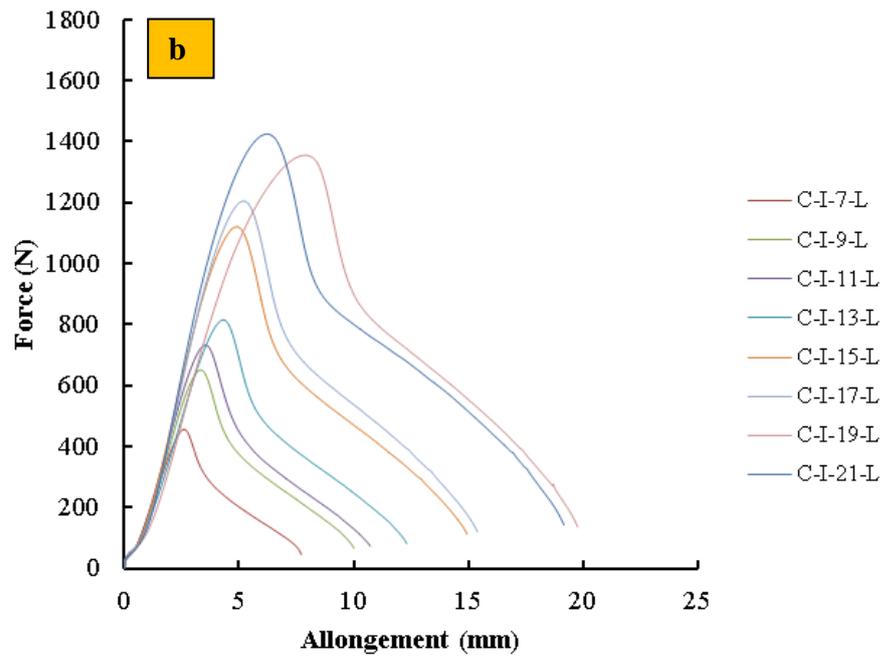
L'équation (III.4) prédit une relation linéaire entre le travail total spécifique de rupture  $w_f$  et la longueur de ligament  $l$ . Pour obtenir  $w_e$  et  $\beta w_p$ , des échantillons avec des longueurs de ligament différentes sont préparés et testés jusqu'à la rupture. En traçant  $w_f$  en fonction de  $l$ , on obtient une ligne droite et la valeur de  $w_e$  peut être obtenue par l'extrapolation de la ligne droite à  $l = 0$ . La valeur de  $\beta w_p$  est la pente de cette ligne droite.

Physiquement,  $w_e$  est le travail nécessaire pour créer deux nouvelles surfaces de rupture et il est consommé dans les processus de rupture. Pour les polymères à caractère ductile,  $w_e$  est consommé pour former et casser subséquentement la zone de striction au bout de la fissure. Certains auteurs considèrent que  $w_e$  représente la ténacité à la rupture [20,21].

### III.3 Résultats et discussions

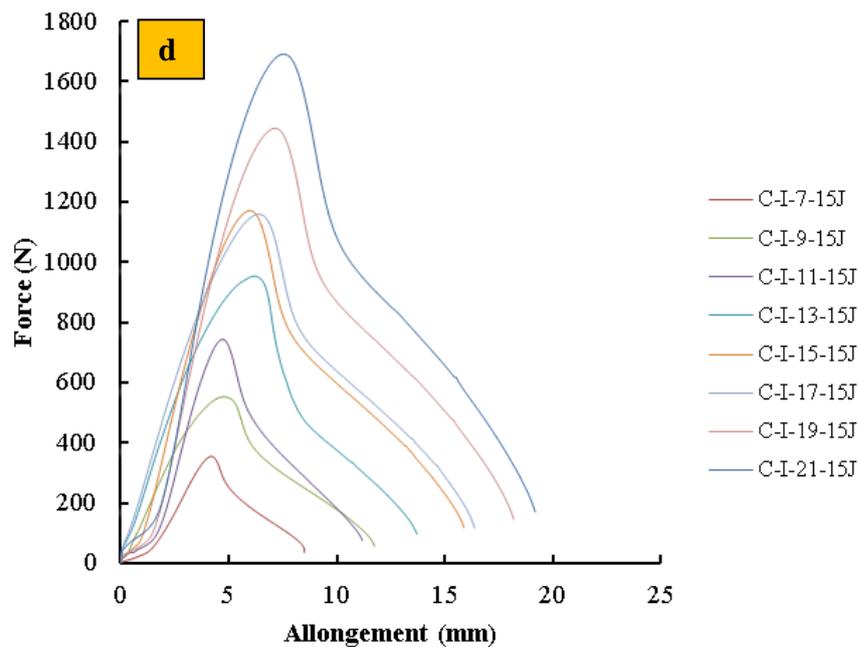
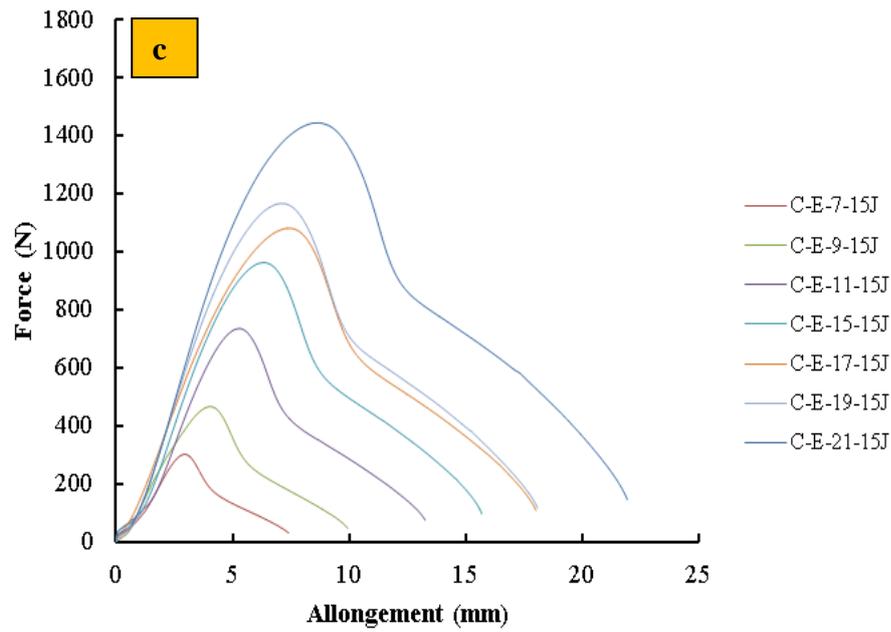
Les Figures (III.4a,b) montrent les courbes expérimentales charge-déplacement obtenues lors d'un essai de traction à vitesse constante pour différentes éprouvettes présentant différents longueurs de ligament et différentes couches (extérieure et intérieure), cas des enveloppes non vieilles. Les courbes ont la même allure, la forme de ces courbes confirme une rupture ductile pour ce type de matériau polymère avec plastification du ligament du HDPE-100. Dans ce mode de rupture la courbe force-déplacement indique une charge qui décroît lentement au-delà d'une force maximale, ce qui implique que la propagation de la fissure est généralement stable et se propage dans le sens perpendiculaire à la charge appliquée avec un amincissement prononcé (Thinning). La force maximale diminue quand la profondeur de l'entaille augmente. L'allure des courbes ne change pas quand la longueur du ligament diminue. Cela signifie que le mode de rupture des éprouvettes est indépendant de la longueur du ligament.





**Figure III.4:** Courbes charges-déplacements jusqu'à rupture sans vieillissement pour  $V= 10$  mm/mn, a) couche extérieure et b) couche intérieure.

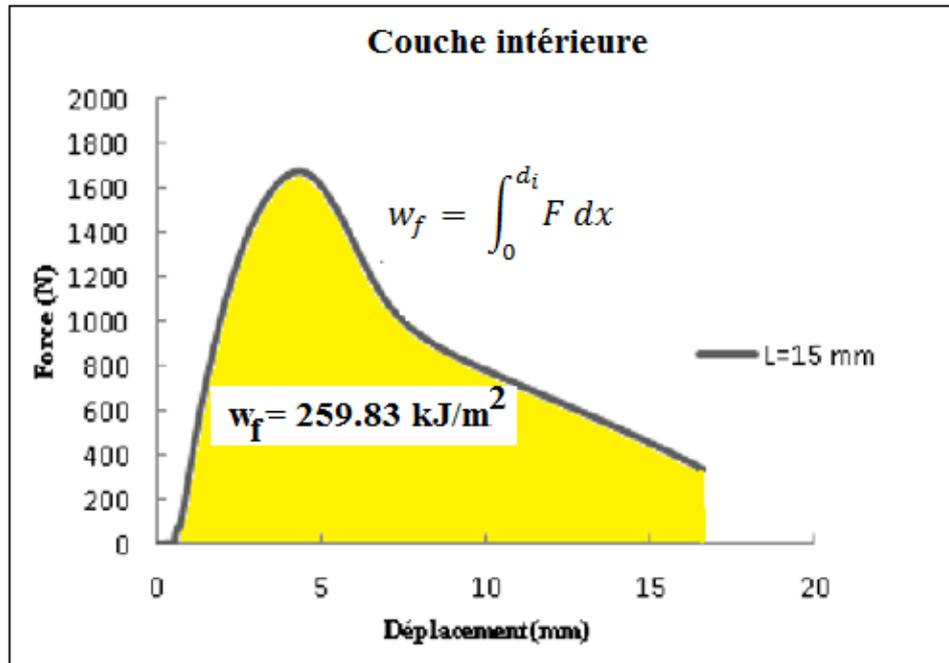
Les Figures (III.5c,d) illustrent les courbes charge-déplacement pour les éprouvettes vieilles pendant 15 jours dans le pétrole brut; pour différentes longueurs de ligament allant de 7 à 21 mm pour les deux couches (intérieure et extérieure). Une similitude de forme des courbes force-déplacement est observée quelle que soit la longueur du ligament. Ces courbes pressentent la même allure que celles non vieilles.



**Figure III.5:** Courbes charges-déplacements jusqu'à rupture vieilles dans le pétrole brut pendant 15 jours

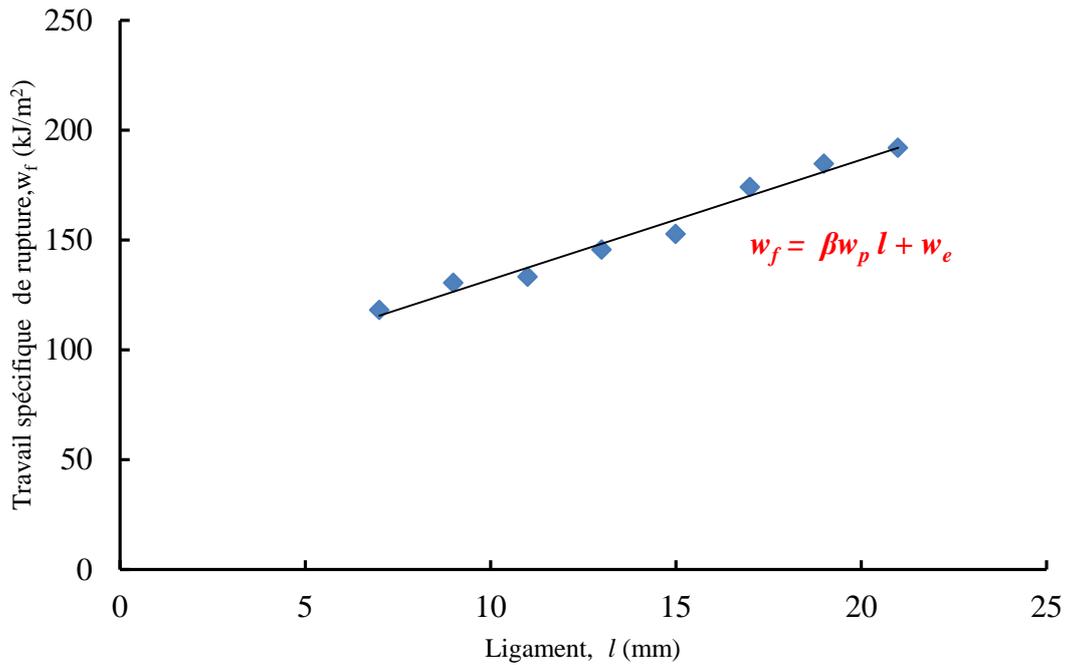
pour  $V = 10$  mm/mn, a) couche extérieure et b) couche intérieure.

Le principe de calcul de l'aire sous la courbe est illustre dans la Figure III.6. À partir des courbes force- déplacement et pour différents longueurs de ligament et différentes couches (intérieure et extérieure) en calcul l'énergie de rupture.



**Figure III.6:** Principe de calcul de l'énergie : l'aire sous la courbe force-déplacement, cas de la couche intérieure.

Les paramètres EWF sont déterminés en traçant l'énergie spécifique de rupture totale  $w_f$  en fonction de la longueur du ligament  $l$ . La valeur de  $w_e$  est déterminée par extrapolation de  $w_f$  à  $l = 0$  et la valeur de  $\beta w_p$  est la pente de la droite issue de la régression linéaire. La Figure III.7 montre une évolution linéaire de  $w_f$  en fonction de  $l$  sur l'ensemble de la région définissant le domaine de contrainte plane. Le travail essentiel est bien proportionnel à  $l$ , et le travail non essentiel  $w_p$  est proportionnel à  $l^2$ .



**Figure III.7:** Travail spécifique de rupture ( $w_f$ ) en fonction du ligament ( $l$ ), cas de la couche intérieure sans vieillissement.

Le tableau III.1 récapitule les résultats expérimentaux trouvés de cette étude.

**Tableau III.1:** Valeurs des résultats trouvées du PEHD 100.

Couche	Cas1: L'air libre		Cas 2 : PEHD expose au pétrole brut, 15J	
	$w_e$ (kJ/m <sup>2</sup> )	$\beta w_p$ (MJ/m <sup>3</sup> )	$w_e$ (kJ/m <sup>2</sup> )	$\beta w_p$ (MJ/m <sup>3</sup> )
Intérieure	77.40	5.460	38.46	9.432
Extérieure	32.36	9.279	20.47	10.02

Les valeurs de  $w_e$  obtenues pour les couches intérieure et extérieure soumises à l'air libre sont respectivement 77.40 kJ/m<sup>2</sup> et 32.36 kJ/m<sup>2</sup>. Il ressort de ces valeurs des ténacités expérimentales que la couche intérieure résiste mieux à la fissuration par rapport à la couche extérieure. Une diminution remarquable du travail essentiel de rupture et cela pour les deux couches immergées dans le pétrole brut pour la période étudié.

Ces valeurs sont en bon accord avec celles trouvées dans la littérature pour le PEHD s'échelonnant de 2 jusqu'à 100 kJ/m<sup>2</sup> [20,22,23]. Ceci est expliqué d'une

part par l'évolution de la cristallinité puisque le processus de fabrication implique un refroidissement différentiel et aussi une génération de contraintes résiduelles. La vitesse de refroidissement des polymères fondus a une influence prépondérante sur la valeur du taux de cristallinité. Le taux sera d'autant plus faible que la vitesse de refroidissement est élevée. Cette propriété est liée à la cinétique de cristallisation.

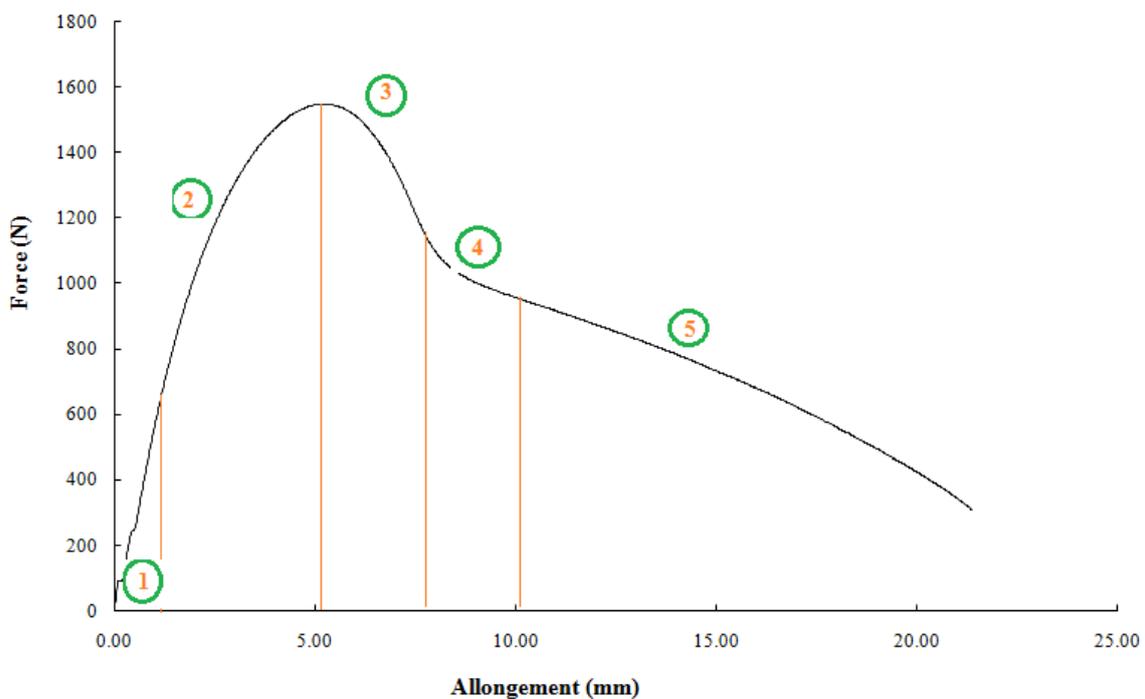
La vitesse de croissance varie avec la température et lorsque le produit est refroidi très rapidement, la structure cristalline n'a pas le temps de croître. En outre, la surface intérieure a eu suffisamment de temps pour se refroidir par convection libre. L. Hubert [24] a montré dans son travail que la cristallisation isotherme à haute température favorise l'augmentation de l'épaisseur cristalline est d'autant plus élevée que la vitesse de refroidissement est faible, à partir du fondu. De nombreuses recherches [25-29] ont montré que la cristallinité a une grande influence sur les propriétés mécaniques. Il est connu que le PEHD possède une grande proportion de régions cristallines que d'autres PE. L'étendue de ces régions et leur distribution sont déterminantes pour la limite élastique et la résistance sous contrainte environnementale [30]. D'autre part, le rôle des contraintes résiduelles sur la durée de vie des tubes en PE est aussi déterminant: Si les contraintes résiduelles sont compressives (négatives), l'effet est bénéfique car elles activent en réduisant la charge produite par la pression. Cependant, si elles sont de traction (positive), l'effet est défavorable car elles accentuent les contraintes appliquées.

Le polyéthylène montre une rupture fragile sous contrainte s'il est exposé aux liquides agressifs où la contrainte de fissuration abaisse les forces cohésives que maintiennent les molécules de liaison dans les zones cristallines, ceci facilite leur dégagement « pull-out » et leur démêlement des lamelles. En conséquence, la rupture est initiée à une valeur de contrainte en dessous du niveau critique du matériau [31].

Les déformations enregistrées sur la courbe pendant l'essai indique les étapes suivantes (Figure III.8):

- Zone (1), on observe un comportement élastique quasi-linéaire de la charge en fonction du déplacement.

- Partie (2), on observe une perte de linéarité jusqu'au maximum de la charge, expliquée par une ouverture et un début d'émoussement de la fissure, jusqu'à la plastification complète de la section du ligament (les deux zones plastiques se rejoignent au milieu du ligament).
- Ensuite, nous observons une chute brutale et rapide après le maximum jusqu'au point (3-4), entraînée par l'apparition et le développement de la restriction.
- Enfin, un écoulement plastique stationnaire, la fissure commence à s'étendre (4-5) à travers le ligament jusqu'à la rupture finale.

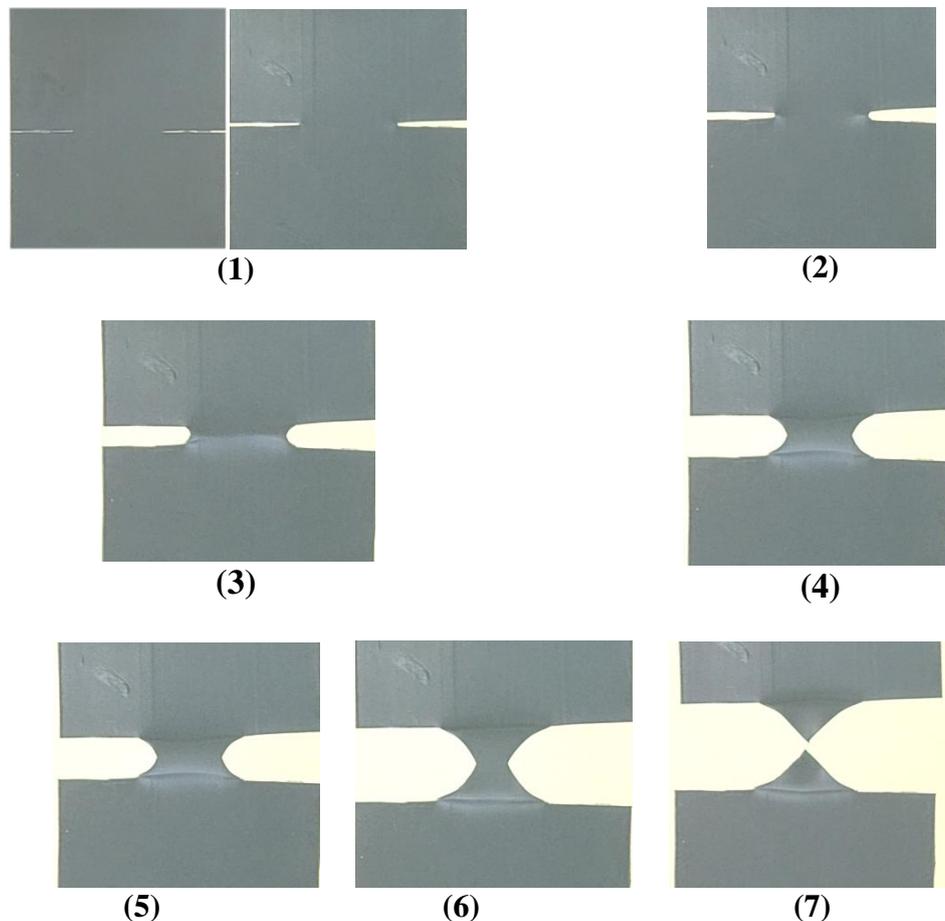


**Figure III.8:** Courbe de déformation charge–allongement du PEHD.

L'observation d'une éprouvette pendant l'essai de rupture indique la séquence des événements successifs

Une séquence d'images retrace le déroulement de l'essai de rupture (Figure III.9). L'observation des éprouvettes pendant l'essai a donné les observations des événements successifs suivants:

- a- l'ouverture et l'émoussement de l'extrémité initiale de la fissure (Figure III.8.1) ;
- b- développement de la plastification en tête de la fissure (Figure III.9.2) ;
- c- la plastification complète de la longueur du ligament avec la formation de la striction (Figure III.9.3) ;
- d- amorçage de la fissure et propagation de la striction (Figure III.9.4) ;
- e- cisaillement ductile du ligament (Figure III.9.5) ;
- f- étirage plastique et propagation rapide de la fissure (Figure III.9.6) ;
- g- Enfin, la rupture finale (Figure III.9.7).



**Figure III.9:** Observations de la propagation de la fissure sur une éprouvette lors d'un essai de traction.

#### III.4. l'influence du pétrole brut sur l'état de surface

La mesure de rugosité c'est un autre moyen pour voir la dégradation du polyéthylène haute densité.

La norme NF E 05-515 distingue six ordres de défauts de surface, du plus grand au plus petit :

1. Écart de forme (échelle macroscopique): défaut de planéité, de rectitude, de circularité;
2. Ondulation (échelle macroscopique): l'écart entre les crêtes est compris entre 0.5 et 2.5 mm;
3. Stries et sillons (défauts périodiques ou pseudo-périodiques, échelle microscopique): l'écart entre les crêtes est inférieur ou égal à 0.5 mm;
4. Défauts localisés (échelle microscopique): marque d'outil, arrachement, fente, piquûre, ... ;
5. Structure cristalline (échelle mésoscopique);
6. Réseau cristallin (échelle nanoscopique).

La rugosité concerne les défauts d'ordre 3 et 4: défaut d'une largeur inférieure à 0.5 mm (500  $\mu\text{m}$ ), périodiques (stries, sillons) ou localisés.

Les défauts de surface sont définies par comparaison avec une ligne "moyenne" et sont classées en deux catégories: des aspérités ou "pics" et des cavités ou "creux". L'ensemble de ces défauts constitue la rugosité.

#### ***III.4.1. Défauts de rugosité***

Les défauts de rugosité possèdent une grande influence sur les fonctions des surfaces.

- ❖ Le frottement de glissement et de roulement,
- ❖ La résistance au matage,
- ❖ L'étanchéité,
- ❖ La résistance à l'écoulement des fluides,
- ❖ La facilité d'accrochage des revêtements,
- ❖ La résistance aux efforts alternés.

En ce qui concerne les critères de rugosité les plus utilisés, on peut citer:

- ✓ Ra: Ecart moyen arithmétique de rugosité.

Le Ra est égal à la moyenne arithmétique de la valeur absolue d'ordonnée Y entre chaque point du profil et la ligne moyenne figure III.2a, ce paramètre "moyen" permet de donner une indication générale résumant les autres paramètres de rugosité d'une surface donnée, et est par conséquent fréquemment utilisé.

$$R_a = \frac{1}{l} \int_0^l |Y| dx = \frac{\Sigma(\text{aires}+) + \Sigma(\text{aires}-)}{l} \quad (\text{III.5})$$

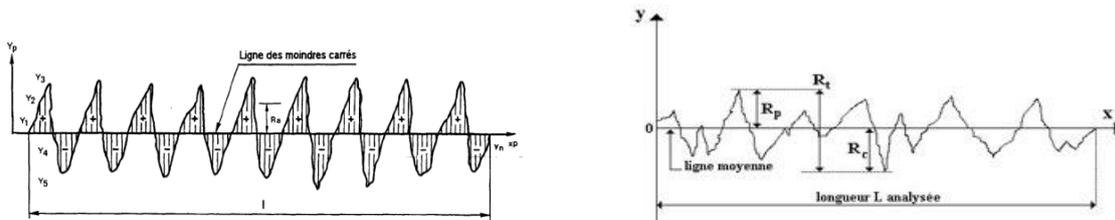
✓  $R_t$ : Rugosité totale.

Elle correspond à la somme du pic maximal et du creux maximal observé sur la longueur analysée (figure III.9 b),  $R_t = R_p + R_v$  (III.6)

✓  $R_z$ : Profondeur moyenne de rugosité sur 10 longueurs de base.

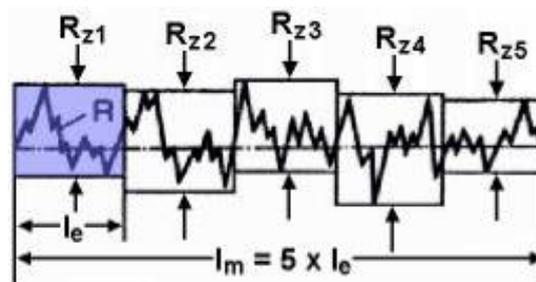
$$R_z = \frac{R_{z1} + R_{z2} + R_{z3} + R_{z4} + R_{z5}}{5} \quad (\text{III.7})$$

D'après la Norme ISO 4287/1,  $R_z$  c'est la hauteur des irrégularités d'après dix points  $R_z$  est la distance moyenne entre les cinq points les plus hauts des saillies et les cinq points les plus bas des creux, se trouvant dans les limites de la longueur de base, mesurée à partir d'une ligne parallèle à la ligne moyenne et ne coupant pas le profil.



a) Rugosité moyenne arithmétique  $R_a$ .

b) Rugosité totale  $R_t$ .



c) Rugosité moyenne en 10 points  $R_z$ .

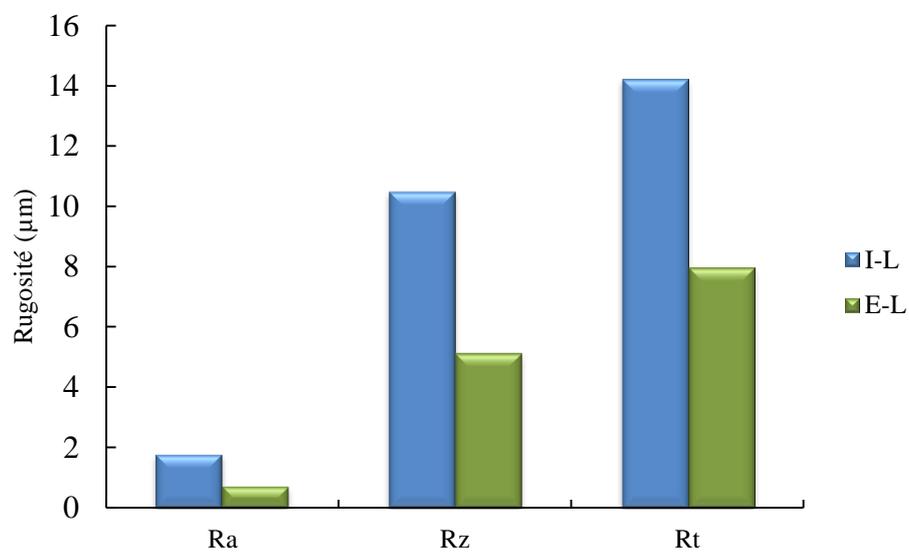
**Figure III.10:** Représentation des rugosités

Les histogrammes de l'évolution de  $R_a$ ,  $R_z$  et  $R_t$  en fonction du temps sont reportées successivement Figure (III. 11)

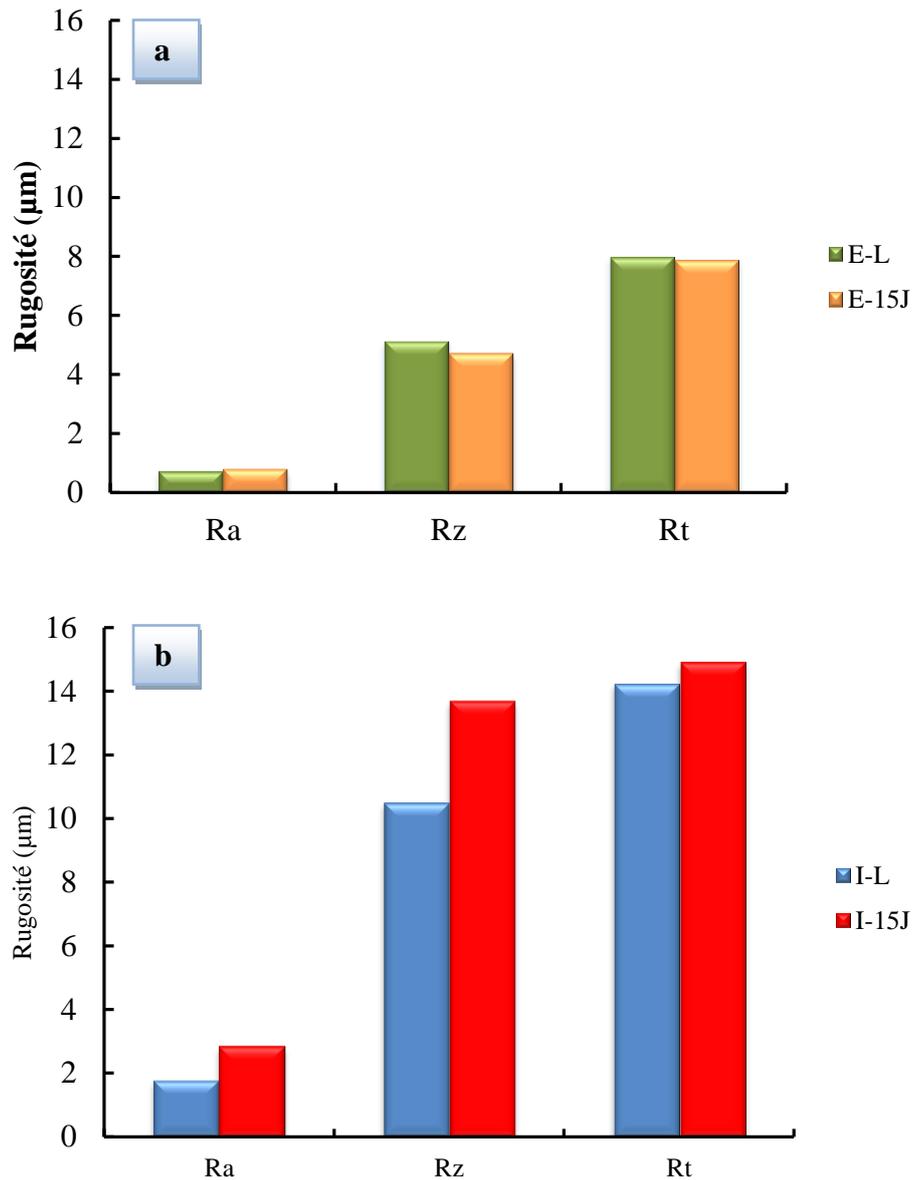
L'histogramme (Figure III. 11) tracés en fonction des résultats de mesure obtenus de deux couches (intérieure et extérieure) à l'état brut montrent (comme reçu) clairement que la couche intérieure est plus rugueuse que la couche

extérieure. Cela est peut être expliqué par le procédé de fabrication à la sortie du tube la surface extérieure est en contact avec la filière ce qui donne une surface lisse.

L'effet de l'exposition des éprouvettes au pétrole est remarquable sur la valeur de la rugosité figure. Cette dernière augmente en fonction du temps de l'émergence donc le pétrole à un effet néfaste sur la rugosité des surfaces polyéthylène.



**Figure III.11:** Variation de des critères de la rugosité pour les deux couches à l'état brut.



**Figure III.12:** Variation des critères de la rugosité pour les deux couches exposées pendant 15 jours au pétrole brut.

### III.5. Conclusion

Dans cette étude, des expériences de vieillissement par pétrole brut à température ambiante ont été menées pour évaluer l'énergie de rupture en termes de  $w_e$  d'un tube en PEHD, utilisés dans les réseaux de distribution gaz. La variation de la masse des éprouvettes de PE issues de différentes couches (intérieure et extérieure) dans le pétrole a été étudiée. Il a été démontré que l'exposition de 15 jours entraîne une augmentation de la masse des éprouvettes et une modification de leurs propriétés mécaniques. Ainsi qu'une augmentation de la rugosité.

**Références bibliographiques**

- [1] Choi, Y.-S.; Chung, M.-K.; Kim, J.-G. Effects of cyclic stress and insulation on the corrosion fatigue properties of thermally insulated pipeline. *Mater. Sci. Eng.* 2004, 384, 47–56.
- [2]Verdu, J. Effect of aging on the mechanical-properties of polymeric materials. *J. Macromol. Sci. Pure Appl. Chem.* 1994, A31, 1383–1398.
- [3] Schouwenaars, R.; Jacobo, V.H.; Ramos, E.; Ortiz, A. Slow crack growth and failure induced by manufacturing defects in HDPE-tubes. *Eng. Fail. Anal.* 2007, 14, 1124–1134.
- [4] Choi, B.-H.; Chudnovsky, A.; Paradkar, R.; Michie, W.; Zhou, Z.; Cham, P.-M. Experimental and theoretical investigation of stresscorrosion crack (SCC) growth of polyethylene pipes. *Polym. Degrad. Stabil.* 2009, 94, 859–867.
- [5] Frank, A.; Pinter, G.; Lang, R.W. Prediction of the remaining lifetime of polyethylene pipes after up to 30 years in use. *Polym. Test.* 2009, 28, 737–745.
- [6] Zanasi, T.; Fabbri, E.; Pilati, F. Qualification of pipe-grade HDPEs: Part I, development of a suitable accelerated ageing method. *Polym. Test.* 2009, 28, 96–102.
- [7] J.R. Rice, A path independent integral and the approximate analysis of strain concentration by notches and cracks. *J Appl Mech* 1968, 35, 379–386.
- [8] G.P. Cherepanov, Cracks in solids, *Inter. J. Solids Struct.*, 1968, 4, 811–831.
- [9] A.M.E. Baker, A.H. Windle, Evidence for a partially ordered component in polyethylene from wide-angle X-ray diffraction, *Polymer*, 2001, 667–680.
- [10] Paul J. Flory, Do Y. Yoon, K.A. Dill, The interphase in lamellar semicrystalline polymers, *Macromolecules*, 1984, 17, 862–868.
- [11] Sanat K. Kumar, Do Y. Yoon, Lattice model for crystal-amorphous interphases in lamellar semicrystalline polymers: effects of tight-fold energy and chain incidence density, *Macromolecules*, 1989, 22, 3458–3465.
- [12] S. Rastogi, Ann E. Terry, Morphological implications of the interphase bridging crystalline and amorphous regions in semi-crystalline polymers, *Advances in Polymer Science*, 2005, 180, 161–194.
- [13] P.B. Bowden, R.J. Young, Deformation mechanisms in crystalline polymers. *J. Mater. Sci.*, 1974, 9, 2034–2051.
- [14] Struik, L.C.E. Mechanical behaviour and physical ageing of semicrystalline

polymers: 4. Polymer 1989, 30, 815–830.

[15] K. B. Broberg, Critical review of some theories in fracture mechanics, International Journal Fracture Mechanics, 1968, 4, 11–19.

[16] B.Cotterell, J. K.reddell, The essential work of plane stress ductile fracture – International Journal of Fracture, 1977, 13, p. 267–277.

[17] B.Cotterell, Y.–W, MAI, Plane stress ductile fracture – Advances in Fracture Research (Fracture 81), Cannes, France, 1982, 4,1683–1695.

[18] H. J. Kwon and P.-Y. B. Jar, New energy partitioning approach to the measurement of plane-strain fracture toughness of high-density polyethylene based on the concept of essential work of fracture, Eng. Fract. Mech., 2007, vol. 74, no. 16, pp. 2471–2480.

[19] F. M. Peres, J. R. Tarpani, and C. G. Schön, Essential Work of Fracture Testing Method Applied to Medium Density Polyethylene,Procedia Mater. Sci.,

[20] M. Elmeguenni, M. Naït-Abdelaziz, F. Zaïri, J. M. Gloaguen, Fracture characterization of high-density polyethylene pipe materials using the J -integral and the essential work of fracture, Int. J. Fracture, 20131, 83, 119–133.

[21] Hong-NgaVU,Etude des relations microstructure-propriétés de polymères semi-cristallins par la méthode "Essential Work of Fracture", thèse de doctorat, Lyon 2009.

[22] H. J. Kwon and P.-Y. B. Jar, New energy partitioning approach to the measurement of plane-strain fracture toughness of high-density polyethylene based on the concept of essential work of fracture, Eng. Fract. Mech., 2007, vol. 74, no. 16, pp. 2471–2480.

[23] Han L, Deng Y, Liu C. Int J Pres Ves Pip 1999;76(9):647.

[24].L. Hubert, R. Séguéla, G.Vigier, C. Degoulet, Y. Germain, Physical and mechanical properties of polyethylene for pipes in relation to molecular architecture. I. Microstructure and crystallization kinetics, Polymer 42 (2001), 8425-8434.

[25] L. Alimi, W. Ghabeche, W. Chaoui, K. Chaoui, Mechanical properties study in extruded HDPE-80 pipe wall used for natural gas distribution, Matériaux & Techniques, 2011, 100, 79–86.

[26] N. Kiass, R. Khelif, L. Boulanour, K. Chaoui, Experimental Approach to

Mechanical Property Variability through a High-density Polyethylene Gas

Pipe Wall, *J. Appl. Polymer Sci.*, 2005,97, 272–281.

[27] J.M. Schultz, *Polymer Materials Science*, Prentice-Hall International Series, New Jersey, Chap. 11, 1974.

[28] S.G. Luckey Jr, J.M. Henslaw, C. Dewan, G.M. Eltanany, D. Teers, *Engineering Failure Analysis*, 2001, 8, 361–370.

[29] Thomas R. Kratochvilla, H. d. Muschik, determination of slow crack growth with media-tensile creep tests Influencing parameters and comparability, 7th Austrian Polymer Meeting 4-6.juli 2005 TU-Graz.

[30] S. Humbert, O. Lame, G.Vigier, Polyethylene yielding behaviour: What is behind the correlation between yield stress and crystallinity, *Polymer*, 2009, 50, 3755–3761.

[31] N. Brown, X. Lu, 1995, A fundamental theory for slow crack growth in polyethylene, *Polymer*, p, 543-548.

# **Conclusion générale**

## Conclusion générale

Cette étude se focalise sur l'évaluation expérimentale de l'énergie de rupture d'un tube en polyéthylène de haute densité exposé à l'effet du pétrole brut pendant 15 jours. La quantification de la ténacité ( $w_e$ ), issue de du travail essentiel de rupture, à travers deux couches distinctes (intérieure et extérieure) d'un tube en HDPE-100 employé dans les réseaux de distribution de gaz ; en utilisant des éprouvettes à double entaille DENT. Variation du gain en masse du polyéthylène vierge en fonction du temps d'immersion pour les deux couches (extérieure et intérieure) est explorée. La mesure les trois critères de la rugosité est indicateur de dégradation du matériau.

Les résultats obtenus ont conduits aux conclusions suivantes :

- La méthode EWF est une méthode très simple pour caractériser le comportement à la rupture des matériaux ductiles.
- Il y a une possibilité certaine pour accéder expérimentalement à la valeur de  $w_e$  à travers la paroi d'un tube en HDPE-100 représentée par deux couches (extérieure et intérieure).
- Les valeurs de  $w_e$  obtenues pour les couches (intérieure et extérieure) sont respectivement 7740.744 et 3236.36 kJ/m<sup>2</sup>, elles indiquent une variation de l'ordre de 58.19% entre les couches interne et externe à l'état brut.
- Une diminution de l'énergie de rupture de 46.77% pour du PEHD exposé au pétrole brut.
- La ténacité décroît de l'intérieur vers l'extérieur.
- Il est accepté que, la couche intérieure résiste mieux à la propagation de la fissuration par rapport à la couche extérieure.
- Le mode de rupture est indépendant de la longueur du ligament initial dans l'éprouvette
- Le mécanisme de rupture constaté dans les deux couches du tube PEHD-100 est plutôt ductile et le mode de rupture reste indépendant de la longueur des ligaments.

- 
- L'analyse réalisée a montré que la rugosité c'est un facteur qui peut identifier la dégradation du PEHD vis-à-vis de son vieillissement par immersion dans le pétrole.
  - D'autre part, l'affinité fluide-polymère est un aspect très important, qui contribue aux coefficients de diffusion relativement élevés mesurés.
  - Il est remarqué que la couche extérieure montre une sorption plus élevée du pétrole par rapport à la couche intérieure.