REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

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



THÈSE

Présentée pour obtenir le grade de

DOCTEUR

Spécialité: Génie Mécanique

Option: Construction

Par

Mounia KADDECHE

Étude de la rupture du polyéthylène sous charge constante

Directeur de thèse: Pr Kar

Pr Kamel CHAOUI

Université d'Annaba

Devant le jury :

Président: Examinateur: Examinateur: Examinateur: Examinateur: Pr M.A. YALLESEPr I. AMARAPr A. AMIRATPr M. NAIT-ABDELAZIZDr A. BELBAH

Université de Guelma Université de Constantine Université d'Annaba Université de Lille, France Université de Guelma Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier mon Seigneur Miséricordieux par essence et par excellence de m'avoir permis d'accomplir cette thèse avec succès car Il est digne de louange et de glorification.

L'ensemble de ce travail a été réalisé au sein du laboratoire (LR3MI), de l'université d'Annaba. Néanmoins une partie des essais a été réalisée au sein du laboratoire de Mécanique et Structures (LMS) de l'université de Guelma et une seconde partie au sein du laboratoire Génie Civil de l'université d'Annaba.

Je tiens à exprimer toute ma gratitude à mon directeur de thèse, Pr Kamel CHAOUI. Je tiens à souligner à quel point j'ai apprécié de travailler avec lui tant d'un point de vue professionnel qu'humain. Son bureau est un lieu de discussions ouvertes, sincères et sans concession. Sa grande disponibilité malgré un nombre de sollicitations toujours grandissant, sa rigueur et son excellence scientifique et pédagogique, sa volonté de considérer chaque doctorant comme un chercheur à part entière, sont des qualités qui méritent d'être soulignées.

Je souhaite aussi remercier Pr Mohamed Athmane YALLESE, chef de l'équipe coupe des métaux au sein du LMS université de Guelma et Dr Salim BELHADI membre de la même équipe ainsi que Pr Lakhdar BOULANOUAR directeur du laboratoire de Recherche des Technologies Avancées en Production Mécanique (LRTAPM), université d'Annaba pour leur disponibilité et leurs précieux conseils. Je remercie aussi l'ensemble des membres du Laboratoire de recherche (LR3MI) avec qui j'ai eu la chance de travailler au cours de cette thèse. J'y ai côtoyé des personnes passionnées et d'un niveau scientifique remarquable.

Je présente aussi mes remerciements à Pr Mohamed Athmane YALLESE pour avoir accepté de présider mon jury de soutenance de thèse. Je tiens également à remercier les examinateurs de thèse Pr M. NAIT-ABDELAZIZ, Pr I. AMARA, Pr A. AMIRAT et Dr BELBAH. Leurs conseils m'ont permis de prendre un recul considérable à l'égard de mon travail.

Par ailleurs, je souhaite également remercier toutes mes amies et collègues qui m'ont fourni un support exceptionnel notamment Dr Nadjette KIASS, Mme Wafia GHABECHE, Melle Latifa ALIMI, Dr Souheila REHHAB, Melle Afef AZZI et Melle Hanna FADDA.

Enfin, je remercie les techniciens du département de Génie Mécanique de l'université de Guelma.

Résumé:

Du fait de leurs excellentes propriétés mécaniques, les PEHD de dernière génération ne peuvent être discriminés par des tests usuels de durée de vie, qui conditionnent la mise en service. Progresser dans la compréhension du comportement du HDPE tubulaire et tenter de mettre en place des tests mécaniques à court terme permettant de mieux maitriser leur comportement est l'objectif principal de cette thèse.

Les pipelines en HDPE sont des structures importantes dans les infrastructures de transport de fluides et jouent un rôle déterminant pour le développement des pays de par la facilité et la flexibilité des réseaux construits sur plusieurs centaines de kilomètres. Ils constituent aussi des moyens d'approvisionnement et de satisfaction des besoins exprimés par les marchés de l'énergie. De nos jours différents réseaux de transport et de distribution de gaz, d'eau ou de pétrole sont construits à des coûts élevés pour réduire les trafics de véhicules routiers ou de pétroliers maritimes. Les pipelines sont des moyens de transport fiables, économiques et écologiques lorsque les éléments de conception et de fabrication sont respectés et les normes requises sont appliquées.

Dans ce travail, nous avons fixé comme objectif la contribution à l'examen de la résistance à la rupture des tubes les plus convoités dans les différents réseaux. Il s'agit des tubes en polyéthylène de haute densité. L'examen de cette résistance passe par l'étude des contraintes résiduelles pour les matériaux viscoélastiques et la détermination du gradient des propriétés mécaniques telles que la ténacité, la résilience et la limite d'élasticité, entre les différentes couches du tube.

Cette étude nécessite l'utilisation d'éprouvettes d'essais extraites directement à partir du tube pour préserver l'historique thermomécanique du matériau. De telles éprouvettes sont obtenues uniquement par usinage. Une importante partie des travaux a été consacrée à l'optimisation des opérations de tournage du HDPE tubulaire pour mieux maitriser la fabrication des éprouvettes standards servant ensuite à la caractérisation des différentes propriétés du matériau.

Mots clés : Polyéthylène ; Contraintes ; Déformations ; Propriétés mécaniques ; Rupture

Abstract:

Because of their excellent mechanical properties, HDPE latest generation cannot be discriminated by conventional tests of life, which condition commissioning. Progress in understanding the behavior of HDPE pipe and try to implement short-term mechanical tests to better control their behavior is the main objective of this thesis.

HDPE pipelines are important structures in infrastructure for transporting fluids and play a key role in the development of countries in the ease and flexibility of networks built over several hundred kilometers. They also provide a means of supply and meeting the needs expressed by the energy markets. Nowadays various transmission and distribution of gas, oil or water are built with high costs to reduce traffic of road vehicles or marine oil.

Pipelines are reliable, economical and environmentally friendly means of transport when design elements and manufacturing have been met and the required standards have been applied.

In this work, we have set a target contribution to the review of the tensile strength of the most coveted in the various networks tubes. The consideration of this resistance involves the study of the residual stress remaining viscoelastic materials and for determining the gradient of the mechanical properties such as toughness, impact strength and the yield strength, between the various layers of the tube.

This study requires the use of specimens extracted directly from the pipe to preserve the thermo-mechanical history of the material. Such test specimens are only obtained by machining. An important part of this study was dedicated to optimize machining operations of HDPE.

Key words : Polyethylene ; Stress ; Strain ; Mechanical properties; Failure

ميكانيكية البوليئيثيلين عالى الكثافة (HDPE) لا يمكن تقييمه له أنابيب البوليئيثيلين عالى معهودة مدى ديمومته. فهم و وضع اختبارات ميكانيكية على المدى القصير هو الهدف المنشود لهذه أنابيب البوليئيثيلين هي هياكل هامة البنية التحتية رئيسيا تنمية بفضل مرونتها وسهولة تركيب ومدخطوط لمئات الكيلومترا فأنها وسيلة تلببة احتباجات ناحية وتوزيع التكالبف المياه الأنابيب وسيلة واقتصادية وصديقة للبيئة استيفاء التصميم والتصنيع لمعايير هدفنا هو المساهمة في هذ هذه الأنابيب. ينطوي أنابيب البوليئيثيلين الميكانيكية الإجهادات المتبقية و تحديد

الأنابيب.

:

هذه الدراسة تتطلب استخدام العينات المستخرجة مباشرة من الأنبوب لمزيد من الدقة في دراسة الخصائص الميكانيكية للأنابيب. هذه عينات لا يمكن التعليما الا بالتشغيل. ل تم تخصيص جزء مهم من هذه الدراسة لتحديد الظروف المثالية للحصول على العينات.

الكلمات المفتاحية: البوليئيثيلين الإجهادات التشوهات ـ ميكانيكية

Liste des figures:

Figure I.1: Arrangement des chaînes a) micelles frangées, b et c) repliements successifs
serrés et désordonnés 6
Figure I.2: Réorganisation structurale; passage d'une morphologie lamellaire à fibrillaire 7
Figure I.3: Morphologie des polymères semi-cristallins: a) chaines macromoléculaires, b) et
c) couches de phases amorphe et cristalline, d) sphérolites
Figure I.4: Micro-mécanismes de création de microcavités dans un polymère semi-cristallin
Figure I.5: Schéma de formation des craquelures dans le polyéthylène, et observation des
défauts microstructuraux par MEB dans le PEHD 12
Figure I.6: Comparaison des propriétés mécaniques du PE par rapport à une sélection de polymères
Figure I.7: Sensibilité du HDPE à la vitesse de la déformation (a) et à la température (b)
Figure I.8: (a)-Effet de la masse moléculaire sur la réponse en contrainte, (b) et (c)- Vues agrandies
Figure I.9: Réponse Viscoélastique d'un matériau à une excitation sinusoïdale17
Figure I.10: Module complexe de plusieurs PE en fonction de la température, mesuré à 1 Hz et 3°C/min
Figure I.11: Variation du module de Young E en fonction du taux de cristallinité volumique et la masse volumique pour le PE
Figure I.12: Représentation semi-développée de la chaine macromoléculaire du polyéthylène
Figure I.13: Représentation des différentes échelles structurelles d'un matériau polymère
Figure I.14: Polymérisation du polyéthylène

Figure I.15: Conformations locales du polyéthylène a) Rotation d'une liaison covalente; b)
Convention d'angle de Newmann; c) Potentiel d'interaction25
Figure I.16: Conformations globales de la chaine macromoléculaire du polyéthylène; a) Pelote statistique; b) Zigzag plan
Figure I.17: Maille cristalline du polyéthylène
Figure I.18: Morphologie semi-cristalline du polyéthylène
Figure I.19: Représentation schématique d'un sphérolite et des lamelles le constituent
Figure I.20: Sphérolites d'un polyéthylène observés en microscopie optique en lumière polarisée
Figure II.1: Processus d'obtention du Polyéthylène40
Figure II.2: Rupture de tubes de PE sous pression hydrostatique41
Figure II.3: Représentation muli-échelle de la structure du PEHD42
Figure II.4: Marquage des tubes en PE45
Figure II.5: Exemple de marquage d'un tube d'eau potable45
Figure II.6: Exemple d'un tube en PE endommagé47
Figure II.7: Calcul du rayon de courbure d'une canalisation en PE47
Figure II.8: Fabrication des tubes en PE49Figure II.9: Echantillon fabriqué à STPM Chiali51
Figure II.10: Montage du dynamomètre sur la table de la machine55
Figure II.11: Exemple d'acquisition du logiciel "DYNOWARE" lors de l'usinage du HDPE 100
Figure II.12: Opérations de tournage du tube en PE 100: (a) alésage, (b) chariotage
Figure II.13: dispositions des feuilles dans la paroi du tube60
Figure II.14: Feuille extraite du tube en PE 100 après tournage60

Figu	re II.15:	Différe	ents types d'é	chanti	llon utilise	és pour	r les critères	énergé	étiques glob	oaux:
(a)	DENT	ou	DDENT;	(b)	SENT	ou	DSENT;	(c)	DCNT;	(d)
SEN	B	•••••			•••••	•••••		•••••		62
Figu	re II.16: [Dispos	itif pour la dé	coupe	des spécin	nens				63
Figu	ı re II.17: r	éalisat	ion des notch	s				•••••		63
Figu	ı re II.18: E	Eprouv	ette SENT ut	ilisée.						64
Figu	ı re II.19: P	Prépara	tion des épro	uvette	s haltères.					64
Figu	ıre II.20 -	a: Di	nensions des	éproi	ivettes hal	tères o	de traction s	selon la	a norme A	STM
D63	8 type 4					•••••				65
	-1	b: Epr	ouvettes haltè	eres uti	lisées					65
Figu	ıre II.21: N	Aachir	ne d'essai univ	verselle	e Type Zw	ick 112	20			66
Fign	ıre II.22: F	Différe	ntes méthode	s de de	ST Scoupage d	les tub	es			67
Figu	mo II 22 , F	Dáforn	ntion das con	obos d	long la tom					67
rigi	II C 11.23. L			iches c		ıps	•••••	•••••	• • • • • • • • • • • • • • • • • •	07
Figu	ire 11.24: P	Prépara	ition des épro	uvette	S	• • • • • • • • •	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •		•••••	68
Figu	ire II.25: E	Eprouv	ettes de diam	ètre ex	térieur 20	0mm				69
Figu	re II.26: (Géomé	trie et dimens	sions s	elon ASTN	A 399-	90			71
Figu	re II.27: [Dispos	itif de l'essai	de cho	c ZWIKI :	5113				73
Figu	re II.28:	Eprou	vette de cho	oc Ch	arpy dem	i-produ	uit sur les	appuis	de la mac	chine
••••				•••••		•••••				73
Figu	re III.1:	Equip	ements utilis	sés: (a	a) Dyname	omètre	piézoélectr	rique (Kistler 925	57B),
amp	lificateur e	t PC a	wec software	pour	l'acquisitic	on des	données; (b)	Rugos	simètre (Su	rftest
301	Mitutoyo)	; (c) P	yromètre infra	arouge	(Rayner	3I);	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	• • • • • • • • • •		82
Figu	re III.2: P	rofils	théoriques de	la rug	osité			•••••		84
Figu	re III.3 :	Profils	de rugosité o	obtenu	s lors de l'	usinag	e du HDPE-	-100 et	HDPE-80 ((ap =
2 mi	m et Vc = 1	18 m/	min)					•••••	••••••	.86

Figure III.4: Observations microscopiques de l'état de surface lors du tournage du HDPE-
100 et HDPE-80 (ap = 2 mm et Vc = 118 m/min)87
Figure III.5: Effet de la vitesse de coupe sur la rugosité de surface ($f = 0.14$ mm/tr et ap = 2
mm)
Figure III.6: Effet de l'avance sur la rugosité de surface (ap = $2 \text{ mm et Vc} = 314 \text{m/min}$)88
Figure III.7: Effet de la profondeur de passe sur la rugosité de surface (f = 0.14 mm/tr et Vc
= 314 m/min)
Figure III.8: Graphiques des effets principaux pour Ra
Figure III.9: Graphiques des effets principaux pour Rt90
Figure III.10: Graphiques des effets principaux pour Rz90
Figure III.11: Diagramme des interactions pour Ra91
Figure III.12: Diagramme des interactions pour Rt
Figure III.13: Diagramme des interactions pour Rz91
Figure III.14: Les surfaces de réponses et les graphes de contour des rugosités en fonction
de Vc et f
Figure III.15: Effet de la vitesse de coupe sur les efforts de coupe ($f = 0.14$ mm/tr et ap = 2
mm)95
mm)
 mm)95 Figure 16: Effet de l'avance sur les efforts de coupe (Vc = 223 m/min et ap = 2 mm)95 Figure III.17: Effet de la profondeur de passe sur les efforts de coupe Vc = 118 m/min et f
 mm)
mm)
 mm)
mm)
mm)
 mm)

Figure IV.1: Principe d'action de la pression figée: (a) Profil de pression dans l'épaisseur et
(b) géométrie avant éjection (trait discontinu), expansion indépendante de chaque couche (en
grisé) et géométrie après expansion moyenne (trait gras)118
Figure IV.2: Découpe suivant la génératrice et profil de contrainte avant l'ouverture121
Figure IV.3: Influence de l'ouverture des tubes en fonction de la dépression122
Figure IV.4: Distribution des contraintes résiduelles dues au refroidissement122
Figure IV.5: Pelage d'une épaisseur de plaque
Figure IV.6: Mesure des déformations en surface en usinant une fissure125
Figure IV.7: Pelage d'une épaisseur de tube125
Figure IV.8: Relaxation des contraintes dans le polyéthylène
Figure IV.9: Déflexion des spécimens129
Figure IV.10 : Déformation des spécimens à l'air libre en fonction du temps130
Figure IV.11: Déformation des spécimens dans différents Milieux d'imprégnation en
fonction du temps (tube HDPE-100 Eau)131
Figure IV.12: Déformation des anneaux usinés à partir d'un tube en PE-100 (Gaz), dans
différents Milieux en fonction du temps132
Figure IV 12. Déformation des échantillans des tubes (Eau at Caz), dans différents Miliaur
Figure 1V.15: Deformation des echantinons des tudes (Eau et Gaz), dans differents Mineux
en fonction du temps
rigure IV.13: Deformation des échantilions des tubes (Eau et Gaz), dans différents Milleux en fonction du temps
Figure IV.13: Deformation des echantinons des tubes (Eau et Gaz), dans differents Minleux en fonction du temps
Figure IV.13: Deformation des echantmons des tubes (Eau et Gaz), dans differents Mineux en fonction du temps
Figure IV.13: Deformation des echantilions des tubes (Eau et Gaz), dans differents Minleux en fonction du temps

Figure IV.21: Contraintes relaxées des anneaux usinés à partir d'un tube en PE-100 (Eau),dans différents Milieux en fonction du temps
Figure IV.22: Contraintes relaxées des anneaux usinés à partir d'un tube en PE-100 (Gaz), dans différents Milieux en fonction du temps
Figure IV.23: Evolution des contraintes relaxées à travers la paroi d'un tube en HDPE140
Figure IV.24: Variation du module de fluage pour les tubes en MDPE141
Figure IV.25: Courbe de tendance d'évolution du module de fluage pour le PE3408IIC141
Figure IV.26:Evolution des contraintes résiduelles à travers la paroi du tube enHDPE100
Figure IV.27: Distributions possibles des contraintes résiduelles à travers les parois des pipes
Figure V.1: Intégrale de Contour154
Figure V.2: Plaque infinie fissurée
Figure V.3: Schéma d'une éprouvette DENT avec deux zones de dissipation d'énergie158
Figure V.4 : Schéma de la zone de processus de rupture au bout de la fissure dans le cas des polymère vitreux (a) et des polymères ductiles (b)
Figure V.5: Relation entre le travail total spécifique de rupture et la longueur de ligament
Figure V.6: Partitionnement d'énergie 164
Figure V.7: Courbes contraintes-déformations d'une même couche du tube en HDPE- 100(eau)
Figure V.8: Evolution du module d'élasticité à travers la paroi d'un tube en HDPE-100167
Figure V.9 : Evolution de la contrainte à l'écoulement à travers la paroi d'un tube en HDPE- 100
Figure V.10: Evolution de la contrainte nominale d'étirage à travers la paroi d'un tube en HDPE-100 (eau)

Figure V.11: Déformation à la rupture à travers la paroi du tube en HDPE 80170
Figure V.12: Evolution de la déformation à la rupture à travers la paroi d'un tube en HDPE-
100170
Figure V.13: Etape de formulation des craquelures pour un polymère semi-cristallin171
Figure V.14: Déformation dans les zones diagonales des sphérolites: (a) état non déformé,
(b) extension de la phase amorphe, (c) fragmentation des lamelles cristallines, (d) alignement
des fragments selon la direction d'étirage172
Figure V.15: Microstructure d'une craquelure
Figure V.16: Processus de déformation des éprouvettes en HDPE-100 de type SEN177
Figure V.17: Diagrammes force-Déplacement de la couche externe du tube178
Figure V.18: Energie par unité d'épaisseur pour la couche externe du tube179
Figure V.19: <i>J</i> en fonction des déplacements pour la couche externe du tube179
Figure VI.1: Disposition des arcs dans le tube
Figure VI.2: Spécimens du lot 2190
Figure VI.3: Valeurs corrigées des énergies de chocs en fonction de la complaisance192
Figure VI.4: Evolution de la résilience dans d'un tube en HDPE (sens radial et
longitudinal)193
Figure VI.5: Evolution de la résilience à travers la paroi du tube en HDPE-100195

Liste des tableaux:

Tableau I.1: Energie et distance des interactions de Van der Walls et des liaiso	ns
covalentes	27
Tableau II.1: spécifications techniques du PE4	2
Tableau II.2:MRS du Polyéthylène tubulaire4	.3
Tableau II.3: Correspondance MSR/SDR pour les tubes d'eau potable	.4
Tableau II.4: Normes pour les tubes en PE (eau potable)4	9

Tableau	II.5:	Coefficients	de	détimbrage	correspondant	à	la	température
d'utilisatio	on					••••	•••••	
Tableau]	I I.6: Spé	cifications tech	nique	s des tubes en	РЕ	•••••		51
Tableau I	I I.7: Epa	isseur nominale	e en m	ım		••••	•••••	52
Tableau I	[I.8: Proj	priétés physique	es et r	nécaniques		•••••	•••••	52
Tableau]	I I.9: Con	ditions d'essais	d'apr	ès la méthode	unifactorielle	•••••	•••••	57
Tableau I	[I.10: dir	mensions des sp	écime	ens utilisés dar	ns l'étude	•••••		69
Tableau]	II.11: la	composition ch	imiqu	e de l'eau ther	mal (Debagh)	••••	•••••	70
Tableau I	I I.12: Di	mensions des é	chanti	illons du prem	ier lot	•••••	•••••	71
Tableau]	[I.13: Di	mensions des é	chanti	illons du lot 2	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	••••	•••••	72
Tableau	III.1: F	Propriétés des	polyé	éthylènes de	haute densité ()	HDP	E-10) et HDPE-
80)	•••••	•••••	•••••	•••••	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	••••	• • • • • •	
Tableau]	[II.2: Pla	n des expérienc	ces et	résultats des R	lugosités de surfa	ice	•••••	
Tableau]	[II.3 : Pl	an des expérien	ces et	résultats des e	efforts de coupe	••••	•••••	94
Tableau I	[II.4 : Re	ésultats de la ter	npéra	ture dans la zo	one de coupe	••••		102
Tableau]	[II.5: An	alyse de la vari	ance A	ANOVA pour	les rugosités de s	urfac	ce	103
Tableau I	I II.6: AN	NOVA pour les	comp	osantes des ef	forts de coupe	••••	•••••	
Table III	7: Pourc	centages de préc	liction	n des erreurs e	t les coefficients	de co	orréla	tion R ² 103
Table III	.8: Valeu	urs des S/N ratio	o et de	es S/N ratio no	rmalisés pour le l	HDP	E-10	0107
Table III	.9: Valet	urs des S/N ratio	o et de	es S/N ratio no	rmalisés pour le I	HDP	E-80	
Tableau]	I II.10: C	oefficients du C	GR et	la valeur de la	qualité grise pou	r le I	HDPI	E-100108
Tableau 1	III.11: C	oefficients du C	GR et	la valeur de la	qualité grise pou	r le I	HDPI	E-80109
Tableau]	I II.12: E	ffets principaux	de la	qualité grise ((Grey Grade) pou	r le I	HDPI	E-100110
Tableau]	I II.13: E	ffets principaux	de la	qualité grise ((Grey Grade) pou	r le I	HDPI	E-80110
Tableau I	I II.14: A	NOVA de la qu	ıalité	grise (Grey Gı	ade) pour le HD	PE-1	00	110

Tableau III.15: ANOVA de la qualité grise (Grey Grade) pour le HDPE-80111
Tableau V.1: Module d'élasticité de trois couches des tubes en polyéthylène
Tableau V.2: Valeurs des J_{IC} calculées par la méthode Begley et Landes
Tableau V.3: Valeurs du W_e pour chaque couche du tube en HDPE-100180
Tableau VI.1: Facteurs de correction d'énergie des échantillons
Tableau VI.2: Variation de G _{IC} dans le sens longitudinal et le sens radial dans la paroi d'un
tube en HDPE100
Tableau VI.3 : Facteurs de correction des énergies de rupture au choc194
Tableau VI.4 : Variation de G_{IC} à travers la paroi d'un tube en HDPE100195

Sommaire

Sommaire:	
Résumés	
Introduction	1
Chapitre I: Etat de l'art	
Nomenclature	4
1. Introduction	5
2. Structure et morphologie des polymères semi-cristallins	5
3. Comportement mécanique des polymères semi-cristallins	8
3.1. Micromécanismes de déformation et d'endommagement des polymères semi-cristallins	8
3.2 Réponse mécanique en grandes déformations	12
3.3 Apparition des instabilités plastiques	16
4. Relation entre microstructure et propriétés mécaniques pour les polymères semi cristallin	16
4.1 Viscoélasticité	17
4.2 Relation entre microstructure et module d'élasticité	19
5. Le polyéthylène	20
5.1 Structure du polyéthylène	20
5.2 Description multi-échelles de la structure du polyéthylène	22
5.2.1 Structure moléculaire (échelle I)	23
5.2.2 Structure conformationnelle (échelle II)	24
5.2.3 Structure des états amorphe et cristallin (échelle III)	25
5.2.4. Arrangement des cristaux et de la phase amorphe (échelle IV)	27
5.3. Propriétés physiques	29
5.3.1. Cristallinité et fusion	29
5.3.2. Processus de relaxation	30
6. Références bibliographiques	32

Chapitre II: Matériau et protocole des essais

Nomenclature	.37
1. Introduction	
2. Matériau	39
2.1. Processus d'obtention du polyéthylène	40
2.2. Propriétés	40
2.3. Polyéthylène tubulaire de notre étude	42
2.3.1 Spécifications techniques	42

2.3.2 Notion MRS	43
2.3.3 Notion SDR	43
2.3.4 Correspondance	43
2.3.5 Dimensionnement du tube en polyéthylène (PE)	44
2.3.6 Marquage du tube en polyéthylène (PE)	44
2.3.7 Pertes de charge	45
2.3.8 Effet de coup de bélier	46
2.3.9 Rayon de courbure	47
2.3.10 Dilatation du PE	47
2.4 Fabrication des tubes (en polyéthylène) de notre étude	48
2.4.1 Processus de fabrication	
2.4.2 Normalisation	49
2.4.3 Domaine d'emploi	50
2.4.4 Specifications techniques	50
3. Moyens d'essais	52
3.1 Banc d'essais	52
3.1.1 Machines-outils	52
3.1.2 Outils de coupe	53
3.2 Appareillage de mesure utilisés	53
3.2.1 Photographie des états de surface obtenues	53
3.2.2 Mesure de la rugosité	53
3.2.3 Mesure de la température de coupe	54
3.2.4 Mesure des efforts de coupe	54
4. Préparation des éprouvettes	56
4.1 Etude de l'état de surface, des efforts de coupe et des températures dans	
la zone de coupe en fonction des paramètres du régime de coupe	56
4.1.1 Méthode unifactorielle	57
4.1.2 Méthode multifactorielle	
4.1.3 Echantillons	58
4.2. Détermination de la ténacité et des propriétés mécaniques des différentes couches	
d'un tube en polyéthylène à haute densité de grade 100 (HDPE-100)	58
4.2.1 Préparation des éprouvettes	58
4.2.1.1. Extraction des couches	

4.2.1.2. Découpe des specimens	61
4.2.1.3. Préparation des notchs	63
4.2.2. Eprouvettes de l'étude des propriétés mécaniques	64
4.2.3. Essais de traction	65
4.3. Caractérisation des contraintes à travers la paroi du tube en HDPE-100	66
4.4. Etude de la résilience à travers la paroi du tube en HDPE-100	70
4.4.1. Matériau	70
4.4.2. Préparation des éprouvettes	70
4.4.3. Protocole des essais	72
5. Bibliographie	74

Chapitre III: Optimisation du tournage du HDPE

Nomenclature	78
1. Introduction	79
2. Procédure expérimentale	81
3. Résultats et discutions	83
3.1. Influence des paramètres du régime de coupe sur l'état de surface obtenu	83
3.2. Influence des paramètres du régime de coupe sur l'évolution des efforts de coupe	93
3.3. Influence des paramètres du régime de coupe sur l'évolution de la température dans la zone	
de coupe	101
3.4. Validation des modèles mathématiques	102
4. Optimisation des opérations de tournage du HDPE tubulaire	104
4.1. Méthode de Taguchi	104
4.2. L'Analyse Relationnelle Grise (Grey Relational Analysis: GRA)	105
4.3. Prédiction de la combinaison optimale du processus	107
4.4. Essais de confirmation	111
5. Conclusions	112
6. Bibliographie	113

Chapitre IV: Evolution des contraintes résiduelles à travers la paroi d'un tube en HDPE

Nomenclature	116
1. Introduction	116
2. Bases théoriques	120

2.1. Techniques de caractérisation des contraintes résiduelles	120
2.2 Mesure des déformations dues aux contraintes résiduelles	121
2.3 Contraintes résiduelles dans les tubes	122
2.4 Fluage et relaxation des contraintes	126
3. Procédure expérimentale	128
3.1. Matériau	128
3.2 Géométrie des éprouvettes	128
3.3. Protocole expérimentale	129
4. Résultats et discussions	130
4.1 Evolution des déformations résiduelles en fonction des milieux d'imprégnation,	
des épaisseurs des tubes et du temps impartis à la libre déformation	130
4.1.1 Evolution des déformations résiduelles pour différents temps de sectionnement	130
4.1.2. Evolution des déformations résiduelles dans différents environnements d'enfouissemen	t131
4.1.3. Taux de déformation	133
4.2. Evolution des déformations résiduelles à travers la paroi du tube en HDPE-100 (eau)	135
4.3. Evolution des contraintes relaxées	137
4.3.1 Evolution des contraintes relaxées en fonction du temps séparant l'usinage du	
sectionnement des échantillons	137
4.3.2 Evolution des contraintes relaxées dans différents environnements d'enfouissement	138
4.3.3 Caractérisation des contraintes relaxées à travers la paroi du tube en HDPE-100	139
4.3.4 Caractérisation des contraintes résiduelles à travers la paroi du tube en HDPE-100	140
5. Conclusion	143
6. Références Bibliographiques	145

Chapitre V: Étude de la résistance à la rupture d'un tube en HDPE

Nomenclature	149
1. Introduction	149
2. Bases théoriques	151
2.1 Bilan Energétique – Critère de Griffith	151
2.2. Intégrale de Rice – Paramètre énergétique J	154
2.3. Le critère d'Andrews	155
2.4. Le critère du Travail Essentiel de rupture (Essential Work of Fracture)	158
2.5. Approche de partition d'énergie "Energy partioning approche"	162
3. Procédure expérimentale	164

3.1. Matériau	164
3.2. Préparation des éprouvettes	165
3.3 Essais de tractions	165
4. Résultats et discussions	165
4.1. Propriétés mécaniques à travers la paroi d'un tube en HDPE-100	165
4.2. Détermination expérimentale du paramètre énergétique J à travers la paroi du tube	
en polyéthylène de haute densité de grade 100	175
4.2.1 Méthode de Begley et Landes	175
4.2.2 Méthode de partitionnement de l'énergie	180
5. Conclusion	180
6. Bibliographie	181

Chapitre VI: Détermination de la résilience d'un HDPE tubulaire

Nomenclature	185
1. Introduction	
2. Bases théoriques	186
3. Procédure expérimentale	
3.1 Matériau	
3.2 Echantillons	189
4. Résultats et discussions	190
4.1 Evolution de la résilience à travers un tube en HDPE-100	190
4.2 Evolution de la résilience à travers la paroi d'un tube en HDPE-100	194
5. Conclusion	
6. Bibliographie	196

Conclusion	générale19	99
------------	------------	----

Annexe A Annexe B Introduction

Introduction:

Un certain consensus se dégage aujourd'hui autour du développement sur mesure de nouveaux matériaux polymères présentant de multiples propriétés spécifiques et donnant satisfaction dans des secteurs aussi divers que ceux de la sécurité, de la santé, de l'environnement, de l'ingénierie et du confort.

Il n'en reste pas moins que la prédiction de la durée de vie de ces matériaux reste un challenge. Les applications de plus en plus répandues de ces matériaux demande de choisir des méthodes robustes pour aborder au mieux l'analyse des risques de rupture.

Depuis plusieurs décennies, les matériaux polymères ont vu leur utilisation croître dans divers domaines. Les applications liées aux canalisations sous pression (transport d'eau potable, d'eau chaude, d'eaux usées ou encore de gaz) en sont un exemple. En effet, leur facilité de mise en œuvre, leur faible coût de production et leurs caractéristiques mécaniques variées, sont autant d'atouts qui ont conduit les opérationnels à privilégier ce type de matériau.

Cependant, ces structures en polymère doivent être conçues et dimensionnées de façon à supporter les contraintes (mécaniques et/ou environnementales) auxquelles elles sont exposées en service. Pour mieux prédire leur ruine, il est donc important de bien connaître le comportement mécanique des polymères, ainsi que leur mode d'endommagement, en fonction du type de chargement qu'ils subissent.

Parmi les matériaux polymères utilisés dans le transport de fluide, on peut citer le polyéthylène haute densité (PEHD), qui représente depuis les années 1990, une part non négligeable dans les branchements reliant les compteurs des abonnés au réseau de distribution d'eau potable.

Le réseau de distribution de l'eau potable en Algérie s'agrandit régulièrement. Actuellement, la plus part des communes sont desservies par un réseau dont la taille atteint environ 170000 km. Les premiers réseaux de distribution étaient essentiellement constitués de tubes en acier et en fonte, mais depuis l'introduction du polyéthylène pour la fabrication des canalisations de l'eau potable à la fin des années 80, son utilisation ne cesse de s'accroître. Le choix du polyéthylène (PE) pour la fabrication des tubes de distribution de

1

Introduction

l'eau potable découle de nombreux avantages technico-économiques procurés par ce matériau. Le PE est un matériau léger, ce qui facilite les opérations de manutention et de mise en œuvre sur le terrain. Il possède une bonne résistance à la corrosion, quelles que soient les conditions au sol, ce qui permet d'éviter les surcoûts dus à l'application d'une protection passive ou active. De plus, les systèmes en PE supportent les effets des mouvements du sol dû aux instabilités et aux grandes variations de température. Du fait de leur bonne résistance à la fissuration, les canalisations en PE présentent un degré de fiabilité élevé dans des conditions d'utilisations normales. Leur durée de vie est estimée à plus de 50 ans sur la base de courbes de régression construites à partir d'essais accélérés en pression hydraulique.

Le polyéthylène est un thermoplastique semi-cristallin. La déformation plastique des thermoplastiques semi-cristallins a longtemps constitué un sujet d'actualité pour la communauté scientifique. Un comportement qui se caractérise par une grande diversité apparente dans les mêmes conditions expérimentales, on peut retrouver un grand nombre de types de comportement, à savoir la viscoélasticité, l'hyper-élasticité, l'élasto-plasticité ... etc. La complexité microstructurale des polymères semi-cristallins pose de sérieux problèmes. En effet, bien que le cisaillement plastique à volume constant soit toujours considéré dans la littérature comme le processus majeur qui contrôle la plasticité.

L'enjeu de ce travail que nous présentons est d'améliorer la connaissance du comportement mécanique du HDPE tubulaire. Ce manuscrit s'articule en six chapitres:

Le premier chapitre est une revue bibliographique. Il contient quatre parties principales. Une première partie expose des généralités sur la structure et la morphologie des polymères semi-cristallins. La seconde partie est un état de l'art sur le comportement mécanique des polymères semi-cristallins. La troisième partie aborde la relation entre microstructure et propriétés mécaniques pour les polymères semi-cristallins. Une dernière partie est dédiée au matériau de notre étude "Le polyéthylène".

Le deuxième chapitre est consacré à la description du matériau étudié et des techniques expérimentales utilisées pour caractériser les propriétés mécaniques du HDPE tubulaire.

2

Le troisième chapitre concerne l'optimisation des opérations de tournage du HDPE tubulaire pour mieux maitriser la fabrication des éprouvettes standards servant ensuite à la caractérisation des différentes propriétés du matériau (qui constitue un article déjà publié).

Un quatrième chapitre est consacré d'une part à un exposé des différents phénomènes physiques conditionnant l'apparition des contraintes résiduelles, et d'autre part à l'état de l'art sur leur détermination expérimentale. La détermination expérimentale des déformations et contraintes résiduelles à travers la paroi du tube en HDPE sera l'objet de la deuxième partie de ce chapitre.

L'analyse du comportement à la rupture à travers la paroi du tube en HDPE est présentée dans les chapitres V et VI. Le chapitre V aborde l'évolution de quelques propriétés mécaniques à travers la paroi du tube en HDPE ainsi sa ténacité, alors que les résiliences, de chacune des couches du tube, sont présentées dans le chapitre VI

Enfin, la conclusion générale et les différentes perspectives que l'on peut donner à ce travail sont exposées à la fin du manuscrit.

Chapitre I:

Etat de l'art

Nomenclature:

, et : Les trois processus de relaxation;

T: La temperature, $^{\circ}C$;

- : La déformation, %;
- : Angle caractéristique des mouvements dissipatifs internes du matériau, °;
- E* ou G*: module complexe du matériau, MPa;
- G': La partie réelle est appelée module de stockage, MPa;
- G": La partie imaginaire, MPa;
 - : La masse volumique du matériau, g/cm³;
- _a: La masse volumique de la phase amorphe, g/cm^3 ;
- _c: La masse volumique de la phase cristalline, g/cm³;
- X.m.: Le taux de cristallinité en masse;
- Lu_v : Le taux de cristallinité en volume;
- La masse molaire moyenne en nombre;
- III.: La masse molaire moyenne en poids;
- N_i le nombre de molecules;
- M_i Le nombre de masse individuelle;
- n_i et w_i : Des fonctions de distribution normalisées;
- *Tg* : La transition vitreuse, °C;
- ΔH_f° : L'enthalpie de fusion;
- PEHD: Polyéthylène de haute densité;
- PE-L: Polyéthylène linéaire;
- (WAXS): Diffraction de rayons X au grand angle;

(SAXS): Diffraction de rayons X au petit angle;(MEB): Microscopie Electronique à Balayage;(MET): Microscopie Electronique à Transmission;(AED): Analyse enthalpique différentielle;

1. Introduction:

Les polymères représentent une classe importante des matériaux de la vie moderne. Parmi ceux-ci, les polymères semi-cristallins, tel que le polyéthylène à haute densité, le Nylon et le polyéthylène téréphtalate sont d'intérêts technologiques particuliers de par leur grande déformabilité associée à de bonnes propriétés mécaniques. Dans ce chapitre bibliographique, nous avons porté notre intérêt sur la déformation des polymères semi-cristallins.

Les propriétés mécaniques des matériaux sont généralement très dépendantes de la température et de la vitesse de déformation (temps). La dépendance en contraintes, en température et en vitesse, est de très grande importance dans la compréhension du comportement plastique des matériaux et des mécanismes élémentaires [1].

Les mécanismes de déformation dans les polymères semi-cristallins ont été traités par différents auteurs [1-3]. La plupart de ces études sont phénoménologiques et s'appuient essentiellement sur des moyens techniques tels que la diffraction et la microscopie électronique en transmission. Les recherches plus théoriques consistent en des approches introduisant la notion de réseau de dislocation [1].

2. Structure et morphologie des polymères semi-cristallins:

La cristallinité des polymères semi-cristallins résulte d'empilements réguliers de chaînes macromoléculaires. Leurs extrémités étant différentes du reste du polymère, ces macromolécules ne peuvent être entièrement régulières, en conséquence, il y a coexistence de phases amorphe et cristalline [4]. Cette microstructure a d'abord été décrite à l'aide d'un modèle dit de « micelles à

franges » [5-7], dans lequel les zones cristallines sont représentées par des séquences ordonnées où les chaînes sont alignées (figure I.1.a). La taille des zones cristallines, ou celle des micelles, y est estimée à 5-50 nm. Compte tenu de leur longueur, les macromolécules peuvent faire partie de plusieurs cristallites, orientées aléatoirement, et traverser des zones moins ordonnées.

On peut distinguer deux configurations extrêmes de repliements des chaînes macromoléculaires: le repliement serré (figure I.1.b) et le repliement désordonné (figure I.1.c). Dans ce dernier cas, une même chaîne peut donc participer à la fois à la phase amorphe et à la phase cristalline, contrairement au premier mode de repliement où la chaîne participe seulement à la formation de la cristallite [7-9].



Figure I.1: arrangement des chaînes a) micelles frangées, b et c) repliements successifs serrés et désordonnés [7]

D'après J.M Haudin et P.B. Bowden [10-11], selon l'échelle d'observation on peut d'écrire trois niveaux:

Le premier niveau de l'observation varie entre 0,1 à 1,0 nm, on constate les interactions entre les segments de chaînes voisins contrôlant le comportement de la phase amorphe. A l'intérieur d'une cristallite, des défauts provoquent des augmentations locales de distances interchaînes et favorisent le glissement des chaînes les unes par rapport aux autres (figure I.2.a) [12].

Dans la couche de la phase amorphe, on retrouve des brins de chaînes, mais aussi des parties de chaînes appartenant à deux cristaux voisins. Ces chaînes dites liées déterminent la

continuité du matériau et régissent ainsi son niveau de résistance mécanique [12]. Vu l'orientation du cristal, cela engendre une certaine anisotropie. Les déformations intervenant perpendiculairement à l'orientation de la lamelle cristalline, se produiront plus difficilement que dans le sens parallèle. Ce mécanisme correspond au deuxième niveau (figures I.3.b et c).

Le troisième niveau d'observation, correspond à la croissance du cristal, conduisant à la formation de sphérolites (figure I.3.d). Les lamelles cristallines dans un sphérolite sont reliées par la phase amorphe. Ces sphérolites peuvent croitre jusqu'à se rencontrer et former une structure polygonale. La taille de ces sphérolites dépend du type de polymère et du processus thermique, elle peut varier du micromètre au milimètre.



Figure I.2: Réorganisation structurale; passage d'une morphologie lamellaire à fibrillaire [12]



Figure I.3: Morphologie des polymères semi-cristallins: a) chaines macromoléculaires, b) et c) couches de phases amorphe et cristalline, d) sphérolites [12]

La morphologie cristaline dépend des procédés de mise en forme des polymères (moulage, injection, extrusion), notament en présence de gradients thermiques ou lorsque la sollicitation mécanique est exercée avant ou pendant la cristallisation [13]. La taille des sphérolites et l'organisation des lamelles cristallines varient en fonction de l'histoire thermique et des agents de nucléation [11]. Au cours d'un procédé de mise en forme, les conditions de refroidissement local peuvent conduire à des morphologies variant dans l'épaisseur du produit. Dans les zones de refroidissement rapide, on obtient plutôt une microstructure à sphérolites de très petites tailles, voire non sphérolotiques, et un faible taux de cristallinité. De la même manière une trempe depuis l'état fondu diminue le taux de cristallinité [14]. Par contre pour un refroidissement lent, la microstructure comprend des sphérolites plus gros (50µm) comportant des vides, le taux de cristallinité sera alors plus élevé [11,14].

3. Comportement mécanique des polymères semi-cristallins:

3.1 Micromécanismes de déformation et d'endommagement des polymères semicristallins:

Une connaissance précise des mécanismes de déformation et d'endommagement est nécessaire à l'analyse du comportement et des propriétés mécaniques du matériau. Dans cette partie, les mécanismes de la déformation plastique dans les polymères semi-cristallins sont succinctement décrits en considérant successivement la phase amorphe, la phase cristalline, et plus spécifiquement les sphérolites.

Les mécanismes de déformation des polymères semi-cristallins sont étroitement lies à la présence des deux phases, amorphe et cristalline. A température ambiante, la phase amorphe des polymères semi-cristallins peut être à l'état vitreux, comme c'est le cas pour les polyamides (Nylon) et les Polyéthylènes Téréphtalates, ou à l'état caoutchoutique, comme pour le PEHD et le Polypropylène. Notons que la phase amorphe contenue dans le milieu semi-cristallin peut présenter des caractéristiques quelque peu différentes du polymère amorphe massif correspondant, en particulier à la température de transition vitreuse [1]. Dans ce type de matériaux, la phase amorphe est dispersée et allongée entre les phases cristallines. Elle permettrait un glissement actif à longue distance dans le cristal, la phase cristalline se déformant par glissement cristallographique. Des travaux récents suggèrent un mécanisme de « détricotage » de la phase cristalline provoqué par la phase amorphe [15-20]. En revanche, à l'échelle de la morphologie sphérolitique, il faut prendre en compte la distribution des cristallites dans le sphérolite, ainsi que la présence de cristallites imparfaites aux frontières.

L'étude de l'endommagement des polymères semi-cristallins est rendue complexe par l'hétérogénéité de leur structure. L'endommagement joue un rôle très important sur le comportement mécanique et surtout sur les propriétés élastiques. Selon la littérature, l'endommagement peut être défini au sens large comme la création de surfaces de décohésion au sein du matériau. Cette définition couvre plusieurs mécanismes: "crazing", cavitation, décohésion aux interfaces... Les "crazes" correspondent à des fissures, craquelures et micro vides.

Etant donné que l'endommagement est dû à la formation d'un certain nombre de microvides dans le matériau, il s'accompagne d'une variation de volume. Les micromécanismes précédemment évoqués sont généralement liés à la fragmentation, à l'orientation des lamelles cristallines et au démêlage des chaînes dans le sens de la sollicitation [16]. Ce phénomène survient lors du passage d'une structure sphérolitique à fibrillaire.

Les processus de cavitation du polyéthylène dépendent fortement de la morphologie du PE étudié [21-25]. Deux types de cavitation peuvent intervenir dans les polymères semicristallins. Le premier type correspond à des cavités formées au moment de la cristallisation, par exemple aux nœuds entre les sphérolites. Le second type de cavitation peut se former au cours de la sollicitation.

Généralement, lorsque le matériau est sollicité mécaniquement, des cavités dont l'origine est liée à l'existence de défauts de structure prennent naissance dans la phase amorphe et constituent des zones de concentration de contraintes. La présence ou non de défauts est un paramètre important dans le mécanisme microscopique de cavitation.

Selon les études [21,26,27], un signe de cavitation pour le PEHD se manifeste par un blanchiment soudain du matériau près de la limite d'élasticité. La présence d'une cavité va rendre plus probable l'apparition d'un autre vide dans son voisinage. Les cristallites changent progressivement d'orientation (figure I.4-I). Puis, si l'on continue à déformer le polymère, les contraintes appliquées augmentant, ces cavités vont croître et les lamelles cristallines se fragmentent en blocs de plus petites tailles. Des microvides sont alors générés (figure 4-II), avec des dimensions infimes par rapport à celles des crazes. Enfin, on observe un alignement des blocs cristallins et la formation de fibrilles dans la direction de la sollicitation (figure 4-III). La coalescence de ces cavités, si elle a lieu, est latérale.

Ces mécanismes correspondent probablement au cas du PEHD [21]. Ils permettent de caractériser l'évolution de ses propriétés microscopiques au cours de la déformation en traction. Plusieurs techniques expérimentales ont été développées à ce sujet : Diffraction de rayons X au grand angle (WAXS), et au petit angle (SAXS) [21,23,26], Microscopie Electronique à Balayage (MEB) [25], ou Microscopie Electronique à Transmission (MET) [28].



Figure I.4: Micromécanismes de création de microcavités dans un polymère semi-cristallin [12].

F. ADDIEGO [26] a examiné, au MEB, les processus de cavitation du PEHD sous une traction uniaxiale à température ambiante. La morphologie sphérolitique à l'état non déformé est illustrée sur la figure 5. Pour une faible déformation = 0.05, des microvides apparaissent dans les regions périphériques des sphérolites [21, 26-30]. La visibilité de ces craquelures est de plus en plus nette, pour des états de déformation plus sévères. A partir de = 0.7, on constate des phénomènes de rupture inter-sphérolitiques qui suivent le contour des sphérolites [1], et qui représentent un début de modification de la morphologie. En effet, cette morphologie sphérolitique a Presque disparu à partir de = 0.93, mises à part quelques régions polaires des sphérolites qui restent encore présentes. Enfin, l'analyse de F. ADDIEGO met en évidence une structure microfibrillaire pour une déformation de = 1.3 contenant des cavités orientées parallèlement à la direction de traction [1, 21, 26]



Figure I.5: Schéma de formation des craquelures dans le polyéthylène, et observation des défauts microstructuraux par MEB dans le PEHD [1,25,30]

3.2 Réponse mécanique en grandes déformations:

La plupart des polymères présentent de multiples propriétés mécaniques: fragiles à basse température, ils deviennent plastiques, puis viscoélastiques, ou encore caoutchoutiques, et enfin visqueux au fur et à mesure que la température imposée augmente. Il est bien connu que les relaxations caractéristiques d'un matériau traduisent l'activation de mécanismes moléculaires différents suivant la température.

Pour les métaux et les céramiques, ces relaxations varient en fonction de la température. Au voisinage de la température ambiante elles restent négligeables à cause de leur haut point de fusion. Avec les polymères, la situation est différente: entre -20° C et $+200^{\circ}$ C, de tels matériaux peuvent passer par tous les états cités ci-dessus [29]. Leurs propriétés mécaniques dépendent donc fortement de la position relative de la température d'essai par rapport aux températures caractéristiques de fusion, de transition vitreuse et de transition secondaire. De plus, la déformation des polymers semi-cristallins s'accompagne d'une modification microstructurale, ce qui engender une variation des propriétés mécaniques au cours de la deformation [1].

Pour le PEHD, à température ambiante, la phase amorphe présente un comportement caoutchoutique, tandis que le glissement des lamelles est facilité car le processus de nucléation et de propagation des dislocations est thermiquement activé [31,32]. En comparant le PEHD à d'autres polymères semicristallins (figure I.6), celui-ci est l'un des polymères qui présente la plus importante ductilité à temperature ambiante. Son taux de cristallinité est l'un des plus élevés. Sa limite d'élasticité ainsi que son module de Young ont des valeurs parmi les plus faibles de tous les polymères semi-cristallins [1].

Il est possible de mettre en évidence différents domaines de comportement en soumettant le matériau à une sollicitation de traction uniaxiale (figure I.7). Ces domaines sont caractérisés par la perte de linéarité du comportement et par la recouvrance, c'est-à-dire la capacité du matériau à retrouver son état initial.



Figure I.6: Comparaison des propriétés mécaniques du PE par rapport à une sélection de polymères [1]


Figure I.7: Sensibilité du HDPE à la vitesse de la déformation (a) et à la température (b) [33]

La perte de linéarité se traduit par une contrainte-seuil et des déformations de type viscoélastique ou anélastique. Ce seuil, assez faible pour la plupart des polymères, définit une zone élastique linéaire initiale relativement limitée, de l'ordre de 1% en déformation. Dans le domaine viscoélastique, associé à une déformation de l'ordre de 5%, la recouvrance de la déformation à contrainte nulle est totale. Au-delà de ce niveau de déformation le matériau n'est plus entièrement recouvrable. Une composante irréversible apparaît, et on peut qualifier de plastique ou plus exactement de viscoplastique [1].

Ce comportement spécifique des polymères est particulièrement lié au fait que les macromolécules ne réagissent pas toujours instantanément à l'application d'une sollicitation. Les différentes chaînes moléculaires constitutives tentent de répartir les contraintes imposées en se réarrangeant physiquement jusqu'à adopter une configuration d'équilibre. Comme tous les polymères, le comportement du PEHD est très sensible aux conditions d'essai et plus particulièrement à la vitesse de déformation et à la température (figure I.7).

Plusieurs études ont été réalisées pour caractériser cette sensibilité [25,33], parfois en effectuant des sauts de vitesse sur une même éprouvette. Les courbes de la figure I.7 montrent que lorsque la vitesse de déformation diminue, ou lorsque la température augmente, la limite d'élasticité diminue. Le phénomène de durcissement plastique diminue également d'intensité.



Figure I.8: (a)-Effet de la masse moléculaire sur la réponse en contrainte,

(b) et (c)- Vues agrandies [32].

L'influence des paramètres moléculaires tels que la masse molaire, la cristallinité, l'architecture des chaînes, etc... sur le comportement mécanique macroscopique du PEHD, a été mise en évidence par plusieurs auteurs [31-34]. Ainsi, pour déterminer l'effet de la longueur des chaînes macromoléculaires sur la réponse en contrainte vraie, HILLMANSEN et al. [32] ont examiné quatre types de PEHD avec différentes masses moléculaires (figure I.8). Lorsque la masse augmente la contrainte limite diminue. La cristallinité à une influence sur le seuil de plasticité. En effet, plus le matériau est cristallin, plus la limite d'élasticité est élevée, ce qui est cohérent avec le fait que l'augmentation de la masse moléculaire conduit à une diminution de la cristallinité. A l'inverse, en grandes déformations, le durcissement augmente avec la masse moléculaire.

3.3 Apparition des instabilités plastiques

Le domaine des procédés de mise en œuvre industriels des polymères à l'état solide est très affecté par le phénomène d'instabilité plastique liée à des processus de localisation de la déformation, puisque celui-ci contrôle l'aspect et les performances du produit final. Il est donc indispensable de bien comprendre les mécanismes à l'origine de l'instabilité plastique.

Nombreux auteurs ont travaillé sur l'initiation et à la propagation de la striction, tant du point de vue mécanique que géométrique [35]. Concernant le polyéthylène, les recherches ont porté en particulier sur la corrélation entre la cinétique de localisation de la déformation, la microstructure et les lois de comportement, ceci jusqu'aux grandes déformations.

Pour les faibles déformations, l'augmentation de la force s'accompagne d'une déformation homogène, élastique et viscoélastique. L'apparition de la striction correspond au passage par un maximum de force, dont la valeur est retenue pour caractériser la contrainte d'écoulement. Le développement de l'instabilité plastique dans les polymères est très différent de celui des métaux. La striction apparaît beaucoup plut tôt en déformation. En outre, à partir d'un niveau de deformation critique, au lieu de s'amplifier jusqu'à la rupture, la striction se stabilise à l'endroit de son amorçage, et le diamètre de la section minimale ne varie pratiquement plus. Les épaules de la striction se propagent alors vers l'extrémité de l'éprouvette. La stabilisation de la striction est notamment due à une forte augmentation de la contrainte vraie avec la déformation, au-delà de la déformation critique. La déformation redevient ensuite homogène jusqu'à la rupture de l'éprouvette [1].

4. Relation entre microstructure et propriétés mécaniques pour les polymères semi cristallin:

La maîtrise de la microstructure générée lors de la mise en oeuvre prend tout son intérêt si elle peut être reliée aux propriétés mécaniques du matériau.

On distingue généralement le comportement mécanique «nominal» du comportement «vrai» intrinsèque au matériau. Lors d'un essai mécanique uniaxial, on parle de comportement

«vrai» lorsque les déformations et les contraintes sont réactualisées en fonction de la longueur et de la section de l'éprouvette à chaque instant [12].

On notera qu'il n'ya pas de seuil d'écoulement marqué comme c'est le cas en déformations et en contraintes nominales, où l'adoucissement est dû à la localisation des déformations. La deformation est dans un premier temps réversible (viscoélasticité) puis des mécanismes de nature irreversible (plasticité) entrent en jeu. Aux derniers stades de la déformation, l'alignement des chaînes dans la direction de sollicitation va provoquer un « durcissement » du matériau.

4.1. Viscoélasticité:

La déformation élastique des polymères semi cristallin est recouvrable après un certain temps, dit de relaxation, plus ou moins long. On parle des phénomènes viscoélastiques. La spectrométrie mécanique (Dynamic Mechanical Analysis) est une technique particulièrement adaptée à l'étude des phénomènes viscoélastiques. Il s'agit d'observer la réponse du matériau à une sollicitation mécanique sinusoïdale.

Cette réponse en déformation va être déphasée d'un angle caractéristique des mouvements dissipatifs internes du matériau qui sont à l'origine de sa viscoélasticité (figure I.9).



Figure I.9: Réponse Viscoélastique d'un matériau à une excitation sinusoïdale [36]

On définit alors le module complexe du matériau E* ou G* :

$$G^* = \frac{\sigma(t)}{\varepsilon(t)} = \frac{\sigma_0 e^{iwt}}{\varepsilon_0 e^{i(wt-\delta)}} = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} e^{i\delta} = G' + iG''$$
(1)

La partie réelle G' est appelée module de stockage et la partie imaginaire G", qui est reliée à la dissipation viscoélastique, est appelée module de perte. La tangente de l'angle de perte ($tan\delta = \frac{G^*}{G'}$) est aussi utilisée pour caractériser l'amortissement d'un matériau, mais pour l'étude des relaxations mécaniques, il est préférable d'utiliser G" qui ne dépend pas de G' et rend uniquement compte du comportement visqueux. Les propriétés viscoélastiques du matériau dépendent de la température et de la fréquence de sollicitation. On observe qu'il y a, avec une assez bonne précision, une equivalence temps-température, c'est-à-dire que baisser la fréquence de sollicitation aura le même effet qu'augmenter la température. Dans le cas du PEHD, lors d'une mesure du module complexe en fonction de la température, on observe plusieurs processus de relaxation, caractérisées par des chutes de module et des pics dissipatifs (figure 1.10). Le taux de cristallinité, la concentration des defaults ainsi que l'épaisseur des lamelles cristallines vont influer sur la relaxation. Il a par exemple été montré sur le polyéthylène que la position de pic de relaxation dépend de l'épaisseur des cristallites [37-41].

A basse température, il peut y avoir d'autres processus de relaxation plus ou moins marqués attribués aux relaxations principales et secondaires de la phase amorphe.



Figure I.10: Module complexe de plusieurs PE en fonction de la température, mesuré à 1 Hz et 3°C/min [42]

4.2 Relation entre microstructure et module d'élasticité:

Au dessus de la température de transition vitreuse, le module de la phase amorphe caoutchoutique est 100 à 10 000 fois plus faible que celui d'un cristal [36]. C'est donc principalement la phase amorphe, considérée comme continue, qui va contribuer à la déformation élastique. Le module macroscopique du matériau sera donc directement relié à la quantité de la phase amorphe, donc au taux de cristallinité du polymère. C'est ce qui est observé expérimentalement (figure I.11). Un polymère semi cristallin peut être vu comme un nano-composite constitué d'une matrice, la phase amorphe, et de renforts, les cristallites. Une modélisation donc de module peut être envisagée, sur la base d'une loi des mélanges.



Figure I.11: Variation du module de Young E en fonction du taux de cristallinité volumique et la masse volumique pour le PE [37]

On note qu'à taux de cristallinité constant, deux polymères identiques dans leur nature chimique ne donneront pas forcément le même module. C'est la morphologie cristalline qui peut influer sur le module par:

- Un effet direct de la continuité de la phase cristalline

- Un effet induit sur la phase amorphe, dont le module dépend de la densité des noeuds physiques (enchevêtrements et points d'encrage dans les cristallites) donc de l'état de confinement, et finalement de la morphologie cristalline [37].

5. Le polyéthylène:

Le mot "Polyéthylène" est un nom générique utilisé afin de décrire les polyoléfines issues de la polymerisation de l'éthylène. Ce sont probablement les polymères les plus couramment utilisés, en effet, ils sont employés pour la fabrication des sacs plastiques, des bouteilles d'emballage et de certains jouets. Il en existe de nombreux types mais ceux-ci sont généralement classés dans deux grandes familles qui se définissent en fonction de leur masse volumique [43-47]: - polyéthylènes basse densité ou PE-BD : 0,92 g/cm³ < < 0,94 g/cm³.

- polyéthylènes haute densité ou PE-HD : $0.95 \text{ g/ cm}^3 < < 0.97 \text{ g/ cm}^3$.

En 2008, la quantité produite de plastiques synthétiques a été de 245 millions de tonnes. Le polyéthylène à lui seul représente un quart de cette production en raison de son faible coût de fabrication et de ses bonnes propriétés physiques et mécaniques. De plus ce polymère permet une mise en forme généralement aisée telle que l'extrusion ou l'injection. Il possède également d'excellentes propriétés d'isolation électrique et de résistance aux chocs et présente une grande inertie chimique et biologique (contact alimentaire).

5.1. Structure du polyéthylène:

Le polyéthylène est un matériau thermoplastique obtenu par polymérisation de l'éthylène (C_2H_4) menant à des macromolécules composées par la répétition du motif $-(CH_2)$ - (Figure I.12).



Figure I.12: Représentation semi-développée de la chaine macromoléculaire du polyéthylène [44]

C'est en 1933 dans les laboratoires de la société anglaise I.C.I., que E. Fawcett et R. Gibson [44] découvrent un procédé de fabrication du polyéthylène fondé sur la polymérisation radicalaire de l'éthylène à haute pression conduisant à des chaînes ramifiées. Cette synthèse sera utilisée à l'échelle industrielle à partir de 1939. L'architecture macromoléculaire irrégulière résultant de cette technique a pour conséquence une cristallisation difficile du matériau qui est alors appelé polyéthylène à basse densité (PEBD).

La découverte du PE-HD sous la forme d'un polyéthylène linéaire, appelé PE-L, date des années 50. En 1945, Bailey et Reid de la Phillips Petroleum Company utilisent un catalyseur à base d'oxyde de nickel et d'oxyde de chrome pour synthétiser du PE-L. En 1950, Zletz de la Standard Oil of Indiana met au point un catalyseur à base d'oxyde de molybdène. En 1951, Hogan et Banks de la Phillips Petroleum Company ameliorent le procédé existant par l'utilisation d'oxyde de chrome et d'oxyde d'aluminium. Enfin en 1953, Karl Ziegler, à l'Institut Max Planck, met au point un procédé basse pression utilisant un catalyseur appartenant à la famille de catalyseurs dits de Ziegler-Natta. De nouveaux catalyseurs furent développés dans les années 1990 par Dow et Exxon, ce sont les métallocènes, qui ont la particularité d'assurer un meilleur contrôle de la dispersion des masses moléculaires, de la dispersion des comonomères le long de la chaîne et du degré de branchement long et branchement court du polyéthylène [44-47].

Aujourd'hui le PE-HD est obtenu par polymérisation cationique catalysée de l'éthylène. On utilise principalement les catalyseurs Ziegler-Natta et les catalyseurs au chrome. Les catalyseurs "ZieglerNatta" (exemple le tétrachlorure de titane TiCl) sont constitués d'un composé halogéné d'un métal de transition des groupes 4 ou 5 (titane, vanadium...) et d'un composé alkylé d'un métal des groupes 2, 12, 13 (béryllium, magnésium, zinc, aluminium...). Leur productivité est supérieure à 30 kg de polymère pour 1 g de catalyseur. Les catalyseurs au chrome sont des dépôts supportés d'oxyde de chrome, réduits et activés à haute température (400 à 800°C).

5.2 Description multi-échelles de la structure du polyéthylène:

La structure du polyéthylène peut être décrite à différentes échelles, partant de la macromolécule pour arriver à l'échantillon macroscopique. Cinq échelles se distinguent, la structure moléculaire, directement issue des réactions de synthèse du polymère, la structure conformationnelle, c'est-à-dire l'arrangement spatial de la chaîne macromoléculaire, l'échelle des phases amorphe et cristalline, l'organisation entre elles sous forme de sphérolites constitue l'échelle microscopique, et enfin la dernière échelle représente l'échantillon macroscopique (Figure I.13).



Figure I.13: Représentation des différentes échelles structurelles d'un matériau polymère [48].

5.2.1 Structure moléculaire (échelle I):

Une macromolécule est constituée d'une chaîne principale appelée squelette sur laquelle des atomes de nature chimique différente ou des molécules peuvent se substituer de façon plus ou moins régulière, à certains atomes appartenant au monomère constitutif d'origine. Dans le cas où les groupes d'atomes disposés latéralement sur le squelette ont une structure chimique identique à celle de la chaîne principale, on parle de ramifications ou de branches. La présence de ces substituants peut avoir deux effets, soit ils rendent la chaîne principale et l'ensemble des macromolécules plus mobiles et flexibles, soit au contraire ils tendent à rigidifier l'édifice macromoléculaire.

La macromolécule du polyéthylène est obtenue par la répétition de l'unité constitutive de masse molaire M (Figure I.14). Le nombre de répétition n de cette unité est appelé degré de polymerization (DP). Il est donc possible de calculer la masse molaire de la macromolécule selon l'expression: $M=n.M_0$



Figure I.14: Polymérisation du polyéthylène

Au sein de cette macromolécule, l'association des atomes entre eux est réalisée par les forces chimiques de cohésion que sont les liaisons covalentes. Dans le cas où le degré de polymérisation DP est très faible, il est facile d'obtenir un matériau où toutes les macromolécules ont la même masse. Ceci n'est plus vrai dans im cas d'un polymère réel, où la masse definitalise est distribuée. Les polymères réels sont plus moins polydispersés, ce qui conduit à mutilisation de la masse molaire moyenne en nombre $[M_n]_n$ et la masse molaire moyenne en poids $[M_n]_n$. Soit N_i le nombre de molécules de masse individuelle M_i , on définit alors n_i et w_i comme des fonctions de distribution normalisées telles que:

$$n_i \approx \frac{11}{\sum_{i \in I} N_i}$$
 et $w_i = \frac{N_i M_i}{\sum_i N_i M_i}$ (2)

Et
$$\overline{\psi}_{\nu} = \sum_{i} w_{i} M_{i} = \frac{\sum_{i} N_{i} M_{i}^{2}}{\sum_{i} N_{i} M_{i}}$$
(3)

A partir de ces valeurs moyennes, il est possible de déterminer le coefficient de martinution des masses molaires, ou indice de polymolécularité correspondant au rapport: \overline{max} caractéristique de l'homogénéité des masses molaires. La masse molaire des chaînes macromoléculaires constitue un paramètre très important conditionnant les propriétés d'un matériau polymère (en particulier les propriétés mécaniques).

5.2.2. Structure conformationnelle (échelle II):

La chaîne macromoléculaire est caractérisée par une conformation locale qui correspond à l'orientation relative des segments et des groupes latéraux des chaînes. La conformation locale dépend de la structure covalente locale et des interactions entre atomes et groupements d'atomes. Elle résulte des possibilités de rotation autour des liaisons covalentes en fonction de l'encombrement stérique des différents groupements fixés sur la chaîne. Une seconde caractéristique des chaînes macromoléculaires est la conformation globale à l'échelle de la chaîne (Figure I.15). Elle définit la position relative des atomes de carbone constituant l'ossature de la chaîne. Dans le cas du PE, la chaîne macromoléculaire peut adopter deux conformations globales : en pelote statistique ou en zigzag plan (Figure I.16).

L'arrangement de la chaîne macromoléculaire sous forme de pelote statistique concerne la phase amorphe du polymère, lui prodiguant la même conformation à l'état solide et à l'état fondu. Les enchevêtrements joueront un rôle important dans le comportement mécanique du polymère en lui donnant des propriétés viscoélastiques [45,46]. La structure conformationnelle de type zigzag plan concerne quand à elle la phase cristalline du polyéthylène.



Figure I.15: Conformations locales du polyéthylène a) Rotation d'une liaison covalente;b) Convention d'angle de Newmann; c) Potentiel d'interaction [45].



Figure I.16: Conformations globales de la chaine macromoléculaire du polyéthylène; a) Pelote statistique; b) Zigzag plan [44]

5.2.3 Structure des états amorphe et cristallin (échelle III):

La structure cristalline du polyéthylène est constituée par l'assemblage périodique de chaînes ayant une conformation régulière, liées entre elles par des liaisons faibles de Van Der Walls. La configuration la plus stable et la plus couramment rencontrée est la maille orthorhombique (Figure I.17), dont les paramètres déterminés par Bunn en 1939 [47] sont:

a=0,740 nm, b=0,493 nm, c=0,253 nm, l'axe c correspondant à l'orientation des chaînes macromoléculaires.



Figure I.17: Maille cristalline du polyéthylène [47]

La phase amorphe, quant à elle est caractérisée par l'absence d'ordre à grande distance, c'est-à-dire, l'ordre des macromolécules par rapport à leurs proches voisins, à la différence d'un ordre à courte distance, qui décrit les états d'ordre qui ne se rapportent qu'aux premiers voisins. L'agitation thermique entraîne l'apparition et la disparition continuelle de ces ordres. A l'état amorphe, les macromolécules linéaires sont imbriquées de façon complexe et leur comportement depend largement de la température. A haute température, elles adoptent une conformation en pelote statistique. Si l'on refroidit le polymère, l'état structural va se figer, c'est la transition vitreuse (Tg).

Structurellement, cette zone amorphe est constituée de différents types d'organisation au niveau de ses chaînes: elle contient des boucles de chaînes repliées repénétrant dans les cristallites, des chaînes traversant plusieurs cristallites, des extrémités de chaînes et même des chaînes indépendantes [48]. De plus la phase amorphe est caractérisée par une entropie et une enthalpie plus élevées que la phase cristalline.

Une troisième phase, appelée interphase faisant l'intermédiaire entre la phase cristalline et la phase amorphe a pu être mise en évidence par spectroscopie Raman [49,50]. Celle-ci est partiellement ordonnée et constituée de segments de chaîne en conformation trans. La stabilité du polymère est assurée par les liaisons inter macromoléculaires de type Van der Waals entre les différents segments de chaîne. Celles-ci sont d'énergie beaucoup plus faible que les liaisons intra moléculaires de type covalente que l'on trouve entre les atomes constituant la chaîne (Tableau I.1).

Tableau I.1: Energie et distance des interactions de Van der Walls et des liaisons covalentes

 [44]

Type de	Covalente		Van der Wals		
liaison	C-C	C-H	CC	СН	НН
Energie (kJ/mol)	19.8	23.7	0.1-0.5	0.7-1.2	0.1-0.5
Distance (nm)	0.154	0.109	0.34-0.85	0.29-0.7	0.23-0.6

L'arrangement de ces phases pour constituer l'échelle IV se fait par une alternance de lamelles cristallines et de zones amorphes (Figure I.18), les lamelles cristallines étant connectées à la phase amorphe par des fragments de molécules appelées molécules de liaisons [45].



Figure I.18: Morphologie semi-cristalline du polyéthylène [45]

5.2.4 Arrangement des cristaux et de la phase amorphe (échelle IV):

Dans les polymères cristallisés à partir de l'état fondu comme le polyéthylène, les lamelles cristallines ainsi que la phase amorphe s'organisent en arrangements semi-cristallins dont la taille peut varier d'un micrometer à plusieurs milimètres. Les plus communément rencontrés sont les sphérolites (figure I.19).



Figure I.19: Représentation schématique d'un sphérolite et des lamelles le constituant [45]

Un sphérolite est un arrangement polycristallin, constitué de lamelles cristallines radiales séparées par la phase amorphe. Ils croissent à partir de leur centre avec une symétrie sphérique jusqu'à entrer en contact entre eux de façon à occuper tout l'espace disponible. La direction radiale correspondant à la direction de croissance représente une direction cristallographique. Dans le cas du polyéthylène, cette direction correspond à l'axe b de la maille orthorhombique. Les propriétés optiques des sphérolites permettent d'en faire une observation optique entre polariseurs croisés présentant le plus souvent une extinction en croix de Malte (Figure I.20). Une autre méthode d'observation consiste à réaliser une attaque acide visant à dissoudre la phase amorphe, la visualisation est ensuite faite à l'aide d'un microscope à force atomique [49-51].



Figure I.20: Sphérolites d'un polyéthylène observés en microscopie optique en lumière polarisée [45]

5.3. Propriétés:

De nombreuses propriétés physiques des polymères ont été étudiées durant les dernières décennies, telles que la fusion, la cristallinité etc.... Dans le cadre de cette étude, nous allons uniquement nous focaliser sur les propriétés de cristallinité et des processus de relaxation, qui nous servirons dans la suite de l'étude pour suivre les différents phénomènes intervenant au cours des essais mécaniques.

5.3.1. Cristallinité:

La densitométrie permet d'obtenir le taux de cristallinité à partir de la détermination expérimentale de la masse volumique du matériau et en considérant les masse volumiques de la phase amorphe ($_a$) et cristalline ($_c$). Les taux de cristallinité en masse X_{cm} et en volume X_{cv} sont donnés par les relations:

$$X_{cm} = X_{cv} \times \frac{\rho_c}{\rho} \tag{4}$$

$$X_{cv} = \frac{\rho - \rho_a}{\rho_c - \rho_a} \tag{5}$$

Une deuxième méthode de mesure de la cristallinité utilise la diffraction des rayons X aux faibles angles. En effet à partir d'un diffractogramme, il est possible de déconvoluer un halo amorphe et des pics cristallins. Le taux de cristallinité en masse est alors déterminé à partir de l'aire totale des pics cristallins C divisée par l'aire totale de tous les éléments diffractant cristallins et amorphes C + A [52]:

$$X_{cm} = \frac{c}{c_{+A}} \tag{6}$$

Nous pouvons également avoir accès au taux de cristallinité par analyse enthapique différentielle (AED). En effet la mesure de l'enthalpie de fusion ΔH_f du matériau permet de déterminer X_{cm} à partir de l'expréssion [53,54]:

$$X_{cm} = \frac{\Delta H_f}{\Delta H_f^\circ} \tag{7}$$

Avec ΔH_f° l'enthalpie de fusion du polyéthylène totalement cristallin, valeur égale à 285 J/g [54]. Différentes valeurs de cette enthalpie sont proposées dans la litérature, allant de 285 à 293 J.g⁻¹ [45,53, 55,56].

La température de fusion dépend directement de la taille des lamelles cristallines, ainsi du fait que le matériau possède une distribution de taille de lamelles, le processus de fusion se produit dans une plage de température dépendant de cette distribution. Il est alors possible de définir une temperature moyenne de fusion T_f qui est la température où le maximum d'énergie est absorbé par cette étape.

5.3.2. Processus de relaxation:

Dans le polyéthylène, on observe généralemnt trois processus de relaxation: , et par ordre de température croissante. Ils sont observables par spectroscopie mécanique ou diélectrique.

La relaxation qui a lieu vers T (ou T) = -120 °C caractérise des mouvements moléculaires dans la phase amorphe. C'est la relaxation principale associée à la transition

vitreuse. Plus le taux de cristallinité est élevé, moins le pic est intense et plus Tg est importante. Cette température de transition vitreuse varie inversement avec la masse moléculaire en nombre. En outre, le nombre et la disposition des ramifications dans une macromolécule influent sur la transition vitreuse. D'un point de vue général, plus les branchements sont petits et symétriques, plus la température de transition vitreuse est faible. L'énergie d'activation de cette transition est comprise entre 50 et 100 kJ/mol.

La deuxième relaxation a lieu aux alentours de T = -20 °C. L'origine de cette transition est plus complexe, trois processus semblent y participer:

i) des mouvements de segments de chaînes de la phase amorphe [57-59];

ii) des mouvements de molécules de la région interfaciale phase amorphe/phase cristalline [58];

iii) des mouvements de boucles de repliement « libres » dans les lamelles cristallines[57].

L'énergie d'activation de cette transition est comprise entre 120 et 400 kJ/mol. La se produit entre T = 50 et 100 °C et s'explique par des mécanismes relaxation intralamellaires [48]. Ils se caractérisent par des mouvements coopératifs impliquant toute la longueur des chaînes cristallines se traduisant par un glissement des chaînes par cisaillement. Plus le taux de cristallinité et l'épaisseur des lamelles augmentent, plus la transition est marquée et plus T est élevée. L'énergie d'activation de ce processus est comprise entre 100 et 400 kJ/mol [44]. Par ailleurs, cette relaxation se caractérise dans certains cas par l'apparition d'un second pic noté '. Plusieurs hypothèses sont émises pour expliquer ce phénomène. Ce second pic pourrait provenir d'une cristallinité hétérogèneau sein du matériau, une hypothèse consiste à dire que le pic ' provient de phénomènes de glissement à la surface des lamelles conduisant à une flexion de celles-ci. Une dernière approche suppose que provient d'un glissement inhomogène des lamelles et que ' résulte au contraire d'un glissement homogène des lamelles [45].

6. Références bibliographiques:

- 1. Langroudi A. E., Etude de la déformation viscoélastique et plastique du PET amorphe et semi-cristallin autour de la transition vitreuse, INSA de Lyon, 1999.
- Haudin J.M., G'sell C., "Mécanismes microscopiques de déformation des polymères semi-crystallins", dans "Introduction à la mecanique des polymères", Nancy: INPL de Lorraine 1995, p.250-275.
- Lin L, Argon A. S., "Structure and plastic deformation of polyethylene", J. Mat.Sci., 1994, vol. 29, p.294-323.
- Haudin J.M., Relation mise en forme morphologies cristallines dans les procédés. CEMEF, Ecole Nationale des Mines de Paris, 1991.
- 5. Ferrandez P., Adaptation de l'essai bipoinçonnement à l'étude des polymères. Influence des conditions de cristallisation sur le comportement rhéologique et tribologique d'un polyéthylène à haute densité. Thèse de doctorat, 1987.
- 6. Fischer E.W., Lorenz R. Polymer 189, 1963, pp97.
- Keller A., Polymers crystals. Volume 31, institute of physical society, London, UK, 1968.
- Varga J., Review. Supermolecular structure of isotactic polypropylene. J. Mater. Sci. 27(10), 1992, 2557-2579.
- 9. Coeuille F., Revêtements polymères de canalisation de fluide: Caractérisation et évolution de l'adhésion en milieu agressif. Thèse, ENSMP, 2002.
- Haudin J. M., Introduction à la mécanique des polymères, chapitres « structure et morphologies des polymères semi cristallins », Ed. INPL- MECAMAT-GFP-APPLORFIRTECH, 1995.
- Bowden P.B., Young R.J. deformation mechanisms in crystalline polymers. J. Mater. Sci., 9(12), 1974, 2034-2051.
- Ferhoum R., Etude Expérimentale et Modélisation Numérique du comportement mécanique du PEHD à l'état vierge et après vieillissement thermique, thèse de doctorat, Tizi-Ouzou, Algérie 2006.

- Combette P., Ernoult I., Physique des polymères Tome 2. Propriétés mécaniques, Ed. HERMANN, Paris 2005.
- 14. Monasse B., Queyroy S., Lhost O. Simulation par dynamique moléculaire de la deformation élastique et plastique de polyéthylène semi cristallins. CFM, 2007
- 15. Monasse B., Queyroy S., Lhost O., Simulation par dynamique moléculaire de la déformation élastique et plastique de polyéthylène. CFM, 2008.
- G'sell C., Dahoun A., Evolution of microstructure in semi-crystalline polymers under large plastic déformation. Mater. Sci. and Eng., A175, 1994, 183-199.
- Haudin J.M., Introduction à la mécanique des polymères, Chapitres « Structure et morphologies des polymères semi-cristallins et Mécanismes microscopiques de déformation des polymères semicristallins ». G'sell-Haudin, Ed. INPL-MECAMAT-GFP-APPLORFIRTECH, 1995.
- Castagnet S., Gacougnolle JL., Dang P., Correlation between macroscopical viscoelastic behaviour and micromechanisms in strained a polyvinylidene fluoride (PVDF). J. Mater. Sci. Eng., A276, 2000, 152-159.
- Fond C., G'sell C., Localisation des déformations et mécaniques d'endommagements dans les polymères multiphasés. Mécanique & industries, 3, 2002, 431-438.
- Addiego F., A. Dahoun, C. G'sell, JM. Hiver. Characterization of volume strain at large deformation under uniaxial tension in high-density polyethylene. Polym. 47, 2006, 4387-4399.
- Pawlak A., Cavitation during tensile deformation of high-density polyethylene. Polym.,
 48, 2007, 1397-1409.
- Butler M. F., Donald A. M., Deformation of spherulitic polyethylene thin film. J. Mater. Sci., 32, 1997, 3675-3685.
- Schneider K., et all., The study of cavitation in HDPE using time 190 resolved synchrotron X-ray scattering during tensile deformation. Macromol. Symp., 236, 2006, 241-248.
- 24. Dahoun A., Comportement plastique et textures de déformation des polymères semicristallins en traction uniaxiale et en cisaillement simple. Thèse, INPL, 1992.

- 25. Addiego F., Caractérisation de la variation volumique du polyéthylène au cours de la déformation plastique en traction et en fluage. Thèse, INPL, 2006.
- 26. Pawlak A., Galeski A., Plastic deformation of crystalline polymers: The role of cavitation and crystal plasticity. Macromolecules, 38, 2005, 9688-9697.
- 27. Castagnet S., Girault S., Gacougnolle J.L., Dang P., Cavitation in strained polyvinylidene fluoride: mechanical and X-ray experimental studies. Polym., 41, 2000, 7523-7530.
- 28. Aboulfaraj M., G'sell C., Ulrich B., Dahoun A., In situ observation of plastic deformation of polypropylene spherulites under uniaxial tesnion and simple shear in the scanning electron microscope. Polym. 36, 1995, 731-742.
- 29. Ward I. M., Mechanical proerties of solid polymers. 2^{ed} eddition, Weilyinterscience publication, 1985.
- 30. G'sell C., Dahoun A., Addiego F., Hiver J.M., Influence de la déformation volumique sur la dissipation plastique des polymères. Colloque national de la Société Française de Métallurgie et des Matériaux (Section Sud-Est), Ecully, 16-17, octobre, 2003.
- Seguela R. et all. Plastic deformation of polyethylene and ethylene copoylmers. Part I: Homogeneous crystal slip and molecular mobility. J. Mater. Sci., 33, 1998, 1273-1279.
- Hillmansen S., Hobeika S., Haward R. N., Leevers P. S., The effect of Strain rate, Temperature, and Molecular mass on the tensile deformation of polyethylene. Polym. Eng. Sci, 40, 2000, 481-489.
- Bartczak Z., Kozanecki M., Influence of molecular parameters on high-strain deformation of polyethylene in the plan-strain compression. Part I: Stress-strain behavior. Polym. 46, 2005, 8210-8221.
- Olasz L., Gudmundson P.,. Viscoelastic model of cross-linked polyethylene including effects of temperature and cristallinity. Mechanics of Time-Dependent Materials. 9, 2006, 225-246.
- Crist B., METAXAS C., Neck propagation in polyethylene. J. Polym. Sci., Part B: Polym. Phys. 42, 2004, 2081-2091.
- 36. Lawrence S.T., Shinozaki S., D.M. Micromorphology-dependent mechanical properties of syndiotactic polystyrene. Journal of Materials Science, 1998, vol. 33, pp.4059-4068.

- Mccullough R.L., Wu C.T., Seferis J.C., et al. Predictions of limiting mechanical performance for anisotropic crystalline polymers. Polymer Engineering and Science, 1976, vol. 16, pp. 371-387.
- Janzen, J. Elastic modulus of semicrystalline polyethylenes compared with theoretical micromechanical models for composites. Polymer Engineering and Science, 1992, vol. 32, pp. 1242-1254.
- 39. Ward I.M. Mechanical properties of solid polymers. 2^{ed} eddition, weily-interscience publication, 1985.
- Seguela R., Gaucher-Miri V., Elkoun S. Plastic deformation of polyethylene and ethylene copolymers. Part I: Homogeneous crystal slip and molecular mobility. J. Mater. Sci., 33, 1998, 1273-1279.
- Khanna Y.P., Turi E.A., Taylor T.J. Dynamic mechanical relaxations in polyethylene. Macromolecules, 1985, vol. 18, pp. 1302-1309.
- 42. Crist B., Fisher C.J., Howard P.R. Mechanical properties of model polyethylenes: tensile elastic modulus and yield stress. Macromolecules, 1989, vol. 22, pp. 1709-1718.
- 43. Cazenave J., Sur le compromis rigidité/durabilité du Polyéthylène Haute Densité en relation avec la structure de chaîne, la microstructure et la topologie moléculaire issues de la cristallisation, Thèse de doctorat, Lyon 2005.
- 44. Douminge L., Etude du comportement du polyéthylène haute densité sous irradiation ultraviolette ou sollicitation mécanique par spectroscopie de fluorescence, thèse de doctorat, France 2010.
- 45. Bezrodnyi, V.I., et al., Spectral and generation properties of a nonsubstituted analog of rhodamine 101 in a polyurethane matrix. Journal of Applied Spectroscopy, 2004. 71(1): p. 68-72.
- Lahrouni, A. et Arman J., Etude de melanges de polyethylene et de polystyrene par diffraction de rayons X et par densimetrie. European Polymer Journal, 1995. 31(4): p. 347-352.
- 47. Bunn, C.W., The crystal structure of long-chain normal paraffin hydrocarbons. The "shape" of the CH2 group. Transactions of the Faraday Society, 1939. 35: p. 482-491.

- Guadagno, L., et al., Chemical and morphologial modifications of irradiated linear low density polyethylene (LLDPE). Polymer Degradation and Stability, 2001. 72(1): p. 175-186.
- 49. Costa, L., et al., Ultra high molecular weight polyethylene--II. Thermal- and photooxidation. Polymer Degradation and Stability, 1997. 58(1-2): p. 41-54.
- 50. Zerbi, G., et al., Structural depth profiling in polyethylene films by multiple internal reflection infra-red spectroscopy. Polymer, 1989. 30(12): p. 2324-2327.
- Stark, N.M. et L.M. Matuana, Surface chemistry changes of weathered HDPE/wood-flour composites studied by XPS and FTIR spectroscopy. Polymer Degradation and Stability, 2004. 86(1): p. 1-9.
- 52. Colom, X., et al., Changes in crystallinity of the HDPE matrix in composites with cellulosic fiber using DSC and FTIR. Journal of Reinforced Plastics and Composites, 2000. 19(10): p. 818-830.
- 53. Kaci, M., et al., Crystallinity Measurements of Unstabilized and HALS-stabilized LDPE Films Exposed to Natural Weathering by FT-IR, DSC and WAXS Analyses. International Journal of Polymer Analysis and Characterization, 2001. 6(5): p. 455-464.
- Otdak, D., et al., Photo- and bio-degradation processes in polyethylene, cellulose and their blends studied by ATR-FTIR and raman spectroscopies. Journal of Materials Science, 2005. 40(16): p. 4189-4198.
- 55. Valadez-Gonzalez, A., et al., Mineral filler influence on the photo-oxidation of high density polyethylene: I. Accelerated UV chamber exposure test. Polymer Degradation and Stability, 1999. 63(2): p. 253-260.
- 56. Addiego, F., Caracterisation de la variation volumique du polyéthylène au cours de la déformation plastique en traction et en fluage. 2006.
- 57. Halary, J.L., et al., Mécanique des matériaux polymères. Echelles ed. 2008: Belin.
- 58. Etienne, S. et L. David, Introcudtion à la physique des polymères. 2002: Dunod.
- 59. Gulmine, J.V., et al., Degradation profile of polyethylene after artificial accelerated weathering. Polymer Degradation and Stability, 2003. **79**(3): p. 385-397.

Chapitre II:

Matériau et protocole des essais

Nomenclature:

PE: polyéthylène; HDPE: polyéthylène de haute densité; LDPE: PE basse densité; LLDPE: PE à basse densité linéaire; PP: Polypropylène; PVC: polychlorure de vinyle ou chlorure de polyvinyle; PS: polystyrene; MRS: Minimum Required Strength; DENT: géométrie à double entaille; DDENT Deep Double Edge Notched Tension; SENT: géométrie à une seule entaille; DSENT: Deep Single Edge Notched Tension; DCNT: Deep Center Notched Tension; SENB: Single Edge Notched Bending; C: coefficient de sécurité; : contrainte hydrostatique, MPa; We: travail essential de rupture, J; e: épaisseur du tube en mm P: Préssion à l'intérieur du tube, en MPa D: Diamètre extérieur du tube, en mm : Contrainte en MPa J: perte de de charge par frottement en mètre de colone d'eau par mètre de tyau; *D*: diameter du tuyau en m; V: vitesse d'écoulement en m/s; g: acceleration de la pesenteur en m/s^2 ; k: coefficient de rugosité équivalente de la paroi: pour les tubes en PE: *D* 200mm, k = 0.01 mm:

D> 200mm, k = 0.02 mm.

: viscosité cinématique du fluide en m^2/s ;

Re: nombre de Reynolds:

v: vitesse de l'onde de pression (m/s)

- *K*: module d'élasticité à la compression du liquid (Pa)
- : densité du liquid $(kg/m^3) = 1000 kg/m^3$ pour l'eau
- d: diameter intérieur de la canalization (mm)
- e: épaisseur de la paroi du tube (mm)
- *E*: module d'élasticité de la paroi du tube (Pa)
- L= longueur initiale du tube en m
 - L= variation de la longueur du tube en m
 - T= variation de température en °C.
- PMS: Pression maximale de service, bar ;
- SDR: Rapport Dimensionnel Standardisé;
- PN: Pression nominale, bar;
- D_f: Coefficient de détimbrage
- Vc: vitesse de coupe, m/min;
- f: Avance, mm/tr;
- ap: profondeur de passemm, mm;
- Rt: Rugosité totale, µm;
- Ra: moyenne arithmétique, µm;
- Rz: moyenne des hauteurs des irrégularités, µm;
- r_{ε} rayon du bec, mm;
 - : angle de dépouille, °
- _r: angle de direction pricipale, °
- : angle d'attaque, °
- Fa: l'effort axial, N;
- Fr: l'effort radial, N;
- Fv: l'effort tangentiel;
- Fv: effort principal de coupe, N;
- Ks: L'effort spécifique de coupe, N/mm²
- N: Nombre d'essai;
- q: Nombre de niveau de variation des facteurs de base;
- k: Nombre de facteurs de base.

- B: Epaisseur de l'éprouvette, mm;
- W: Largeur de l'éprouvette, mm;
- E: épaisseur de l'échantillon, mm;
- S: Distance entre appui, mm;
- a: Profondeur d'entaille, mm

1. Introduction:

Dans ce chapitre nous présentons le matériau de notre étude et l'ensemble des moyens exploités pour la réalisation des expériences. Cela va consister en une présentation des différents équipements utilisés et qui ont servi à l'étude de l'état de surface lors de l'usinage du HDPE et des efforts de coupe générés pour pouvoir ensuite choisir le meilleur régime de coupe permettant d'obtenir des éprouvettes d'essai ayant un très bon état de surface et très peux affectées par les conditions d'usinage.

2. Matériau :

Le "polyéthylène", ou "polyéthène" (sigle génériquePE), est un des polymères les plus simples et les moins chers. Il appartient à la famille des polyoléfines. C'est un important polymère de synthèse, avec le PP, le PVC et le PS. Sa production mondiale était estimée à 80 millions de tonnes en 2008. Sa température de transition vitreuse est très basse (voisine de-110°C) et sonpoint de fusion peut, selon les grades, atteindre 140°C, mais sa résistance mécanique fléchit nettement dès 75 à 90°C. Contrairement au polypropylène, la température d'utilisation ne peut excéder le point d'ébullition de l'eau. Sa nature paraffinique explique sa grande inertie chimique [1].

Il existe différents types de polyéthylène (dont les homopolymères LDPE et HDPE) et des copolymères(LLDPE, plastomères, par exemple). Son nom vient du fait qu'il est obtenu par polymérisation des monomères d'éthylène ($CH_2=CH_2$) en une structure complexe de formule générique: -(CH_2-CH_2)_n-.

2.1. Processus d'obtention du polyéthylène:

Issu des hydrocarbures, le PE résulte de l'association de nombreuses molecules simples selon une réaction de polymerisation, qui a lieu dans un réacteur chimique sous pression et une temperature donnée, en presence de catalyseurs (Figure II.1).La variation d'un ou plusieurs de ces paramètres peut changer la structure de la matière obtenue, appelée "polymère".



Figure II.1: Processus d'obtention du Polyéthylène

2.2. Propriétés:

Le polyéthylène est un polymère thermoplastique, translucide, chimiquement inerte (il est plus résistant aux oxydants forts que le polypropylène), facile à manier et résistant au froid.

Les trois principales familles de PE sont le HDPE (PE haute densité), le LDPE (PE basse densité) et le LLDPE (PE à basse densité linéaire) [2].Le LDPE est plus ramifié que le HDPE, ce qui signifie que les chaînes s'assemblent moins bien entre elles. Les forces intermoléculaires de type van der Waals sont donc plus faibles. Il en résulte un taux de cristallinité moindre, une plus faible densité, une malléabilité et une résistance aux chocs plus élevées. En revanche, le HDPE est plus rigide [3].

Déformation plastique:

Une des caractéristiques les plus remarquables des thermoplastiques semi-cristallins est leur faculté à subir une grande déformation plastique avant la rupture à temperature ambiante. Ce phenomene provient en partie du fait que leur température de transition vitreuse est située bien au dessous de la température ambiante [4]. Contrairement aux polymères vitreux pour lesquels la déformation est localisée dans les bandes fines de cisaillement, pour les polymères semi-cristallins la déformation plastique intervient de façon macroscopique et non homogène dans des tests de traction uniaxiale. Ce phenomène de déformation plastique appelé striction ou instabilité plastique a été largement étudié [5,6].

Rupture:

En général les polymères cèdent par craquelage ou cisaillement. Ces deux mécanismes conduisent à des resultants très different, le craquelage aboutissant généralement à une rupture fragile et le cisaillement étant associé à une rupture ductile. Selon les conditions expérimentales, un mécanisme est favorisé par rapport à un autre [7].

- Comportement général du PE:

Au voisinage de la temperature ambiante, le PE présente deux modes de rupture: sous forte contrainte il cède d'une manière ductile pour des temps courts, alors que dans le domaine des contraintes faibles il cède de manière fragile pour des temps beaucoup plus longs [8-10]. La rupture ductile de tube de PE se caractérise par la formation d'une "hernie" qui se fissure rapidement de façon perpendiculaire au sens d'étirage, suite à la forte deformation plastique comme indiqué sur la figure II.2.



Figure II.2: Rupture de tubes de PE sous pression hydrostatique [3]

2.3. Polyéthylène tubulaire de notre étude:

Le matèriau utilisé dans cette étude est un polyéthylène à haute densité (PE 100), fabriqué dans un premier temps sous forme de granulés, importé par l'entreprise CHIALI située à SIDI BELABES (Algérie). Il a été ensuite extrudé afin de fabriquer des tubes de transport d'eau potable. Il s'agit d'un thermoplastique semi-cristallin, comportant une phase amorphe et une phase crystalline et se présentant sous forme d'un agrégat sphérolitique.

Sa masse molaire est de l'odre de 500 g/mol, les temperatures de fusion et de transition vitreuse sont respectivement de 135° C et de -125° C, et la masse volumique égale à 0.97 g/cm³.



Figure II.3: Représentation muli-échelle de la structure du PEHD [11]

2.3.1. Spécifications techniques:

Quelques specifications techniques fournies par le fabriquant (STPM Chiali) du polyéthylène tubulaire utilisé dans notre étude sont citées dans le tableau suivant:

N^{ullet}	Caractéristique	Spécification	Méthode
1	Masse volumique	930 kg/m^3	ISO 1183
2	Indice de fluidité à chaud	0.2-1.4 g/10 min	ISO 1183
3	Temps d'induction à l'oxydation	20 min	ISO 11357-6
4	Teneur en noir de carbone	2-2.5 %	ISO 6964
5	Dispersion du noir de carbone	Garde 3	ISO 11420

Tableau II.1: specifications techniques du PE.

2.3.2. Notion de MRS:

Chaque matière (résine) PE est caractérisée par la résistance qu'elle procure à la canalisation vis-à-vis de la pression du fluide qui y circule. Cette caractéristique est traduite par la notion de MRS (Minimum Required Strength) dont la valeur est obtenue à travers une série d'essais au laboratoire. Cette valeur de MRS est pondérée par un coefficient de sécurité (C=1.25 pour l'eau) pour calculer la contrainte hydrostatique utilisée dans les calculs.

C'est à partir de la connaissance de la résistance hydrostatique à long terme d'une résine que sera calculé le dimensionnement des tubes (l'épaisseur de leur paroi) pour permettre le fonctionnement en toute sécurité de la canalisation (**Tableau II.2**).

Désignation de la résine	Contrainte Minimale requise MRS (MPa)	Contrainte hydrostatique à long terme (MPa)	
PE 100	10	8	Court
PE 80	8	6.3	

Tableau II.2:MRS du Polyéthylène tubulaire

2.3.3. Notion de SDR:

Pour une matière et une pression donnée, le rapport des dimensions nominales des tubes (diameter et épaisseur) est constant. Cette constante est designée sous le sigle SDR qui se traduit par (Rapport Dimensionnel Standardisé).

$$SDR = \frac{D}{e} \tag{1}$$

Où: D: Diamètre nominal en mm; e: épaisseur nominale en mm

2.3.4. Correspondance:

Chaque couple MRS/SDR désigne une PN bien définie, le tableau II.3 illustre les differents cas de figure pour l'eau potable:

SDR	PE 80	PE 100
7	PN 16	-
11	PN 12.5	PN 16
17	PN 8	PN 10

Tableau II.3: Correspondance MSR/SDR pour les tubes d'eau potable

NB: La temperature de référence est de 20 °C

2.3.5. Dimensionnement du tube en polyéthylène (PE):

La formule de base utilisée pour determiner les épaisseurs des tubes est la formule de G. LAME:

$$e = \frac{P.D}{(2.\sigma) + P} \tag{2}$$

Où:

e: épaisseur du tube en mm

P: Préssion à l'intérieur du tube, en MPa

D: Diamètre extérieur du tube, en mm

: Contrainte en MPa



2.3.6. Marquage du tube en PE:

Les éléments de marquage ci-dessous doivent être portés obligatoirement sur le tube en PE:

- Nom du fabricant ou sigle commercial;
- Pression nominale PN (bars);
- Nature du fluide: EAU;
- Dimensions nominales: diametre x épaisseur;
- Matière & designation, N° du lot, date de fabrication.



Figure II.4: Marquage des tubes en PE



Figure II.5: Exemple de marquage d'un tube d'eau potable

2.3.7. Pertes de charge:

La formule de calcul des pertes de charge linéaire, dite de Colebrookest donnée par l'équation suivante:

$$J = \frac{\lambda}{D} \times \frac{V^2}{2 \times g}$$
(3)
$$\frac{I}{\sqrt{\lambda}} = -2 \times \log \left[\frac{k}{3.7 \times D} + \frac{2.5}{Re \times \sqrt{\lambda}} \right]$$
(4)

Où:

J: perte de de charge par frottement en mètre de colone d'eau par mètre de tyau;

D: diameter du tuyau en m;

V: vitesse d'écoulement en m/s;

- g: acceleration de la pesenteur en m/s^2 ;
- k: coefficient de rugosité équivalente de la paroi: pour les tubes en PE:

D 200mm, k = 0.01 mm;

D>200mm, k = 0.02 mm.

v: viscosité cinématique du fluide en m^2/s ;

Re: nombre de Reynolds:

$$Re = \frac{V \times D}{v} \tag{5}$$

Pour l'eau:

à 10 °C: 1.31 x 10⁻⁶ m²/s à 20 °C: 1.00 x 10⁻⁶ m²/s à 30 °C: 0.80 x 10⁻⁶ m²/s

<u>NB:</u>

Les pertes de charge singulières sont estimées à environ 10% des pertes de charge linéaires.Connaissant le diameter et le debit de la conduit, on peut calculer les pertes de charge directement sur l'abaque (Annexe A).

2.3.8. Effet de coup de belier:

Calcul de la vitesse de l'onde de pression dans une canalisation en PE:

Le calcul de la vitesse de l'onde de pression est base sur la formule d'ALLIEVI. Elle est donnée ci-dessous, sous une forme plus pratique:

$$v = \sqrt{\frac{\kappa}{\rho \times \left(l + \frac{K \times d}{e \times E}\right)}} \tag{6}$$

v: vitesse de l'onde de pression (m/s)

K: module d'élasticité à la compression du liquid (Pa)

: densité du liquid
$$(kg/m^3) = 1000 kg/m^3$$
 pour l'eau

d: diameter intérieur de la canalization (mm)

e: épaisseur de la paroi du tube (mm)

E: module d'élasticité de la paroi du tube (Pa)



Figure II.6: Exemple d'un tube en PE endommagé

- Module E à la compression de l'eau: $K = 2.05 \ 10^9 Pa$
- Module d'élasticité du PE:
- Pour le PE 80 = 100 MPa
- Pour le PE 100 = 1400 MPa

2.3.9. Rayon de courbure:

La pose en grande longueur, spécifique des canalisations en PE enroulables en couronnes et/ou tourets, permet également une execution plus rapide du chantier en utilisant moins de raccordement. Lors des changements de direction, la pose en courbe est recommandée puisqu'elle limite les perles de charge et les effets de coups de belier. Pour les tubes de SDR inférieur ou égal à 11, un rayon de courbure de 25 fois le diamètre nominaldu tube est recommandé, selon le schema suivant:



Figure II.7:Calcul du rayon de courbure d'une canalisation en PE

2.3.10. Dilatation du PE:

La variation de longueur ΔL d'un tube en PE est calculée selon la formule:

$$\Delta L = \alpha \times L \times \Delta T \tag{7}$$

Avec:

 $= 0.2 \cdot 10^{-3} \text{m/m/}^{\circ}\text{C}$

L= longueur initiale du tube en m

L= variation de la longueur du tube en m

T= variation de température en °C.

<u>NB:</u>

Une canalisation de 100 mètres aura une variation de longueur théorique de 20 cm pour une diffèrence de 10 °C, mais en réalité cette variation ne sera que de 7 cm dans la plupart des cas.

2.4. Fabrication des tubes (en polyéthylène) de notre étude:

2.4.1. Processus de fabrication:

Les tubes en polyéthylène (PE 100-eau potable EN 12 201- 2) utilisés dans notre étude sont fabriqués par un procédé dit d'extrusion. L'extrudeuse est une machine constituée d'une vis d'Archimède tournant à vitesse controlée à l'intérieur d'un cylindre chauffé.

La fabrication du tube en PE suit, sommairement, les étapes suivantes:

- Après une déshumidification, la matière sous forme de granulés, est introduite dans la machine à travers une trémie;

- Dans le fourreau, constitué d'une vis sans fin et chaufé à une température d'environ de 190°C, la matière subit à la fois une fusion et un malaxage afin de faciliter sa transformation;

- La matière passe ensuite par une tête d'extrusion composée d'un poiçon et d'une filière pour prendre la forme du tube;

- Le tube obtenu passe par un calibreur qui lui donne ses dimensions définitives;

- Le tube passe enfin par une succession de bacs de refroidissement afin de reconstituer les chaînes moléculaires et lui donner ainsi les performances mécaniques requises

48


Figure II.8: Fabrication des tubes en PE

2.4.2. Normalisation:

Les tubes fabriqués peuvent être conditionnés en barres ou en couronnes.

<u>Normes</u> : Le tube en PE pour le transport d'eau potable est régi par les normes suivantes:

- NF T 54 063
- EN 12201 (Parties 1 à 7)
- ISO 4427 (Parties 1 à 4)

Tableau II.4: Normes pour les tubes en PE (eau potable)

		PN 16		
Code	DN	Epaisseur	Epaisseur	Masse
STPM		Minimale	Maximale	kg/ml
110080901	90	8.2	9.2	2.150
110081101	110	10.0	11.1	3.190
110081251	125	11.4	12.7	4.130
110081601	160	14.6	16.2	6.750
110082001	200	18.2	20.2	10.600
110082501	250	22.7	25.1	16.400
110083151	315	28.6	31.6	26.000
110084001	400	36.3	40.1	42.000
110085001	500	45.4	50.1	65.500

2.4.3. Domaine d'emploi:

Le tube en PE est utilisé comme canalisation d'eau potable jusqu'à une PN de 16 bars à 20 °C. Dans le cas où les conditions de fonctionnement présentent un risque vis à vis de la pérennité de la canalisation (températion > 20°C, nature du fluide, type de pose...) il convient d'appliquer alors un coefficient de détimbrage en partant de la formule ci-dessous :

$$PMS = \frac{P.N}{D_f} \tag{8}$$

Où: PMS: Pression maximale de service, PN: Pression nominale, D_f : Coefficient de détimbrage

T°	D _f
10 °C	0.96
20 °C	1.0
30 °C	1.1
40 °C	1.3

Tableau II.5: Coefficients de détimbrage correspendant à la temperature d'utilisation

2.4.4. Specifications techniques:

Quelques specifications techniques des tubes en PE sont regroupées dans le Tableau II.6.

- Désignation: Tubes en PEHD destinés aux réseaux de distribution d'eau potable.
- Norme de référence: EN 12201 2.
- Pression Nominale: PN 6, PN 10, PN 16 et PN 20.

Conditionnement: En couronne de 100 m jusqu'au Ø 110, et en barre de 12 m à partir du Ø 125.

Marquage sur tube: Norme - Fabricant - Matière - dnxen- Fluide - PN - Date fabrication N°lot - Equipe - Ligne. - code matière.

\mathbf{N}°	Caractéristiques	Spécification	Méthode d'essai
1	Aspect	Conforme	EN 12201/2
2	Dimensions	Conformes	EN 12201/2
3	Retrait à chaud	3 % aspect conservé	EN 743 ISO 2505
4	Résistance à la pressoin		EN 921
	hydraulique	PE 80 100h : 10.0 MPa	
	20°	PE 100 100h : 12.4 MPa	ISO 1167
	80°	PE 80 165 h : 4.6 MPa	
		PE 100 165 h : 5.5 MPa	
		PE 80 1000 h : 4.0 MPa	
		PE 100 1000 h : 5.5 MPa	
5	Traction		
	Contrainte au seuil	PE 80 : 15 MPa	
	d'écoulement	PE 100 19 MPa	
	Allongement à la rupture	350 %	
6	Masse volumique	930 kg/m^3	ISO 1183
7	Indice de fluidité	2.2 – 1.4 g/10 min	ISO 1133
8	Teneur en noir de carbone	2-2.5 %	ISO 6964
9	Dispersion du noir de	grade 3	IS11420
	carbone		
10	Stabilité à l'oxydation	20 min	EN 728
11	Tenue à la fissuration en	15 mm/jour	ISO 10 837
	milieu tension-actif		NF T 51-142
12	Propriétés	Seuil 3	NF T 54-063
	organoleptiques		

Tableau II.6: Spécifications techniques des tubes en PE



Figure II.9: Echantillon fabriqué à STPM Chiali.

PE 100					
	PN 6	PN 10	PN 16	PN 20	
	SDR 26	SDR 17	SDR 21	SDR 9	
200	7.7	11.9	18.2	22.4	

Tableau II.7:Epaisseur nominale en mm

Tableau II.8: Propriétés physiques et mécaniques

Caractéristique	Méthode d'essai	Exigence	Paramètres d'essi
Résistance hydrostatique	EN 921	Aucune rupture d'éprouvette pendant toute la durée de l'essai	-20°C-100h-10.0 et 12.4 MPa-80°C
Allongement à la rupture pour e 5mm	EN ISO 6259- 1/3	350 %	V=100 mm/min
Allongement à la rupture pour 5 mm < e 12 mm	EN ISO 6259- 1/3	350 %	V=50 mm/min
Allongement à la rupture pour e > 12 mm	EN ISO 6259- 1/3	350 %	V=25 mm/min
Indice de fluidité à chaud	EN ISO 1133-T	Valeur composition $\pm 20\%$	5 kg – 190°C – 10 min

3. Moyens d'essais:

3.1. Banc d'essais:

Le banc d'essais comporte un tour à charioter et à fileter, une plate forme Kistler pour l'acquisition des efforts de coupe, un rugosimètre pour mesurer les critères de rugosité de surface, un microscope pour prendre des photos de texture des surfaces obtenues et un pyrométre pour la mesure de la temperature dans la zone de coupe.

3.1.1. Machines outils:

Les essais de chariotage ont été realisés sur un tour conventionnel de la société tchèque "TOS TRENCIN" modèle SN40 avec les caractéristiques suivantes:

Puissance du moteur électrique: 6.6 kW

Nombres de tours par minute: 45 à 2000 tr/min

Vitesse d'avance en milimètres par tour: 0.08 à 6.4 mm/tr

Les opérations de fraisage ont été effectuées sur une fraiseuse universelle PMO type FU 1.5. Une fraiseuse à commande numérique à servit pour la découpe des specimens de type haltères.

3.1.2. Outils de coupe:

- Opérations de chariotage:

La plaquette de coupe utilisée est en carbure de forme carré de désignation GC3015 (K10), ayant un rayon du bec r_{ε} = 0.8 mm fournie par Sandvik. Le porte outil est de désignation CSBPR2525M12 qui permet d'avoir une géométrie de la partie active matérialisée par les angles suivants: = +5°; $_{r}$ = 75°; = +7°.

- Opérations d'alésage et de dressage:

L'outil d'alésage utilisé est en carbure métalliqueetl'outil utilisé en dressage est en acier rapide de 4mm de longueur d'arête de coupe.

3.2. Appareillages de mesure utilisés:

3.2.1. Photographie des états des surfaces obtenues:

Le microscope utilisé pour prendre des photos microscopiques des profils de rugosité est de type HUND (W-AD). L'opération consiste à placer les échantillons sous l'objectif du microscope et placer un appareil à photo numérique sur la loupe du microscope avec un agrandissement de X 40. Un second microscope de type *VISUAL 250* a été utilisé pour la mesure des ligaments et la prise des photos des facièces de rupture.

3.2.2. Mesure de la rugosité:

Pour la mesure des différents critères de rugosité (Ra, Rt et Rz) nous avons utilisé un rugosimètre (2D) Surftest 301 (Mitutoyo) avec une resolution de 0.1μ m, équipé d'une imprimente de profil de rugosité. Ce dernier est constitué d'une pointe de diamant (palpeur) avec un rayon de pointe de 5µm se déplaçant linéairement sur la surface mesurée. La longueur de palpage est de 4mm avec une longueur de base de 0.8mm (0.8x5). La plage de mesure des critères de rugosité est de (0.05 à 40 µm) pour Ra et de (0.3 à 160µm) pour Rt et Rz. Afin d'éviter les erreurs de reprise et pour plus de précision, la mesure de la rugosité a été

réalisée directement sur la machine et sans démontage de la pièce. Le rugosimètre a été étalonné avant chaque compagne d'essais sur un étalon de caractéristiques: Ra égale à 3.2µm.

3.2.3. Mesure de la température de coupe:

Pour mesurer la température dans la zone de coupe, nous avons utilisé un pyromètre à infrarouge modèle Raynger 3I. Le pyromètre mesure les temperatures de surface à distance. Il concentre l'énergie infrarouge rayonnant de la cible et calcule sa température de surface. Il calcule également les températures (maximales, moyennes et minimales) qui seront affichées sur l'écran digital en degrés Celsius ou Fahrenheit.

Une sortie analogique/digitale permet le transfert des données enregistrées. Le pyromètre à infrarouge Raynger 3I présente les caractéristiques suivantes:

- Étendue de mesure -30° à 1200°C
- Étendue spectrale 8 à 14µ
- Résolution optique 75:1
- Émissivité 0.10 à 1.00 par pas de 0.01 (0.95 par défaut).
- Visée laser double
- Temps de réponse 700m sec

3.2.4. Mesure des efforts de coupe:

Pour mesurer l'amplitude des efforts de coupe, nous avons utilisé un dynamomètre "KISTLER 9257 B", qui compte parmi les équipements les plus fiables pour la mesure des trois composantes de l'effort de coupe. Ce dispositif comporte plusieurs éléments dont on cite: la plateforme, l'amplificateur de signaux, le PC avec le logitiel et enfin une imprimante pour tracer les courbes.

Le principe de la mesure est basé sur le phenomène pièzo-électrique. Lors de l'opération du tournage, le movement de rotation est généralement attribué à la pièce, par contre l'outil est fixe. Ce dernier est monté sur la plateforme, appelée aussi table, fixée sur le chariot transversal de la machine-outil à l'aide de la plaque de fixation (Figure II.10).

La plateforme représente l'élément le plus intervenant lors de la mesure. Cette dernière est constituée de quatre capteurs en quartz.



Figure II.10: Montage du dynamomètre sur la table de la machine

Les forces qui agissent sur cette plaque lors de la coupe sont converties en charges électriques qui sont alors amplifiées par l'amplificateur des signaux. Ces signaux amplifiés sont ensuite acquis par le PC gr ce à la carte d'acquisition installée spécialement sur l'unité central de ce dernier. Un logiciel "DYNOWARE" analyse et traite ces signaux et la force produite lors du processus du tournage est alors directement exprimée en trois composantes. La Figure II.11 présente un exemple d'acquisition du logitiel qui montre les profils des trois composantes des efforts de coupe (Force axiale, Force radiale et Force tangentielle).

Caractéristiques du dynamomètre à 3composantes(9257):

- Grande rigidité, fréquence propre très élevée;
- Large gamme de mesure;
- Bonne linéarité, sans hysteresis;
- Faible interaction (<1%);
- Utilisation simple;
- Construction compacte;
- Résistant aux lubrifiants selon le mode de protection IP 67;
- Câble special à haute isolation de la connexion entre le dynamomètre et l'amplificateur (5m de longueur, 8mm de diamètre);
- Amplificateur multi canaux, destine à la mesure des efforts de coupe;
- Ordinateur personnel;
- Traceur.



Figure II.11: Exemple d'acquisition du logiciel "DYNOWARE" lors de l'usinage du HDPE 100

4 Préparation des éprouvettes:

Dans le cadre de cette étude cinqs types d'éprouvettes ont été préparés. Le premier type concerne des échantillons pour l'étude de l'état de surface, des efforts de coupe et des temperatures dans la zone de coupe en fonction des paramètres du régime de coupe. Deux autres types d'éprouvettes ont été utilisés pour l'étude de la rupture et l'endommagement du polyéthylène tubulaire. Le 4^{ème} type concerne les éprouvettes utilisées pour l'étude de l'é

4.1 Etude de l'état de surface, des efforts de coupe et des températures dans la zone de coupe en fonction des paramètres du régime de coupe:

Il existe plusieurs éléments intervenant sur le processus de coupe: les éléments du régime de coupe (Vc, f, ap), la géométrie de la partie active de l'outil (r, , , etc...), ainsi que les conditions de coupe (rigidité de la machine, lubrification). On peut dire que tous ces facteurs sont des paramètres d'entrée du processus de coupe. Par contre, les efforts de coupe, l'usure (durée de vie de l'outil), la rugosité, la température de coupe représentent les paramétres de sortie. En ce qui concerne notre étude plusieurs points apparaissent importants à traiter (la géométrie de l'outil de coupe, le matériau de coupe, lubrification, etc...). Toutefois, nous nous sommes limités au suivi de l'évolution des parameters suivants:

- La rugosité en fonction des paramètres du régime de coupe: Vitesse de coupe, avance et profondeur de passe;

- Les efforts de coupe en fonction des paramètres du régime de coupe: Vitesse de coupe, avance et profondeur de passe;

- La température dans la zone de coupe en fonction des paramètres du régime de coupe: Vitesse de coupe, avance et profondeur de passe;

Considérant $X_1, X_2, X_3, ..., X_n$ comme parameters d'entrée et $Y_1, Y_2, Y_3, ..., Y_n$ comme paramètre de sortie. L'influence d'un ou plusieurs facteurs $(X_1, X_2, X_3, ..., X_n)$ sur un paramètre Y [12], peut être obtenue on utilisant les deux methods suivantes: La "Méthode unifactorielle" et la "Méthode multifactorielle".

4.1.1. Méthode unifactorielle:

On fait appel à cette méthode pour évaluer l'action d'un seul facteur X sur un paramtre Y. L'opération consiste à varier la valeur du facteur examiner X, tout en maintenant tous les autres facteurs constants [12].

Dans notre étude, nous avons varié la vitesse de coupe, ensuite nous avons varié la profondeur de passe et en troisième lieu nous avons varié l'avance. Les parameters de sorie sont les trois critères de rugosité (Ra, Rt et Rz), les trois composantes de l'éffort de coupe (Fa, Fr, Ft) et la température dans la zone de coupe. Le tableau 9 regroupe les conditions de coupe en unifactoriel et les paramètres de sortie.

N°	Facteur variable	Valeurs	Paramètres de sortie
1	Avance (mm/tr)	0.14	Ra, Rt, Rz,
		0.36	Fa, Fr, Ft
		0.56	T°
2	Vitesse de coupe	34	Ra, Rt, Rz,
	(m/min)	188	Fa, Fr, Ft
		377	T°
3	Profondeur de passe	2	Ra, Rt, Rz,
	(mm)	3	Fa, Fr, Ft
		4	Τ°

Tableau II.9: Conditions d'essais d'aprés la méthode unifactorielle

4.1.2 Méthode multifactorielle:

Cette méthode permet de determiner l'action simultanée de plusieurs facteurs sur le paramètre Y_j. Pour determiner le nombre d'essais nécessaire nous appliquons la formule suivante:

 $N = q^k \quad (9)$

Où:

N: Nombre d'essai;

q: Nombre de niveau de variation des facteurs de base;

k: Nombre de facteurs de base.

Dans notre étude nous avons trois facteurs (k = 3) et chaque facteur de base à trois niveaux de variation (q=3). Nous avons donc un nombre d'essai N=27. Pour diminuer le nombre d'essais sans pour autant diminuer la précision des résultats nous avons opté pour un plan de Taguchi suivant la table orthogonale standard L₉(3)³ [13].

4.1.3 Echantillons:

Les échantillons utilisés sont deux tronçons de tubes en polyéthylène à haute densité de 400mm de longueur chacun. Le premier tronçon été en PE80 de diamètre extérieur 125mm et le second été en PE 100 de diamètre extérieur 200mm.

4.2. Détermination de la ténacité et des propriétés mécaniques des différentes couches d'un tube en polyéthylène à haute densité de grade 100 (HDPE-100):

4.2.1 Préparation des éprouvettes:

La forme de l'échantillon joue un rôle essentiel, et notamment le fait qu'il soit préentaillé ou non. L'effet d'une pré-entaille n'intervient que sur la durée des essais et n'a pas d'influence sur la nature des phénomènes. [3,14].

4.2.1.1Extraction des couches:

Afin de mesurer les propriétés mécaniques dans chaque couche du tube, les éprouvettes utilisées ont été directement extraites à partir du tube pour conserver l'histoire

thermomécanique intrinsèque, en obéissant à une méthodologie de préparation reproductibleet en minimisant les contraintes de contact durant l'opération d'usinage.

Le HDPE est un thermoplastique sensible aux efforts extérieurs, il ne demande pas de grands efforts de serrages sur le mandrin. Ce qui a poussé à créer des montages spéciaux pour travailler dans les meilleures conditions. Ainsi, plusieurs opérations de chariotage et d'alésagesont réalisées afin d'extraire des feuilles dont l'épaisseur moyenne ne dépasse pas les 2.5mm (Figure II.12).

La paroi du tube est divisée en 5 niveaux, et à partir de chaque niveau une couche est extraite Figure II.13 L'usinage a été réalisé sur un tour TOS TRENCIN modèle SN40. Pour réaliser les opérations de chariotage cinq mandrins en bois dediamètres croissants 170mm, 175mm, 180mm, 185mm et 190mm ont été fabriqués, et chaque mandarin est réalisé dans le but de maintenir le tube. Les contraintes d'ancrage sont uniformément distribuées par l'utilisation de quatre larges coussinets métalliques entre la surface externe du mandrin et les mâchoires. Deux vis sont fixées entre le mandrin et le tube pour éliminer tout glissement de ce dernier, et pour éviter tout déplacement radial du montage rotatif, le mandrina été également soutenu par une poupée mobile. Pour les opérations d'alésage, un tube en acier ajusté au diamètre extérieur a été utilisé et fixé avec deux vis afin d'éviter toute déformation du tube HDPE.

Pour réaliser les différentes opérations de tournage (chariotage et alésage) nous avons opté pour unrégime de coupe qui va dans le sens favorable à un état de surface lisse et régulier à travers la paroi du tube; vitesse de coupe 118m/min, une avance f de 0.14mm/tr et une profondeur de 3mm pour les opérations de chariotage et pour les opérations d'alésage une vitesse de coupe 34m/min, une avance f de 0.14mm/tr et une profondeur de 2mm, la température dans la zone de coupe était entre 18 et 25°C.



Figure II.12: Opérations de tournage du tube en PE 100: (a) alésage, (b) chariotage.



Figure II.13: disposition des feuilles dans la paroie du tube.

La Figure II.14 montre l'une des feuilles extraites directement du tube en polyéthylène à haute densité PE 100 après les opérations de tournage.



Figure II.14: Feuille extraite du tube en PE 100 après tournage.

4.2.1.2. Découpe des specimens:

Eprouvettes de l'étude de la ténacité:

Plusieurs géométries d'échantillons peuvent être utilisées pour caractériser la ténacité des matériaux presentant un comportement élastoplastique. La géométrie la plus répandue est la géométrie à double entaille, DENT ou DDENT ((Deep) Double Edge Notched Tension) (Figure II.15a) [15-18]. Dans cette géométrie, la fissure se propage de façon symétrique de chaque côté du ligament, ce qui permet d'obtenir des courbes de traction parfaitement homothétiques pour différentes longueurs de ligament, ainsi qu'une reproductibilité accrue. La géométrie à une seule entaille, SENT ou DSENT ((Deep) Single Edge Notched Tension), est aussi largement utilisée (Figure II.15b) [19-24]. Cependant, il faut noter que l'état de contrainte au sein du ligament est différent dans les deux géométries: la contrainte est biaxiale dans le cas DENT, alors qu'elle est uniaxiale dans le cas de SENT. Les travaux de Mai [25-27] tendent à minimiser l'influence de l'état de contrainte sur le travail essential de rupture *We*, en montrant que si le mode de rupture et la déformation du ligament pendant la striction sont semblables, la valeur de *We* est identique pour les deux géométries utilisées.

Une troisième forme d'échantillon utilisant une entaille centrée, DCNT (Deep Center Notched Tension) (Figure II.15c) peut être envisagée dans le but d'éliminer les effets géométriques liés à la méthode DSENT. Les ligaments réalisés sont assez petits pour permettre une plastification complète, confinée au ligament, avant l'amorçage de la déchirure. Enfin, une autre géométrie, en rapport avec un mode de sollicitation en flexion, peut aussi être proposée:

La géométrie SENB (Single Edge Notched Bending) (Figure II.15d). Wu et Mai [28] et Hashemi [29] ont constaté que la valeur de We était indépendante de la géométrie d'échantillon alors que d'autres auteurs [30,31] ont constaté que la valeur de we obtenue par des échantillons SENT était plus élevée que celle obtenue par des échantillons DENT.



Figure II.15: Différents types d'échantillon utilisés pour les critères énergétiques globaux:(a)DENT ou DDENT; (b) SENT ou DSENT; (c) DCNT; (d) SENB.

D'autres types d'éprouvettes ont été utilisés dans la littérature pour calculer la valeur de l'intégral de Rice J_{IC} pour caractériser la résistance à la rupture de certains matériaux [32]. Batiste [33] à utilisé des éprouvettes compact de traction (Compact tension specimens et Solide growved compact specimens). Bernal [34] a utilisé des éprouvettes SENB pour prédire la fissuration des tubes déféctueux en polyéthylène et Kim [35] a utiliser des éprouvettes SENB pour déterminer la résistance à la rupture des plusiers matériaux polymères(Polystyrène, polyméthylmethacrylate "PMMA", le polypropylene "PP", le Polycarbonate "PC", le Nylon et le Vinyl ester).

Les spécimens choisis pour notre étude sont directement découpés à partir des couches du tube en HDPE 100(eau)pour conserver l'histoire thermomécanique intrinsèque, en obéissant à une méthodologie de préparation reproductible et en minimisant les contraintes de contact durant l'opération automatique d'usinage. Le dispositif de découpe est représenté dans la Figure II.16. Les spécimens sont type SEN de dimensions 3x19x150mm ayant differentes longueures de notchs.



Figure II.16: Dispositif pour la découpe des specimens

4.2.1.3. Préparation des notchs:

Les notchs sont réalisés par fraisage à l'aide d'une fraise de 1.2mm de largueur (Figure II.17). Les notchs sont en forme de U (Figure II.18). Les notchs sont de longueurs: 3mm, 6mm, 9mm, 12mm et15mm (Figure II.18). La fissure en fond de l'entaille est de 0.3mm.



Figure II.17: réalisation des notchs



Figure II.18: Eprouvette SENT utilisée.

4.2.2 Eprouvettes de l'étude des propriétés mécaniques:

Afin de mesurer les propriétés mécaniques dans chaque couche du tube, les éprouvettes utilisées ont été directement extraites à partir du tube en HDPE 100(eau) pour conserver l'histoire thermomécanique intrinsèque, en obéissant à une méthodologie de préparation reproductible et en minimisant les contraintes de contact durant l'opération automatique d'usinage. Les éprouvettes utilisées dans les essais de traction sont directement extraites à partir des feuilles du HDPE-100 obtenues par tournage. Les éprouvettes de traction ont été découpées par fraisage (Figure II.19) suivant la norme ASTM D-638 type 4 dans le sens logitudinal du tube figures II.20 et II.21.



Figure II.19: Préparation des éprouvettes haltères



Figure II.20-a: Dimensions des éprouvettes haltères de traction selon la norme ASTM D638 type 4 [36]



Figure II.20-b:Eprouvettes haltères utilisées

4.2.3. Essais de traction:

Les éprouvettes ont été soumises à des essais de traction monotones avec une machine d'essai universelle Zwick, Type Zwick 1120 particulièrement conçu pour la caractérisation des polymères avec une cellule de charge de 2 kN (Figure II.21). Une vitesse d'essai de 100 mm/min a été utilisée. Le déroulement des essais a été contrôlé par le logiciel TestXpert® Version 9.0 qui a permis de les effectuer exactement de la même manière en se basant sur les recommandations générales de la norme ASTM D-638. Afin d'atteindre la rupture finale de l'éprouvette, la longueur calibrée choisie a été de 64 mm adaptée à la géométrie de l'éprouvette, et à la course maximale de la machine. L'acquisition des données sur ordinateur a été assurée en temps réel par une interface RS232. L'analyse statistique instantanée a été réalisée sur demande pendant chaque acquisition de données suivant un programme d'essai précédemment déclaré. Cette étape a assuré le calcul des moyennes et des écarts-type pour chaque ensemble d'éprouvettes appartenant à une même couche et constituant la courbe moyenne contrainte-déformation.



Figure II.21: Machine d'essai universelle Type Zwick 1120

4.3 Caratérisations des contraintes à travers la paroi du tube en HDPE-100:

La contrainte résiduelle externe dans les tubes a un effet significatif sur les proprieties des tubes. Par conséquent, la mesure des contraintes résiduelles dans les tubes est essentielle en prévoyant le comportement à long terme des tubes

En enlevant ou sectionnant une partie d'une pièce, l'équilibre mécanique est modifié. La pièce va se déformer pour retrouver un état d'équilibre. En mesurant la déformation depuis l'état initial, on est ainsi capable de remonter aux contraintes internes en calculant l'éffort qu'il faudrait appliquer sur la pièce pour la remettre à sa configuration initiale [37].

Les méthodes de découpage permettent de déterminer le moment induit par les contraintes résiduelles. En enlevant successivement des couches, la variation de la courbure permet d'évaluer les contraintes qui étaient présentes dans la partie retirée. Il est alors théoriquement possible de remonter à la distribution des contraintes dans l'épaisseur et de déterminer le profil des contraintes résiduelles.

Différentes méthodes de découpage ont été mises au point afin de déterminer le profil des contraintes résiduelles [37-39]. Quelques exemples sont représentés sur la Figure II.22:

(a) et (c) Anderson et Fahlman découpent une bande ne débouchant pas suivant q ou z.Ils ne coupent pas à partir du bord pour garder le tube initial comme origine de mesure.

(b) Hatfield et Thirkell découpe une bande pour permettre au reste du tube de s'enrouler librement. Ceci est nécessaire pour les tubes d'épaisseur importante.

66

(d) Sachs et Espey utilisent la même méthode que Anderson et Fahlman, mais ils sectionnent le tube suivant les deux génératrices diamétralement opposées afin d'éviter les effets de bords [38].



Figure II.22: Différentes méthodes de découpage des tubes [37]

Pour l'étude de l'évolution des déformations et contraintes à travers la paroi du tube nous avons usiné 5 couches, uniformément réparties dans l'épaisseur du tube en PE 100(eau) de diamètre extérieur 200mm et d'épaisseur 18.2 mm décrit précedement dans le paragraphe 2.3 (chapitre 2). Les couches sont de longueur 170 mm et d'épaisseur 3 mm chacunes. La découpe des couches à partir du tube est décrite dans le paragraphe 4.2.1.1 de ce chapitre. La libération des contraintes résiduelles est faite à laide d'un cutteur dans le sens logitudinal du tube. Les déflexions résultantes à la rétraction ont été mesurées dés les premières secondes après le sectionnement des envelopes et gulièrement pendant 12 mois (Figure II.23).



Figure II.23:Déformation des couches dans le temps

Dans le but de caractériser les déformations provoquées par les contraintes résiduelles en fonction des milieux d'imprégnation, des épaisseurs des tubes et du temps impartis à la libre déformation dans des tubes en HDPE-100 extrudés et pigmentés des éprouvettes en forme de couronnes (Ring Specimen) ont été utilisées.

Les tubes utilisés sont en polyéthylène de haute densité HDPE-100 ayant un SDR 11 pour le tube de transport d'Eau et 16 pour le tube de transport de Gaz. Les tubes ont un diamètre extérieur 200mm, extrudés et pigmentés noir. Les tubes destinés à la distribution de gaz naturel sont conçu pour des réseaux de 4 bars et ceux de transport d'eau sont conçus pour des réseaux de 16 bars pour le tube d'eau effectifs.

La technique utilisée pour préparer ces éprouvettes consiste à tronçonner les tubes par un outil de gorge en acier rapide (de 4mm de longueur d'arête de coupe) (Figure II.24) sur un tour universel de type TOS SN 40C. Pour le bon maintien des tubes pendant l'usinage, on a emboîté des mandrins cylindriques en bois dans les tubes de sorte qu'on évite tout glissement de ceux-ci. Le mandrin de bois est préparé pour avoir de diamètre extérieur égal au diamètre intérieur de tube utilisé. Pour éviter le glissement des tubes ces derniers ont été fixés sur les mandrins avec deux vis chacun

Le tube est tronçonné pour obtenir des anneaux de 5mm de largeur, en gardant l'avance automatique d'outil dans le sens transversal pour avoir une uniformité dans la largeur. Pour minimiser l'effet de la chaleur résultante au tronçonnage, on a utilisé la vitesse de rotation minimale (45 tour / min), les éprouvettes sont regroupées dans le (Tableau II.10).



Figure II.24: Préparation des éprouvettes.

Pour décharger les contraintes résiduelles des éprouvettes, on découpe une bande dans le sens radial pour permettre au reste du spécimen de se déformer librement, en utilisant une lame et en gardant la même façon de sectionnement pour tous les spécimens (Figure II.25). La valeur de la déflexion résultante à la rétraction a été mesurée à l'aide d'un pied à coulisse numérique.



Figure II.25: Eprouvettes de diamètre extérieur 200mm.

Tableau II.10: dimensions	s des spécir	nens utilisés	dans l'étude.
---------------------------	--------------	---------------	---------------

Les anneaux de tube d'eau							
Nom		Milieu	Géométrie				
TOM	winicu		Ø Int	Ø Ext	Largueur	Epaisseur	
R.S 1	re	Instantané	163.84	200.41	5.51	18.95	
R.S 2	ir lib	3 ^{ème} jour	162.22	200.22	5.20	18.65	
R.S 3	A	7 ^{ème} jour	161.84	200.29	5.27	18.99	
R.S 4		Enterré	162.30	200.13	5.43	18.73	
R.S 5	Eau de mère		161.58	200.03	5.39	19.15	
R.S 6	Soleil		162.36	200.32	5.30	18.56	
R.S 7	A température 0°C		161.87	199.89	4.93	18.88	
R.S 8	Eau thermal à 40°C		161.59	199	5.40	18.91	
		Les anneau	ıx de tube	de gaz nat	turel		
R.S 9		Enterré	174.78	201.13	5.01	12.23	
R.S 10		Eau de mère	173.94	200.15	5.23	12.47	
R.S 11	Soleil (UV)		175.25	201.36	5.63	12.22	
R.S 12	A to	empérature 0°C	173.66	199.83	4.92	12.51	
R.S 13	E	Eau thermal à 40°C	174.17	199.89	5.21	12.38	

Composantes	Masse (mg/l)
Bicarbonates	472
Sulfate	375
Chlore	340
Sodium	218
Calcium	183
Magnésium	61
Nitrile	1
Nitrate	0.123

Tableau II.11: la composition chimique de l'eau thermal (Hammam Debagh).

4.4 Préparation des éprouvettes de l'étude de la résilience:

4.4.1 Matériau:

Le tube utilisé est en polyéthylène de haute densité HDPE-100 ayant un SDR 11 et un diamètre extérieur 200mm, extrudés et pigmentés noir conçu pour des réseaux de 16 bars effectifs.

4.4.2 Préparation des éprouvettes:

Les éprouvettes utilisées pour cette étude sont sous forme d'arc ayant une entaille latérale (arc-shaped SENB specimens). Deux lots ont été préparés. Le premier lot regroupe 15 échantillons pour différentes dimensions. Le deuxième lot contient 30 échantillons de mêmes dimensions et appartenent à différentes positions dans le tube.

Les éprouvettes de cette étude sont préparées selon la norme ASTM E 399-90 (Figure II.26).



Figure II.26: Géométrie et dimentions des éprouvettes selon ASTM 399-90 [40,41]

Où: B: Epaisseur de l'éprouvette; W: Largeur de l'éprouvette; E épaisseur de l'échantillon; S: Distance entre appui; a: Profondeur d'entaille selon la norme 0.2<a/w<1;

Les entailles on été réalisées par fraisage à l'aide d'une fraise biconique d'anle 45°.

Les dimensions des échantillons du premier lot sont regroupées dans le tableau II.12. Les dimensions des échantillons du deuxième lot sont rgroupées dans le Tableau II.13. Le rayon intérieur, des échantillons est r1=72.5mm et le rayon exterieur est r2=93.5mm.

	r1(mm)	r2(mm)	e(mm)	B(mm)	W(mm)	a(mm)
Arc I-A	82	99	17	10.07	20.5	2
Arc II-A	82	99	17	10.11	20.6	2
Arc III-A	82	99	17	10.14	20.4	2
Arc I-B	82	96	14	9.94	18.3	2
Arc II-B	82	96	14	9.82	18.0	2
Arc III-B	82	96	14	9.87	18.5	2
Arc I-C	82	93	11	9.84	16.2	2
Arc II-C	82	93	11	9.62	16.1	2
Arc III-C	82	93	11	9.79	16.5	2
Arc I-D	82	90	7	10.15	13.0	2
Arc II-D	82	90	7	10.22	13.0	2
Arc III-D	82	90	7	10.44	13.2	2
Arc I-D	82	87	5	10.16	9.3	2
Arc II-D	82	87	5	10.06	9.3	2
Arc III-D	82	87	5	10.17	9.2	2

Tableau II.12: Dimensions des échantillons du premier lot

Anneau	Arc(mm)	E(mm)	W(mm)	a(mm)	B(mm)
Ι	1	11.2	10.3	2	8.2
	2	11.2	10.3	2	8.23
	3	11.2	10.6	2	8.25
	4	11.2	10.1	2	8.39
	5	11.2	10.7	2	8.24
II	1	11.2	10.3	2	8.11
	2	11.2	10.6	2	8.26
	3	11.2	10.1	2	8.13
	4	11.2	10.7	2	8.26
	5	11.2	10.2	2	8.22
III	1	11.2	10.3	2	8.14
	2	11.2	9.6	2	8.25
	3	11.2	10.1	2	8.00
	4	11.2	10.3	2	8.21
	5	11.2	9.6	2	8.25
IV	1	11.2	10.1	2	8.32
	2	11.2	10.7	2	8.89
	3	11.2	10.1	2	8.25
	4	11.2	10.7	2	8.20
	5	11.2	10.5	2	8.22
V	1	11.2	10.4	2	8.23
	2	11.2	10.3	2	8.25
	3	11.2	9.6	2	8.2
	4	11.2	10.1	2	8.33
	5	11.2	10.7	2	8.24
VI	1	11.2	10.4	2	7.75
	2	11.2	10.7	2	8.02
	3	11.2	10.1	2	8.12
	4	11.2	8.2	2	8.13
	5	11.2	10.1	2	7.86

Tableau II.13: Dimensions des échantillons du lot 2

4.4.3 **Protocole des essais:**

Les essais ont été effectués sur une machine de choc (CHARPY) Allemande ZWICK 5113, qui sert à déterminer l'énergie de choc et la résilience sur des éprouvettes entaillées en matière plastique ou métallique et leurs alliages, de même que le bois ou encore le verre.

L'appareil est conforme aux normes EN 10045-2, DIN 51222, DIN 51233, ISO 442 et ASTM D 256, selon la matière à tester et leurs dimensions, la machine offre

différents pendules: 7.5, 15, 25 et 50 J, jeux d'appuis et portes éprouvettes interchangeables avec énergie nominale comprise entre 0.5 et 50 J (figures II.27 et II.28). Nous avons utilisé dans nos essais un marteau de 25J.

L'interface sérielle de l'appareil permet de raccorder à un PC, un logiciel TestXpert don't l'interface permet le traitement des données déterminé en essais.



Figure II.27: Dispositif de l'essai de choc ZWIK 5113.



Figure II.28: Eprouvette de choc Charpy demi-produit sur les appuis de la machine

5. Bibliographie:

- 1 Otto G. Piringer et Albert Lawrence Baner, Plastic packaging: interactions with food and pharmaceuticals, Wiley-VCH, 2008, 2^{ème}éd.(ISBN978-3-527-31455-3)
- 2 Wilkes C. E., James W. Summers et Charles Anthony Daniels, PVC Handbook, Munich, Hanser Verlag, 2005 (ISBN 1-56990-379-4).
- 3 Cazenave J., Sur le compromis rigidité/durabilité du Polyéthylène Haute Densité en relation avec la structure de chaîne, la microstructure et la topologie moléculaire issues de la cristallisation, Thèse de doctorat 2005 Lyon, France.
- 4 Ishikawa M., Narisawa I., Crazing in semicrystalline thermoplastics, Advances in polymerscience, 1990, 91/92, p. 353-391.
- 5 Peterlin A., Mechanical properties of fibrous structure, extrait de "Ultra-high modulus polymers", A Ciferri; I M Ward, London : Appl. Sci. Pub. Ltd, 1979, p. 279-320.
- 6 Ward I.M., Review: the yield behavior of polymers, Journal of materials science, 1971, 6(11), p.1397-1417.
- 7 Narisawa I., Yee A.F., Crazing and fracture of polymers, extrait de "Materials science and technology, A comprehensive treatment", Ed. P.H. R.W. Cahn, E.J. Kramer, New York : VCH, 1993.
- 8 Lu X., Brown N., The ductile-brittle transition in a polyethylene copolymer, Journal of materialsscience, 1990, 25, p. 29-34.
- 9 Takemori M.T., Competition between crazing and shear flow during fatigue, Advances in polymer science, 1990, 91/92(crazing polym., vol.2), p. 263-300.
- 10Lustiger A., Markham R.L., Importance of tie molecules in preventing polyethylene fracture under longterm loading conditions, Polymer, 1983, 24, p. 1647-1654.
- 11 Ferhoum R., Etude Expérimentale et Modélisation Numérique du comportement mécanique du PEHD à l'état vierge et après vieillissement thermique, thèse de doctorat Tizi-Ouzou, Algérie, 2012.
- 12 Goupy J., La méthode des plans d'expériences-Optimisation du choix des essais & et de l'interprétation des resultants, Ed. Dunod 1996.

- 13 Taguchi G., Konishi S., Taguchi methods, Orthogonal arrays and linear graph, tools for quality engineering. American supplier institute, pp. 35-38, (1987)
- 14 Hubert L., Propriétés physiques et mécaniques du polyéthylène pour application tube en relation avec l'architecture moléculaire, Thèse de doctorat, Ecole doctorale matériaux de Lyon, Villeurbanne: INSA de Lyon, 2001.
- 15 Hong-NgaVu, Etude des relations microstructure-propriétés de polymères semicristallins par la méthode "Essential Work of Fracture", Thèse de doctorat, Lyon 2009.
- 16 Jar P.-Y.B., Adianto R., Muhammad S., A mechanistic approach for determining plane-stress fracture toughness of polyethylene, Engineering Fracture Mechanics, 77 (2010) 2881–2895.
- 17 Jar P.-Y.B., Cao W., A deformation-mechanism-based energy partitioning approach for measurement of plane-stress fracture toughness of low-density polyethylene, Engineering Fracture Mechanics, 96 (2012) 179-191.
- 18 Kwon H.J., Jar P.-Y.B., Fracture toughness of polymers in shear mode, Polymer 46 (2005) 12480–12492.
- 19 Naït-Abdelaziz M., Contribution à l'étude de la déchirure des matériaux par approche globale et approche locale de la mécanique de la rupture, Thèse d'habilitation à diriger des recherches, Lille, France 1996.
- 20M. Naït-Abdelaziz, Zaïri F., Qua Z., Hamdi A., Aït Hocine N., J integral as a fracture criterion of rubber-like materials using the intrinsic defect concept, Mechanics of Materials 53 (2012) 80–90.
- 21 Alhussein A., Gilgert J., Azari Z., Ténacité dynamique des tuyaux de transport de gaz après opération de sablage, 18ème Congrès Français de Mécanique Grenoble, 27-31 août 2007.
- 22B.H. Kim, C.R. Joe, D.M. Otterson, On the determination of fracture toughness in polymers, Polymer testing 8(1989) 119-130.

- 23 Kwon H.J., Jar P.-Y.B., 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, Engineering Fracture Mechanics 74 (2007) 2471–2480.
- 24 Nezbedová E., Huta P., Zouhar M., Knésl Z., Sadílek J., Náhlík L., The applicability of the PENT TEST for a new generation of PE pipe grades, Polymer Testing Vol. 32, Issue 1, (2013) 106–114.
- 25 Mai Y. –W., Cotterell B. Effects of prestrain on plane stress ductile fracture in alpha-brass Journal of Materials Science, 1980, 15, p. 2296–2306.
- 26 Mai Y. –W., Cotterell B. On the essential work of ductile fracture in polymers International Journal of Fracture, 1986, 32, p. 105–125.
- 27 Mai Y. –W., Cotterell B., Horlyck R., Vigna G. The essential work of plane stress ductile fracture of linear polyethylenes – Polymer Engineering and Science, 1987, 27, p. 804–809.
- 28 Wu J., Mai Y. W., The essential fracture work concept for toughnessmeasurement of ductile polymers – Polymer Engineering and Science, 1996, 36, p.2275–2288.
- 29Hashemi S., Work of Fracture of PBT/PC Blend: Effect of specimen size, geometryand rate of testing Polymer Engineering and Science, 1997, 37, p. 912–921.
- 30Arkhireyeva A., Hashemi S., Fracture behaviour of polyethylenenaphthalate (PEN) Polymer, 2002, 43, p. 289–300.
- 31 Arkhireyeva A., Hashemi S., O'Brien M. Factors affecting work offracture of PVC film, Journal of Materials Science, 34 (1999) 5961–5974.
- 32 Krawczak P., Essais mécaniques des plastiques; Caractéristiques à long terme et ténacité, Techniques de l'ingénieur, traité Plastiuqes et composites, AM 3 511.
- 33Thomas Joseph Battiste, Fracture Toughness: Evaluation of Analysis Procedures to Simplify JIC Calculations, Thèse de master, University of Tennessee, Knoxville, 2010.
- 34 Bernal C., Lopez H. Montenegro, Patricia Frontini, Failure prediction analysis for polyethylene flawed pipes, Engineering Fracture Mechanics 70 (2003) 2149–2162.

- 35 Kim B. H., Joe C. R., Otterson D. M., On the Determination of Fracture Toughness in Polymers, Polymer Testing 8 (1989) 119-130.
- 36 Alimi L., Ghabeche W., Chaoui W. et Chaoui K., Étude des propriétés mécaniques à travers la paroi d'un tube HDPE-80 extrudé destine à la distribution du gaz naturel, Matériaux & Techniques 100, 79–86 (2012).
- 37 Parant O., Etude expérimentale et calcul des contraites résiduelles dans des tubes extrudés en polyéthylène. Thèse de Doctorat, Ecole des Mines de Paris, 2002.
- 38 Zhang J., Experimental study of stress cracking in high density polyethylene pipes, Thèse de doctorat, Université de Drexel, 2005.
- 39 Treuting R. G. et Read W.T., A mechanical determination of biaxial residual stress in sheet materials, Journal of applied physics, vol.22, 130-134 (1951).
- 40 Ozbek P., Argyrakis C. and Leevers P., Fracture mechanics analysis of arc shapedspecimens for pipe grade polymers, Elsevier 2009.
- 41 Niglia J., Cisilino A., Seltzer R., Frontini R., Determination of impact fracture toughness of polyethylene using arc-shaped specimens, Engineering Fracture Mechanics 69 (2002) 1391–1399.

Chapitre III:

Optimisation du tournage du HDPE

Nomenclature:

HDPE: polyéthylène de haute densité;

PEEK: polyétheréthercétone

PA 66: Polyamide;

GRA: analyse relationnelle Gris;

ANOVA: l'analyse de variance;

S/N: le rapport signal sur bruit;

 $\chi_i(k)$: valeur normalisée de la séquence;

 $i_{i}(k)$: Les coefficients du Relationnel Gris;

i: Grey Relational Grade;

R²: Coefficient de corrélation;

T_g : température de transition vitreuse, °C;

Vc: vitesse de coupe, m/min;

f: Avance, mm/tr;

ap: profondeur de passe, mm;

Rt: Rugosité totale, µm;

Ra: moyenne arithmétique, µm;

Rz: moyenne des hauteurs des irrégularités, µm;

 r_{ϵ} : rayon du bec, mm;

: angle de dépouille, °

_r: angle de direction principale, °

: angle d'attaque, °

Fa: l'effort axial, N;

Fr: l'effort radial, N;

Fv: l'effort tangentiel, N;

Fv: effort principal de coupe, N;

Ks: L'effort spécifique de coupe, N/mm²;

: la précision du modèle, % ;

y_{i,exp} : la valeur mesurée de la réponse correspondant à l'essai (i);

y_{i,pred} : la valeur prédite de la réponse correspondant à l'essai (i);

n : le nombre d'essai

1. Introduction :

Une importante compétition sur les plans technique et économique continue d'opposer les métaux aux matériaux polymères pour la réalisation de pièces multiformes destinées à être utilisées dans des domaines variés. Les polymères présentent l'avantage d'être mis en œuvre plus facilement lors de la production par moulage ou par extrusion. Cependant, après moulage les pièces polymériques peuvent encourir la probabilité de voir leur structure se transformer par cristallisation en quelques jours. Ainsi, les opérations d'usinage sont nécessaires pour les réparations et le contrôle de qualité. Le problème consiste à mettre au point l'effet des paramètres de coupe et de déterminer la prépondérance comme dans le cas des aciers.

D'autre part, pour certains essais mécaniques sur les polymères, les normes préconisent des éprouvettes permettant d'évaluer les résistances mécaniques correspondantes. Des recommandations de préparation et d'emploi de ces éprouvettes sont brièvement rapportées. Cette préparation fait souvent appel à la mise en forme par enlèvement de matière à l'outil coupant. Il importe donc de s'assurer que les propriétés mécaniques mesurées ne soient pas affectées par les conditions d'usinage. Ce problème demeure très peu traité dans la littérature. Les normes elles-mêmes sont assez discrètes sur ce point. Partant de ce constat, la spécificité de ce travail s'inscrit sous le sceau d'une double préoccupation; un bon état de surface et des conditions de coupe qui n'affecte pas les propriétés du matériau.

Les polymères ont un comportement nonlinéaire très complexe et leurs caractéristiques sont influencées par la densité, le poids moléculaire et la distribution du poids moléculaire [1]. Gombette et Ernoult [2] ont indiqué que les coefficients de dilatations thermiques volumiques des polymères sont supérieurs à ceux des métaux ou des matériaux covalents a liaisons intenses (pour le polyéthylène $30x10^{-5}$ K⁻¹ à $40x10^{-5}$ K⁻¹, Pour les métaux $3x10^{-5}$ K⁻¹ à $7x10^{-5}$ K⁻¹ et pour le diamant $0.3x10^{-5}$ K⁻¹). Ils sont aussi mauvais conducteurs de chaleurs; ils conduisent 100 à 1000 fois moins de chaleur que les métaux. La combinaison de ces deux caractéristiques, fait que la chaleur engendrée par l'opération d'usinage reste concentrée sur la zone usinée et entraîne une déformation thermique importante, voir un risque de dégradation thermique. La viscosité des polymères joue un rôle décisif pour déterminer la qualité de la surface usinée. Leur déformation visqueuse dépend fortement du

taux de déformation ainsi que de la température [2-4]. Les polymères sont très souples par rapport aux aciers et beaucoup moins durs ce qui impose, par exemple, des précautions de serrage particulières pour ne pas déformer la pièce ni en marquer la surface (Tableau III.1). Jiang [5] et Dusunceli [6] ont investigué la relation entre les paramètres du matériau, tel que la température de transition vitreuse (T_g), température de fusion et les effets de viscosité et de relaxation, et l'état de surface du produit fini. Smith [7] a étudié l'effet de la température de transition vitreuse (T_g) sur la qualité de surface des pièces thermoplastiques amorphes en tournage. Il a trouvé que la rugosité de surface des polymères est très influencée par la température de transition vitreuse. Si la température dans la zone de coupe dépasse T_g un bon état de surface est obtenu.

Le choix des conditions de coupe est essentiel [8]. Petropoulos et al. [9] ont étudié l'influence des paramètres de coupe sur la rugosité lors du tournage du PEEK. L'analyse statistique des résultats expérimentaux a révélé que l'augmentation de l'avance cause une augmentation significative de tous les critères de rugosité alors que l'augmentation de la vitesse de coupe permet une légère diminution des critères de rugosité. Davim et al [10] ont investigué l'usinabilité du polyamide PA 66. Les résultats ont indiqué que la composante radiale de l'effort de coupe est la plus importante suivie des composantes tangentielle et axiale.

Le polymère utilisé dans cette étude est le polyéthylène de haute densité (HDPE). C'est l'un des polymères les plus étudiés. Il est de plus en plus utilisé dans différentes applications telles que le transport d'eau et de gaz naturel [11, 12, 13]. Due à sa nature polymérique, le polyéthylène ayant une excellente résistance mécanique à court terme peu voir ses performances se dégrader à long terme [12, 14].

Les références [1] et [6] montrent que les techniques d'usinage affectent le comportement du HDPE en termes de module d'élasticité et de résistance en traction. Il est donc impératif d'optimiser les différents paramètres du régime de coupe pour mieux maitriser les opérations d'usinage comme dans le d'autres matériaux [8, 15-17].

PROPRIETES MECANIQ	PE 80	PE 100	
Density at +23°C (kg/m ³)		954	958
Viscosity (cm ³ /g)		320	360
Yield strength à 23°C (MPa)		22	23
Yield elongation at 23°C (%)		8	9
Ultimate elongation (%)		350	350
Modulus of tensile elasticity at 23°C (MPa)	850	900	
Modulus of bending elasticity [min.I], (MPa)	1000	1200	
	à 0°C	67	63
	à 20°C	61	59
Hardness SHORE D	à 40°C	59	56
	à 60°C	53	54
	à 80°C	49	52
Minimum Required Strength [MRS], (MPa)	8	>10	
Slow Crack Growth [SCG] resistance [=4,0 I	>3000	>1000	
Rapid Crack Propagation [RCP] resistance [Sp S4], (bar)	5	25	

Tableau III.1: Propriétés des polyéthylènes de haute densité (HDPE-100 et HDPE-80) [15]

Cette étude est conçue dans le but d'optimiser les paramètres de l'opération du tournage (avance, profondeur de passe et vitesse de coupe) de deux grade de polyéthylène de haute densité (HDPE-100 et HDPE-80) en utilisant la méthode de Taguchi de planification des expériences et une analyse relationnelle Gris (GRA)

2. Procédure expérimentale:

La procédure expérimentale consiste à réaliser des passes de chariotage en variant les conditions de coupe (vitesse de coupe (Vc), Avance (f) et profondeur de passe (ap)) et en mesurant les critères de rugosité (Rugosité totale (Rt), moyenne arithmétique (Ra) et moyenne des hauteurs des irrégularités (Rz)), les efforts de coupe et la température dans la zone de coupe.

En appliquant les règles de construction du plan de Taguchi, citées dans les références [18] et [19], une série d'essais, de 9 expériences suivant la table orthogonale standard $L_9(3)^3$, est réalisée sur deux tubes extrudés en HDPE de longueur 400 mm chacun. Le premier tube été en HDPE-100 de diamètre extérieur 200 mm et le deuxième été en HDPE-80 de diamètre extérieur 125 mm. Dans le but de minimiser les erreurs de mesure, chaque essai est repris 3 fois. Les opérations de tournage ont été faites sur un tour TOS TRENCIN modèle SN40, de puissance de 6.6 kW sur broche. Pour le montage du tube sur le tour, un mandrin en bois, ajusté au diamètre intérieur du tube, est adopté.





(b) Rugosimètre (Surftest 301 Mitutoyo).



(c) Pyromètre infrarouge (Rayner 3I)

(a) Dynamomètre piézoélectrique (Kistler 9257B), amplificateur et PC avec software pour l'acquisition des données

Figure III.1: Equipements utilisés.

Les contraintes d'ancrage sont uniformément distribuées par l'utilisation de 3 larges coussinets métalliques entre la surface externe du mandrin en bois et les mors du mandrin du tour. Pour éviter tout déplacement radial du montage rotatif, le mandrin a été également soutenu par une poupée mobile. Les essais ont été réalisés sans lubrification (Figure III.1).

La plaquette de coupe utilisée est en carbure de forme carré de désignation GC3015 (K10), ayant un rayon du bec r_{ϵ} = 0.8 mm fournie par Sandvik. Le porte outil est de

désignation CSBPR2525M12 qui permet d'avoir une géométrie de la partie active matérialisée par les angles suivants: $= +5^{\circ}$; $_{\rm r} = 75^{\circ}$; $= +7^{\circ}$. Un rugosimètre Surftest 301 de marque Mitutoyo, piloté par un micro-ordinateur, a servi à la représentation graphique et la mesure des critères de rugosités Ra, Rt et Rz pour chaque combinaison des conditions de coupe. Ce dernier est constitué d'un palpeur en diamant, avec un rayon de pointe de 5 µm, se déplaçant linéairement sur la surface mesurée, avec une longueur totale de palpage de 4 mm. La plage de mesure des critères de rugosité est de (0,06 à 45 µm) pour Ra et de (0,4 à 176 µm) pour Rt et Rz. Les efforts de coupe ont été mesurés dans les conditions du laboratoire à l'aide d'une plate-forme KISTLER 9257B avec une gamme de mesure qui varie de -5 à 5 KN qui permet d'enregistrer les trois composantes de l'effort de coupe dans les directions X, Y, Z en temps réel. Les températures ont été mesurées à l'aide d'un pyromètre à infrarouge (IR Rayner).

3. Résultats et discutions:

3.1. Influence des paramètres du régime de coupe sur l'état de surface obtenu:

Les critères de la rugosité définissent les caractéristiques micro-géométriques de la surface. Pour cette étude la caractérisation de la qualité de la surface usinée a été limitée aux trois critères de rugosité (Ra, Rt et Rz).

Les trois critères de rugosité, précédents, sont définis, par Enache [20], comme suit (Figure III.2):

Hauteur des irrégularités sur dix points Rz: Moyenne des valeurs absolues des hauteurs, des cinq saillies du profil les plus hautes et des profondeurs des cinq creux du profil les plus bas, à l'intérieur de la longueur de base.

$$R_{z} = \frac{1}{5} \left[(R_{1} + R_{3} + R_{5} + R_{7} + R_{9}) - (R_{2} + R_{4} + R_{6} + R_{8} + R_{10}) \right]$$
(1)

Hauteur maximale du profil Rt : Distance entre la ligne des saillies et la ligne des creux à l'intérieur de la longueur de base.


Figure III.2: Profils théoriques de la rugosité [20]

Écart moyen arithmétique du profil Ra : Moyenne arithmétique des valeurs absolues des écarts du profil dans les limites de la longueur de base.

$$R_{a} = \frac{1}{l} \int_{0}^{l} |y(x)dx| = \frac{1}{n} \sum_{A}^{B} |y_{i}|$$
(2)

Pour les différentes avances testées, lors des essais préliminaires, les profils de rugosité obtenus pour le HDPE-80 et HDPE-100 (Figure III.3) montrent une périodicité régulière pour les avances supérieures à 0.14mm/tr, alors que pour l'avance 0,14mm/tr les

sillons sont tellement petits par rapport aux arrachements que les profils perdent leurs périodicité et deviennent aléatoires. Ceci est consolidé par les observations microscopiques de la figure III.4.

Ces dernières montrent que viennent s'ajouter aux sillons induits par la cinématique de coupe, dont la largeur correspond à la valeur de l'avance par tour, des arrachements de matière prennent place aux petites avances. Pour les avances les plus importantes en plus de l'empreinte de l'outil sur le matériau on peut aussi voir les arrachements de matière se traduisant par des pics d'amplitudes moins importantes que ceux causés par le bec de l'outil, par contre pour les petites avances ces pics disparaissent ce qui contribue à l'amélioration de l'état de surface. Les résultats des essais de rugosité sont regroupés sur le tableau III.2.

Sur les figures III.5,III.6 et III.7 est représentée l'influence des éléments du régime de coupe (Vc, ap et f) sur la rugosité obtenue. La vitesse de coupe possède une influence relativement importante sur la rugosité de surface, les résultats (Figure III.5) montrent que l'augmentation de la vitesse de coupe améliore l'état de surface. De faibles valeurs de rugosité de surface sont obtenues à des vitesses de coupe élevées en raison de la baisse des efforts générés. À une vitesse de coupe élevée, un meilleur état de surface a été obtenu et moins de chaleur s'est dissipée vers le matériau usiné. La quantité de chaleur générée augmente avec l'augmentation de l'avance, car l'outil de coupe doit enlever plus de volume du matériau à usiner. La déformation plastique de la pièce usinée est proportionnelle à la quantité de chaleur générée et favorise la rugosité sur la surface de la pièce [3,8].

L'avance par tour possède l'effet le plus significatif, en effet sur la courbe d'évolution de la rugosité en fonction de l'avance (Figure III.6), l'augmentation importante des trois critères de rugosité avec l'augmentation de l'avance dans le cas du polyéthylène de haute densité est significative. Les résultats représentés sur la Figure III.7 montrent que la profondeur de passe apporte une légère augmentation des critères de rugosité.

L'ensemble des résultats de la rugosité (Figure III.5 à III.7) montre que le meilleur état de surface est obtenu lors de l'usinage du HDPE-80. Ceci est dû à la différence de la dureté entre ces deux matériaux testés. En effet, dans le tableau III.1, la dureté du HDPE-80 entre 0°C et 40°C est supérieure à celle du HDPE-100 ce qui permet d'avoir un meilleur état de surface dans le cas du HDPE-80.



Figure III.3 : Profils de rugosité obtenus lors de l'usinage du HDPE-100 et HDPE-80 (ap = 2 mm et Vc = 118 m/min).



Figure III.4: Observations microscopiques de l'état de surface lors du tournage du HDPE-100 et HDPE-80 (ap = 2 mm et Vc = 118 m/min).



Figure III.5: Effet de la vitesse de coupe sur la rugosité de surface (f = 0.14 mm/tr et ap = 2 mm).



Figure III.6: Effet de l'avance sur la rugosité de surface (ap = 2 mm et Vc = 314m/min).



Figure III.7: Effet de la profondeur de passe sur la rugosité de surface (f = 0.14 mm/tr et Vc = 314 m/min).

N°	Paran	nètres varia		HDPE-8	0	HDPE-100			
Essai	V _c , m/min	f, mm/tr	ap, mm	R _a , μm	R _z , μm	R _t , μm	R _a , μm	R _z , μm	R _t , μm
1	34	0,14	2	2,82	3,12	16,39	3,02	4,08	18,44
2	34	0,36	3	8,89	12,5	52,47	11,52	13,63	55,57
3	34	0,56	4	11,88	16,97	84,12	14,56	18,11	85,97
4	188	0,14	3	6,11	2,21	18,13	2,29	3,25	20,25
5	188	0,36	4	6,3	5,22	42,42	5,54	6,16	44,61
6	188	0,56	2	8,45	10,44	69,98	9,42	11,6	72,27
7	377	0,14	4	1,67	1,68	14,95	2,68	2,75	17,14
8	377	0,36	2	4,68	5,28	36,67	5,21	6,37	39,68
9	377	0,56	3	8,49	8,69	44,01	8,57	9,73	47,08

Tableau III.2: Plan des expériences et résultats des Rugosités de surface.

Une seconde série d'essais est conduit selon le plan de Taguchi (paragraphe 4.1.2 du chapitre II). Les résultats sont regroupés dans le tableau III.2. Les graphiques des effets principaux pour les critères de rugosité sont représentés sur les figures III.8 à III.10.



Figure III.8: Graphiques des effets principaux pour Ra



Figure III.9: Graphiques des effets principaux pour Rt



Figure III.10: Graphiques des effets principaux pour Rz

Les figures III.8, III.9 et III.10 montrent que l'avance a un effet significatif sur les trois critères de rugosité. En effet, on remarque que la pente du paramètre f est plus grande

que la pente des vitesses de coupe et celles des profondeurs de passe. De faibles valeurs de rugosités de surface sont toujours recherchées. La rugosité de surface obtenue à faible vitesse de coupe est supérieure à la rugosité de surface obtenue à plus grande vitesse de coupe. Dans la présente étude, lorsque la vitesse de coupe est fixée à 377 ou 118m/min la rugosité de surface est minimale. Les diagrammes des interactions des trois critères de rugosité pour le HDPE-100 et HDPE-80 sont représentés sur les figures III.11, III.12 et III.13. Les diagrammes des interactions nous permettent de voir l'impact de la variation d'un facteur sur les autres facteurs.



Figure III.11: Diagramme des interactions pour Ra



Figure III.12: Diagramme des interactions pour Rt



Figure III.13: Diagramme des interactions pour Rz

On peut voir sur ces figures des interactions qu'il y a de fortes interactions entre la profondeur de passe et la vitesse de coupe ainsi qu'entre l'avance et la profondeur de passe mais presque pas d'interaction entre la vitesse de coupe et l'avance. Ces conclusions sont consolidées par la représentation en 3D (figure III.14) des trois critères de rugosité pour les deux matériaux en fonction.



Figure III.14: Les surfaces de réponses et les graphes de contour des rugosités en fonction de Vc et f.

D'autre part les graphes de contour permettent de visualiser la surface de réponse. Ils permettent aussi de d'établir les valeurs des conditions d'exploitation souhaitables. Les diagrammes montrent la relation entre une valeur de réponse et les facteurs du processus à étudier à partir d'un modèle d'équation. Les points ayant la même réponse sont joints pour générer les lignes de contours des réponses constantes.

Dans le but de maîtriser le tournage du polyéthylène de haute densité, il est nécessaire de mettre au point des corrélations entre les critères de rugosité et les paramètres d'usinage, comme cela a été fait pour d'autres matériaux, sous la forme:

$$R = C_1 \cdot f^{X_1} \cdot ap^{X_2} \cdot Vc^{X_3} \tag{3}$$

Où C₁, est une constante et x_1 , x_2 et x_3 sont des exposants qui représentent les degrés d'influence de chaque paramètre.

Les modèles de rugosité obtenus, pour le HDPE-100, sont les suivants:

$$Ra = e^{3,22} \cdot f^{1,06} \cdot ap^{0,19} \cdot Vc^{-0,21} \qquad (R^2 = 0,94)$$
(4)

$$Rz = e^{4,36} \cdot f^{0,96} \cdot ap^{0,03} \cdot Vc^{-0,25} \qquad (\mathbf{R}^2 = 0,97)$$
(5)

$$Rt = e^{5.25} \cdot f^{0.93} \cdot ap^{0.09} \cdot Vc^{-0.12} \qquad (R^2 = 0.94)$$
(6)

Les modèles suivants sont obtenus pour le HDPE-80:

$$Ra = e^{3.37} \cdot f^{0.81} \cdot ap^{0.12} \cdot Vc^{-0.17} \qquad (R^2 = 0.84)$$
(7)

$$Rz = e^{4.65} \cdot f^{1,18} \cdot ap^{0,03} \cdot Vc^{-0,30} \qquad (R^2 = 0,96)$$
(8)

$$Rt = e^{5.29} \cdot f^{0.98} \cdot ap^{0.10} \cdot Vc^{-0.13} \qquad (\mathbf{R}^2 = 0.94)$$

Les coefficients de détermination indiquent une bonne corrélation entre les valeurs théoriques des critères de rugosité, données par ces modèles, et celles mesurés (R^2 0,84). Ces résultats permettent de prédire les critères de rugosité, pour des conditions d'usinage choisies dans la limite du modèle. L'avance reste toujours le facteur prépondérant sur les critères de rugosité, puisqu'elle possède l'exposant le plus important.

3.2. Influence des paramètres du régime de coupe sur l'évolution des efforts de coupe:

Pour différentes combinaisons des éléments du régime de coupe (Vc, f, ap), une première série de 9 expériences suivant la table orthogonale standard $L_9(3)^3$ de Taguchi [18, 21], a été réalisée sur un tube en HDPE-100. Une seconde série d'essais a été réalisée, sur un

tube en HDPE-80. Les résultats présentés sur les figures III.15, III.16 et III.17 illustrent l'évolution des efforts de coupe en fonction des paramètres d'usinage (Vc, f, ap). La figure III.15 montre qu'une augmentation de la vitesse de coupe conduit à une diminution des composantes de l'effort de coupe. Il est à noter aussi que pendant l'usinage du Polyéthylène il n'y a pas d'apparition de l'arête rapportée. Les résultats de l'influence de l'avance et la profondeur de passe sur les efforts de coupe (figure III.16) et (Figure III.17), montrent une augmentation des efforts de coupe avec l'augmentation de l'avance et la profondeur de passe, puisque ces dernières font accroître la section du copeau cisaillée ce qui nécessite un effort plus important. L'effort tangentiel est toujours prépondérant suivi par l'effort axial et en dernier lieu l'effort radial et cela pour toutes les avances testées sur les deux grades du matériau.

N°	Paran	nètres vai	riables		HDPE-8()	HDPE-100			
Essai	V _c , m/min	f, mm/tr	a _p , mm	Fa, N	Fr, N	Fv, N	Fa, N	Fr, N	Fv, N	
1	34	0,14	2	4,43	10,75	28,75	2,56	4	9,5	
2	34	0,36	3	11,39	24,68	74,03	6,74	5,5	23,15	
3	34	0,56	4	20,02	44,3	132,89	12,12	8,5	40,01	
4	188	0,14	3	4,13	6,54	25,63	2,48	1,75	5,21	
5	188	0,36	4	13,89	30,1	90,31	8,54	3,75	29,43	
6	188	0,56	2	11,52	24,98	74,93	6,88	3,25	22,35	
7	377	0,14	4	7,35	15,99	47,96	4,39	3,25	14,3	
8	377	0,36	2	8,89	19,29	57,87	5,34	3,5	14,05	
9	377	0,56	3	17,08	36,81	110,43	10,28	4	34,29	

Tableau III.3 : Plan des expériences et résultats des efforts de co	oupe
--	------



Figure III.15: Effet de la vitesse de coupe sur les efforts de coupe (f = 0.14 mm/tr et ap = 2 mm)



Figure III.16: Effet de l'avance sur les efforts de coupe (Vc = 223 m/min et ap = 2 mm).



Figure III.17: Effet de la profondeur de passe sur les efforts de coupe

(Vc = 118 m/min et f = 0.14 mm/tr).

A partir des résultats expérimentaux, présentés dans les figures III.15, III.16 et III.17, on peut observer que l'augmentation de l'effort principale de coupe (Fv) est causée par l'augmentation de l'avance et de la profondeur de passe. Mais il avec l'augmentation de la vitesse de coupe. La réduction des efforts de coupe n'a été remarquée que pour l'effort principale de coupe (effort tangentiel Fv), tandis que l'effort axial (Fa) et l'effort radial (Fr) sont restés pratiquement inchangés (tableau III.3). L'augmentation de l'avance induit un plus grand volume de la matière découpée dans une même unité de temps, en plus d'établir un effet dynamique sur les efforts de coupe. Elle conduit également à une augmentation de la contrainte normale de contact à l'interface outil/copeau et dans taille de la zone de contact outil/copeau. C'est pourquoi l'effort principal de coupe a augmenté avec l'augmentation de l'avance. De même, l'augmentation de la profondeur de passe a entraîné l'augmentation des efforts de coupe. Elle peut être due au fait que, l'augmentation de la profondeur de passe engendre pour longueur d'outil de contact accrue travail [8]. Par conséquent, l'épaisseur du copeau est plus importante ce qui provoque l'augmentation du volume du matériau déformé et qui nécessite de plus d'efforts de coupe. La réduction des efforts de coupe avec l'augmentation de la vitesse de coupe est probablement due à l'augmentation de la température dans la zone de plan de cisaillement, ce qui a entraîné une réduction de la résistance au cisaillement du matériau. Gombette et Ernoult [2] ont montré que les coefficients volumiques de dilatation thermique des polymères sont supérieurs à ceux des métaux ou des matériaux covalents ce qui peut être un handicap pour de nombreuses applications. En outre, ils sont aussi mauvais conducteurs de la chaleur avec de bas point de fusion. La combinaison de ces deux caractéristiques montrent que la chaleur produite par l'usinage reste concentrée sur la zone usinée et implique une déformation thermique importante conduisant à des risques de dégradation thermique [22]. Les résultats présentés prouvent que l'effort principal de coupe est fortement influencé par l'avance. Sur la base de ce qui précède et également d'après la figure 18, les conditions optimales pour l'effort principale de coupe sont: Vitesse de coupe (Vc) = 118 m/min, l'avance (f) = 0,14 mm/tr et une profondeur de passe (ap) = 2 mm. Les résultats expérimentaux présentés dans le tableau III.3 montrent que l'effort tangentiel (effort principal de coupe Fv) est la composante la plus importante des efforts de coupe. L'effort spécifique de coupe (Ks) est calculé en utilisant l'équation (10):

$$K_{\rm s} = Fv/(f^*ap) \tag{10}$$



Figure III.18: Graphique des effets principaux pour Fv



Figure III.19: Graphique des effets principaux pour Ks



Figure III.20:Graphique des interactions pour Fv



Figure III.21: Graphique des interactions pour Ks

L'effort spécifique de coupe est très sensible à la variation des paramètres de coupe. D'après la Figure III.19, la vitesse de coupe est un paramètre dominant sur l'effort spécifique de coupe suivie de profondeur de passe. L'avance a un faible effet sur l'effort spécifique de coupe. Un effort de coupe spécifique faible est toujours préféré. De l'équation (10) on peut montrer que Ks augmente avec l'augmentation de l'effort de coupe (Fc) et diminuent avec l'augmentation du produit (f * d). Sur la base de ce qui précède et d'après la figure III.19, les conditions optimales pour l'effort spécifique de coupe sont: Vitesse de coupe (Vc) = 118 m/min, l'avance (f) = 0,56 mm/tr et la profondeur de passe (d) = 3 mm. Les diagrammes des interactions représentés dans la figure III.20 montrent qu'il ya très peut d'interaction entre ap et f. alors que pour les diagrammes de Ks représentés dans la figure III.21 il y a des interactions importantes entre les Trois facteurs du processus.



Figure III.22: Les surfaces de réponse de l'effort Fv



Figure III.23: Les surfaces de réponse de Ks

Les représentations en 3D (figure III.22 et figure III.23) montrent que la valeur maximale de Fv correspond à une valeur maximale de ap et une valeur maximale de f. Alors que pour Ks, dont la valeur est inversement proportionnelle à Fv, sa valeur maximale correspond aux valeurs minimales de f et ap.

Le traitement des résultats expérimentaux du tableau III.3 a permis la détermination des modèles mathématiques statistiques, exprimant la relation entre les différentes composantes de l'effort de coupe et les éléments du régime de coupe (Vc, f, ap):

$$F = C_2 \cdot f^{y_1} \cdot ap^{y_2} \cdot Vc^{y_3}$$
(11)

Où C₂, est une constante et y_1 , y_2 et y_3 sont des exposants qui représentent les degrés d'influence de chaque paramètre.

Les corrélations suivantes sont obtenues pour le HDPE-100:

$$Fa = e^{1.94} \cdot Vc^{-0.003} \cdot f^{0.83} \cdot ap^{0.74} \qquad (\mathbf{R}^2 = 0.98)$$
(12)

$$Fr = e^{2.59} \cdot Vc^{-0.24} \cdot f^{0.38} \cdot ap^{0.36} \qquad (\mathbf{R}^2 = 0.87)$$
(13)

$$Fv = e^{3.44} \cdot Vc^{-0.06} \cdot f^{0.91} \cdot ap^{0.80} \qquad (R^2 = 0.93)$$
(14)

Les modèles des efforts obtenus, pour le HDPE-80, sont les suivants:

$$Fa = e^{2.51} \cdot Vc^{-0.004} \cdot f^{0.81} \cdot ap^{0.70} \qquad (\mathbf{R}^2 = 0.98)$$
(15)

$$Fr = e^{3.55} \cdot Vc^{-0.35} \cdot f^{0.87} \cdot ap^{0.64} \qquad (\mathbf{R}^2 = 0.95)$$
(16)

$$Fv = e^{4,41} \cdot Vc^{-0,01} \cdot f^{0,83} \cdot ap^{0,72} \qquad (\mathbf{R}^2 = 0,98)$$
(17)

Les coefficients de détermination indiquent une bonne corrélation entre les valeurs théoriques des efforts de coupe, données par ces modèles, et celles mesurés (R^2 0,87). L'analyse des modèles mathématiques précédents (équation 12 à 17), permet de définir avec plus de précision les tendances ainsi que les degrés d'influence des différents facteurs du régime de coupe (Vc, f, ap), sur les trois composantes de l'effort de coupe. A cet effet, l'analyse des exposants des différents modèles trouvés fait sortir que l'augmentation de la vitesse de coupe contribue à la diminution des efforts de coupe, ceci est dû à l'élévation de la température dans la zone de coupe qui rend le métal travaillé plus plastique et par conséquent l'effort nécessaire pour la coupe diminue, alors que l'augmentation de la section du copeau (f x ap) contribue à l'accroissement des efforts.

D'autre part, le classement des exposants des différents modèles trouvés en valeur absolue exprime le degré d'influence de chaque facteur des éléments du régime de coupe sur les efforts. Par conséquent la plus grande influence est réservée à l'avance suivie par la profondeur de passe, par contre la vitesse de coupe a une influence relativement faible.

L'intérêt industriel des modèles mathématiques trouvés est de taille car ils permettent la détermination des conditions de coupe optimales et donnent des renseignements précieux sur le processus de coupe. Les efforts de coupe mesurés lors de notre étude sont du même ordre de grandeur que ceux nécessaires à l'usinage du PEEK obtenus lors des essais effectués par Mata et al. [22]. En examinant l'allure des courbes (Figure III.15 à III.17) on remarque que l'effort tangentiel est prépondérant par rapport aux deux autres efforts (Fr et Fa), pour les deux grades du matériau (HDPE-80 et HDPE-100) ce qui est le cas lors de l'usinage d'autres thermoplastiques [8]. Les efforts enregistrés lors de l'usinage du HDPE-80 sont plus importants que ceux pour le HDPE-100. Ceci est dû à la différence de la dureté entre ces deux matériaux. En effet la dureté du HDPE-80 entre 0°C et 40°C est supérieure à celle du HDPE-100 (tableau III.1), ce qui rend ce dernier relativement plus facile à usiné et génère moins d'efforts de coupe.

3.3. Influence des paramètres du régime de coupe sur l'évolution de la température dans la zone de coupe:

L'intérêt de cette investigation est de suivre la variation de la température dans la zone de coupe, en fonction des paramètres du régime de coupe. Trois séries d'essais uni-factoriels ont été mises au point pour investiguer les effets des trois paramètres du régime de coupe sur la température dans la zone de coupe. Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau III.4.

Lors de l'usinage on a remarqué, un écoulement du copeau assez chaud, surtout pour les grandes valeurs de profondeurs de passe. La profondeur de passe semble être très déterminante sur la température dans la zone de coupe. La quantité de chaleur dégagée est le résultat des frottements, des déformations plastiques. La température de coupe est légèrement plus élevée lors de l'usinage du HDPE-80 par rapport à celle du HDPE-100. Ceci est expliqué par la différence de la dureté entre ces deux matériaux. Comme indiqué dans le tableau III.1 la dureté du HDPE-80 entre 0°C et 40°C est supérieure à celle du HDPE-100, ce qui rend ce dernier relativement plus facile à usiné et génère moins de chaleur lors de l'usinage.

Le traitement des résultats expérimentaux du tableau III.4 a permis la détermination des modèles mathématiques statistiques, exprimant la relation entre la température dans la zone de coupe et les éléments du régime de coupe (Vc, f, ap):

Les modèles obtenus pour le HDPE-100:

$t^{\circ} = 18,76 \cdot ap^{0,33}$	$(R^2 = 0,72)$	(18)
· 1		

$t^{\circ} = 11.51 \cdot Vc^{0.15}$	$(R^2 = 0.94)$	(19)
$t^{\circ} = 11,51 \cdot Vc^{\circ,10}$	(R = 0,94)	(19

$$t^{\circ} = 30,76 \cdot f^{0,19}$$
 (R² = 0,97) (20)

Les modèles obtenus pour le HDPE-80:

$t^{\circ} = 19,97 \cdot ap^{0,31}$	$(\mathbf{R}^2 = 0.78)$	(21)
	/	

$$t^{\circ} = 11,45 \cdot Vc^{0,16}$$
 (R² = 0,99) (22)

$$t^{\circ} = 33,49 \cdot f^{0,21}$$
 (R² = 0,97) (23)

Les coefficients de détermination indiquent une bonne corrélation entre les valeurs théoriques des températures de coupe, données par ces modèles, et celles mesurés (R^2 varie entre 0,72 et 0.99).

Vc,	t , °	С	f,	t, °C		ap,	t , °	С
m/min	PE-100	PE-80	mm/tr	PE-100	PE-80	mm	PE-100	PE-80
56	21	22	0,14	21	22	1	21	22
113	24	24	0,22	23	25	2	23	24
223	25	27	0,40	25	27	4	24	27
314	28	29	0,56	28	30	7	43	43

Tableau III.4 : Résultats de la température dans la zone de coupe

L'analyse des différents modèles trouvés (équations 18 à 23) indiquent que l'augmentation de la section du copeau (f x a_p) a plus d'influence sur l'augmentation de la température de coupe que celle de la vitesse de coupe, ceci est probablement dû au fait que la majeure partie de la chaleur dégagée lors de la coupe est due à la déformation plastique et non pas aux frottements comme il a été cité par [23, 24].

3.4. Validation des modèles mathématiques:

L'analyse de variance (ANOVA) a été utilisée pour la validation des modèles développés pour un intervalle de confiance donné (Annexe A). Le tableau ANOVA se compose de la somme des carrés et des degrés de liberté. Afin d'effectuer une analyse de la variance, la somme des carrés est généralement complétée par des modèles de régression et les erreurs résiduelles. Selon cette technique, si la valeur calculée de F-ratio du modèle est supérieure à la valeur standard du tableau de Fisher (F-table) pour un intervalle de confiance donné, alors le modèle est adéquat dans la limite de la confiance [22,25,26].

La validation des modèles mathématiques développés est présentée dans les tableaux III.5 et III.6. La précision du modèle () est généralement donnée par l'équation suivante:

$$\Delta = \frac{100}{n} \sum_{i=1}^{n} \left| \frac{y_{i, \exp i} - y_{i, pred}}{y_{i, pred}} \right|$$
(24)

Où : y_{i,exp} est la valeur mesurée de la réponse correspondant à l'essai (i) ;

y_{i,pred} est la valeur prédite de la réponse correspondant à l'essai (i) ;

n est le nombre d'essai.

Les équations (4) à (9) et (12) à (23) sont utilisées pour tester la précision des modèles en utilisant les données expérimentales. Les erreurs de prédiction de ces modèles sont illustrées dans le tableau III.7 ainsi que les coefficients de détermination. Il est conclu que les corrélations sont valides et peuvent être utilisés pour les prédictions lors du tournage du PEHD-80 et du HDPE-100.

Réponse		SC		D. L.		MC		E tost	F tabla	D voluo
		R	E	R	Ε	R	Е	r-test	r-table	I -value
LIDDE	Ra	2.2344	0.8723	3	5	0.7448	0.1745	4.27	3.62 ^c	0.076
HDPE 80	Rz	5.0371	0.0807	3	5	1.6790	0.0161	104.01	12.1 ^a	< 0.0001
-80	Rt	3.0965	0.1365	3	5	1.0322	0.0273	37.82	12.1 ^a	0.0007
LIDDE	Ra	3.4692	0.1356	3	5	1.1564	0.0271	42.63	12.1 ^a	0.0006
ПDPE 100	Rz	3.3938	0.0955	3	5	1.1313	0.0191	59.21	12.1 ^a	0.0003
-100	Rt	2.7314	0.1204	3	5	0.91046	0.0236	38.61	12.1 ^a	0.0007

Tableau III.5: Analyse de la variance ANOVA pour les rugosités de surface.

SC: Somme des carrées; D.L.: degré de liberté; MC: Moyenne des carrés; R: régression; E: Erreur.

^a 99% de confidence ; ^b 97.5% de confidence; ^c 90% de confidence

Tableau III.6: ANOVA pour les composantes des efforts de coupe.

Réponse		SC		D.L.		MC		E tost	E tabla	D voluo
		R	R	R	Ε	R	Ε	r-test	r-table	r-value
LIDDE	Fa	2.4592	0.0880	3	5	0.81973	0.0176	46.55	12.1 ^a	0.0004
	Fr	1.0632	0.3829	3	5	0.35441	0.07659	4.63	3.62 ^c	0.0661
-80	Fv	2.9778	0.4870	3	5	0.9926	0.0974	10.19	7.76 ^b	0.0143
LIDDE	Fa	2.3611	0.0961	3	5	0.7870	0.0192	40.93	12.1 ^a	0.0006
ПDPE 100	Fr	2.5839	0.3608	3	5	0.8613	0.0721	11.93	7.76 ^b	0.0102
-100	Fv	2.4432	0.1204	3	5	0.8144	0.0241	33.82	12.1 ^a	0.001

SC: Somme des carrées; D.L.: degré de liberté; MC: Moyenne des carrés; R: régression; E: Erreur.

^a 99% de confidence; ^b 97.5% de confidence; ^c 90% de confidence

Table III.7: Pourcentages de prédiction des erreurs et les coefficients de corrélation R².

	% Pourcentage des et	es de prédiction rreurs	\mathbf{R}^{2} (%) des modèles			
Réponse	HDPE-80	HDPE-100	HDPE-80	HDPE-100		
Ra	22.53	9.65	84	94		
Rz	8.14	7.91	96	97		
Rt	9.01	8.44	94	94		
Fa	7.1	6.83	98	98		
Fr	13.35	17.12	95	87		
Fv	7.78	16.33	98	93		
$t^{\circ}(ap)$	10.08	12.33	78	72		
$t^{\circ}(Vc)$	1.05	2.25	99	94		
$t^{\circ}(f)$	1.69	1.50	97	97		

4. Optimisation des opérations de tournage du HDPE tubulaire:

Cette section est conçue dans le but d'optimiser les paramètres de l'opération du tournage du polyéthylène de haute densité (HDPE-100 et HDPE-80) en utilisant la méthode d'analyse relationnelle Gris (GRA). Les résultats des essais expérimentaux représentés dans les tableaux III.2 et III.3, suivant la table orthogonale de Taguchi, ont été utilisés. L'objectif était d'établir une corrélation entre les paramètres du régime de coupe tels que la vitesse de coupe, l'avance et la profondeur de passe et les efforts de coupe et la rugosité de surface. Une combinaison optimale des paramètres de tournage a été obtenue grâce à une analyse relationnelle Grey. En analysant les valeurs gris - grade relationnelles, le degré d'influence de chaque facteur du processus de tournage sur les efforts de coupe et la rugosité de surface peuvent être trouvés. En outre, l'analyse de variance (ANOVA) est également appliquée pour identifier le degré d'influence de chaque facteur. Pour faire l'analyse de variance (ANOVA) nous avons utilisé un logiciel de statistiques appelé "MINITAB 16".

Une analyse GRA est utilisée pour une optimisation multi-critères. Les paramètres technologiques à étudier sont l'effort tangentiel de coupe (Fv), l'effort spécifique de coupe (Ks) et les critères de rugosité de surface (Ra et Rt).

4.1. Méthode de Taguchi:

La méthode de Taguchi vient pour enrichir les méthodes des plans d'expériences en apportant une amélioration considérable aux plans factoriels complets (Annexe B). Elle a pour but de simplifier le protocole expérimental afin de mettre en évidence les effets des facteurs sur la réponse. La méthode de Taguchi se distingue par une réduction importante du nombre d'essais, tout en gardant une bonne précision. Elle place le modèle comme un élément clef de la stratégie du plan d'expériences. L'expérimentateur choisit librement les facteurs et les interactions à étudier selon le modèle qu'il propose, en étroite adéquation avec ses objectifs. Cette analyse peut être complétée en utilisant le rapport signal sur bruit (S/N). Ce rapport dépend de la qualité des critères du processus à optimiser [27]. Les trois types de rapports S/N sont les suivants [28,29]:

a) Le plus grand est le meilleur (Larger - the – better):

$$S/N \operatorname{ratio}(y) = -10 \log_{10} \left(\frac{1}{n}\right) \sum_{i=1}^{n} \frac{1}{y_{ij}^{2}}$$
 (25)

Où: n = nombre de répétitions

 y_{ij} = valeur observée de la réponse, Avec: i = 1, 2, ..., n, j = 1, 2 ... k.

Ce type est appliqué dans le cas où la maximisation des critères est demandée.

b) Le plus petit est le meilleur (Smaller - the – better):

$$S/N \operatorname{ratio}(y) = -10\log_{10}\left(\frac{1}{n}\right)\sum_{i=1}^{n} y_{ij}^{2}$$
 (26)

Il est appliqué dans le cas où la minimisation des critères est demandée.

c) Le nominal est le meilleur (Nominal - the – best):

$$S/N \operatorname{ratio}(y) = 10 \log_{10} \left(\frac{\mu^2}{\dagger^2} \right)$$
(27)

Avec:
$$\mu = \frac{y_1 + y_2 + y_3 + \dots + y_n}{n}$$
 (28)

$$\dagger^{2} = \frac{\sum (yi - \bar{y})^{2}}{n - 1}$$
(29)

Ce type de rapport S/N est utilisé lorsque l'on cherche à minimiser l'erreur quadratique moyenne autour d'une valeur-cible spécifique. Le but de Notre étude est de minimiser les rugosités de surface et des efforts de coupe lors du tournage du HDPE (100 et 80). Par conséquent, la caractéristique *"le plus petit est le meilleur (Smaller - the – better)"* est utilisée.

4.2. L'Analyse Relationnelle Grise (Grey Relational Analysis: GRA):

Les caractéristiques multiples de performance ont été évaluées en utilisant l'Analyse Relationnelle Gris (GRA). Dans cette analyse, l'optimisation des caractéristiques multiples de performance peuvent être convertis à l'optimisation de la **Qualité Relationnelle Unique Grise**. Les étapes suivantes sont considérées pour l'Analyse Relationnelle Gris (GRA).

4.2.1. Étape 1:

Les rapports S/N obtenus par la méthode de Taguchi sont normalisés dans l'intervalle 0 à 1, et cette procédure est appelée "Grey Relational Generating" [19]. Si le but est la maximisation des critères (Larger the better) alors la séquence originale est normalisée comme suit:

$$\chi_i(k) = \frac{y_i(k) - \min y_i(k)}{\max y_i(k) - \min y_i(k)}$$
(30)

Où: $\chi_i(k)$ valeur normalisée de la séquence

max. $y_i(k)$ la plus grande valeur de $y_i(k)$ la k^{ième} réponse

min $y_i(k)$ la plus petite valeur de $y_i(k)$ la k^{ième} réponse

4.2.2. Étape 2:

Les coefficients du Relationnel Gris (Grey Relational) peuvent être calculés comme suit [29]:

$${}^{\prime}{}_{i}(k) = \frac{\Delta_{\min} + \Psi \cdot \Delta_{\max}}{\Delta_{0i}(k) + \Psi \cdot \Delta_{\max}}$$
(31)

Où :

 $\Delta_{0i}(k)$ est la différence en valeur absolue entre $\chi_0(k)$ et $\chi_i(k)$,

 Δ_{\min} est la plus petite valeur de Δ_{0i}

 Δ_{max} est la plus grande valeur de Δ_{0i} coefficient de distinction et sa valeur est comprise entre 0 à 1.

$$\Delta_{0i}(k) = \left\| x_0(k) - x_i(k) \right\|$$
(32)

$$\Delta_{\min} = \min_{\forall j \in i} \min_{\forall k} \left\| x_0(k) - x_i(k) \right\|$$
(33)

$$\Delta_{\max} = \max_{\forall i \in i} \max_{\forall k} \left\| x_0(k) - x_i(k) \right\|$$
(34)

La valeur de est en générale égale à (0.5) [30].

4.2.3. Etape 3

Après avoir calculer la moyenne des coefficients du relationnel gris (Grey Relational Coeficients), les i (Grey Relational Grade) peuvent être obtenu comme suit:

$$\mathbf{X}_{i} = \frac{1}{n} \sum_{k=1}^{n} {}^{\prime}_{i} (k)$$
(35)

Où: n est le nombre des caractéristiques de performance.

La plus grande valeur de "Grey Relational Grade" est considérée comme la relation la plus forte entre la séquence idéale $(\chi_0(k))$ et la séquence donnée $(\chi_i(k))$. La la séquence idéale $(\chi_0(k))$ est la meilleure réponse dans le processus experimental. Ainsi, le Grade Relationnel (Relational Grade) supérieur correspond à la combinaison des parametres la plus

proche de l'optimale [19,28]. Dans la méthode Taguchi, le terme «signal» représente la valeur souhaitable et le «bruit» représente la valeur indésirable. L'objectif de l'utilisation des S/N ratio est de mesurer les performances pour développer des produits et des processus insensibles aux facteurs de bruit [21]. Le rapport S/N indique le degré de la performance prévisible d'un produit ou d'un procédé, en présence de facteurs de bruit.

4.3. Prédiction de la combinaison optimale du processus:

Les valeurs des rapports Signal/Bruit sont calculées à partir de l'équation 26 en utilisant la qualité "Le plus petit et le meilleur" car nous voulons minimiser les efforts de coupe et les rugosités de surface. Les valeurs normalisées des S/N sont calculées à partir de l'équation 30. Les tableaux III.8 et III.9 contiennent les rapports signal/bruit (S/N ratio) et les valeurs normalisées des S/N pour l'effort principal de coupe, l'effort spécifique de coupe et les critères de rugosité de surface (Ra et Rt) des deux grades du matériau. La valeur du coefficient a été prise (0.5). Les valeurs des coefficients "Gris Rationnelle Coefficients" et le rang de chaque expérience sont présentés dans les tableaux III.10 et III.11.

Expt.		S/N ı	atios		S/N ratios Normalisés				
No	F_{v}	Ks	Ra	Rt	Fv	Ks	Ra	Rt	
1	-19.554	-30.611	-9.600	-25.315	0.705	0.000	0.850	0.955	
2	-27.291	-26.623	-21.229	-34.897	0.268	0.456	0.127	0.271	
3	-32.043	-25.038	-23.263	-38.687	0.000	0.638	0.000	0.000	
4	-14.337	-21.872	-7.197	-26.129	1.000	1.000	1.000	0.897	
5	-29.376	-26.209	-14.870	-32.989	0.151	0.504	0.522	0.407	
6	-26.986	-26.001	-19.481	-37.179	0.286	0.528	0.235	0.108	
7	-23.107	-28.143	-8.563	-24.680	0.505	0.282	0.915	1.000	
8	-22.954	-25.807	-14.337	-31.971	0.513	0.550	0.556	0.479	
9	-30.703	-26.197	-18.660	-33.457	0.076	0.505	0.287	0.373	

Table III.8: Valeurs des S/N ratio et des S/N ratio normalisé pour le HDPE-100.

Expt.		S/N ı	atios		S/N ratios Normalisés				
No	F_{v}	Ks	Ra	Rt	Fv	Ks	Ra	Rt	
1	-29.173	-40.230	-9.004	-24.291	0.930	0.000	0.733	0.947	
2	-37.388	-36.720	-18.978	-34.398	0.355	0.737	0.148	0.273	
3	-42.470	-35.465	-21.496	-38.498	0.000	1.000	0.000	0.000	
4	-28.175	-35.710	-15.721	-25.168	1.000	0.949	0.339	0.888	
5	-39.115	-35.947	-15.987	-32.551	0.235	0.899	0.323	0.396	
6	-37.493	-36.509	-18.537	-36.899	0.348	0.781	0.174	0.107	
7	-33.618	-38.654	-4.454	-23.493	0.619	0.331	1.000	1.000	
8	-35.249	-38.102	-13.405	-31.286	0.505	0.446	0.475	0.481	
9	-40.862	-36.356	-18.578	-32.871	0.112	0.813	0.171	0.375	

 Table III.9: Valeurs des S/N ratio et des S/N ratio normalisés pour le HDPE-80.

Tableau III.10: Coefficients du GR et la valeur de la qualité grise pour le HDPE-100.

Expt.	Coefficie	Qualité Grise			
No	F_c K_s Ra		Rt	(Grey Grade)	
1	0.629	0.333	0.770	0.917	0.662
2	0.406	0.479	0.364	0.407	0.414
3	0.333	0.580	0.333	0.333	0.395
4	1.000	1.000	1.000	0.829	0.957
5	0.371	0.502	0.511	0.457	0.460
6	0.412	0.514	0.395	0.359	0.420
7	0.502	0.411	0.855	1.000	0.692
8	0.507	0.526	0.529	0.490	0.513
9	0.351	0.503	0.412	0.444	0.427

Expt.	Coefficie	Qualité Grise			
No	F _c	Ks	Rt	(Grey Grade)	
1	0.878	0.333	0.652	0.904	0.692
2	0.437	0.655	0.370	0.408	0.467
3	0.333	1.000	0.333	0.333	0.500
4	1.000	0.907	0.431	0.817	0.789
5	0.395	0.832	0.425	0.453	0.526
6	0.434	0.695	0.377	0.359	0.466
7	0.568	0.428	1.000	1.000	0.749
8	0.503	0.475	0.488	0.490	0.489
9	0.360	0.728	0.376	0.444	0.477

Tableau III.11: Coefficients du GR et la valeur de la qualité grise pour le HDPE-80.

Le niveau optimal des paramètres est le niveau correspondant au maximum de la valeur moyenne de " la qualité relationnelle grise" [16-20]. La combinaison optimale des paramètres du processus de tournage du HDPE est obtenu à partir des tableaux III.12 et III.13: vitesse de coupe optimale: "niveau 2", l'avance optimale: "le niveau 1" et pour la profondeur de passe optimale "niveau 2". Donc la combinaison optimale (pour les deux grades du matériau) des paramètres est: Vc2 d2 f1. Les valeurs des paramètres du processus de coupe Vc=118m/min, avance f=0.14mm/tr et profondeur de passe ap=3 mm. La différence entre la valeur maximale et la valeur minimale (Delta = Max-Min) de la valeur grise relationnelle est également indiqué dans les tableaux III.12 et III.13.

Le facteur ayant la valeur maximale de delta est celui qui affecte le plus les réponses. Le maximum de la valeur de delta dans le tableau III.12 est égal à 0.3563, et le facteur correspondant, à savoir l'avance, a le plus grand effet sur la réduction des efforts et de la rugosité de surface du HDPE-100. Le maximum de la valeur de delta dans le tableau III.13 est égal à 0.2618, et le facteur correspondant (l'avance) a le plus grand effet sur la réduction des efforts et de la reduction des efforts et de la rugosité de surface du HDPE-80.

109

Niveau	Vc	f	d
1	0.4904	0.7705	0.5318
2	0.6125	0.4625	0.5995
3	0.5441	0.4141	0.5157
Delta	0.1221	0.3563	0.0838
Pang	2	1	2
Kang		1	2

Tableau III.12: Effets principaux de la qualité grise (Grey Grade) pour le HDPE-100.

Tableau III.13: Effets principaux de la qualité grise (Grey Grade) pour le HDPE-80.

Niveau	Vc	f	d
1	0.5529	0.7430	0.5489
2	0.5937	0.4941	0.5977
3	0.5716	0.4812	0.5916
Delta	0.0408	0.2618	0.0427
Rang	2	1	2

Tableau III.14: ANOVA de la qualité grise (Grey Grade) pour le HDPE-100

Source	DL	Seq SC	Adj SC	Adj MC	F	Р	PC %
				_			
Vc	2	0.02248	0.02248	0.011240	0.94	0.515	7.96
f	2	0.22416	0.22416	0.112079	9.38	0.036	79.38
d	2	0.01186	0.01186	0.005928	0.50	0.668	4.20
Erreur	2	0.02389	0.02389	0.011945			
Total	8	0.28238					

 $S = 0.109294 \quad R\text{-}Sq = 91.54\% \quad R\text{-}Sq(adj) = 66.16\%$

Source	DL	Seq SC	Adj SC	Adj MC	F	Р	PC %
Vc	2	0.002497	0.002497	0.001248	1.40	0.416	1.81
f	2	0.130719	0.130719	0.065360	73.46	0.013	94.83
ap	2	0.002852	0.002852	0.001426	1.60	0.384	2.07
-							
Erreur	2	0.001779	0.001779	0.000890			
Total	8	0.137847					

Fableau III.15: ANOVA	de la c	qualité grise (Grey	Grade)	pour le	HDPE-80	0
------------------------------	---------	-----------------	------	--------	---------	---------	---

 $S = 0.0298277 \quad R\text{-}Sq = 98.71\% \quad R\text{-}Sq(adj) = 94.84\%$

La signification des paramètres du régime de coupe a été testée par une analyse de variance. L'utilisation d'une analyse de la variance de la valeur de la qualité relationnelle grise, a été élaboré pour identifier les facteurs importants. Les résultats de l'ANOVA sont présentés dans les Tableaux III.14 et III.15. On observe que le facteur déterminant, dans le cas du HDPE-100, est l'avance (79.38%), suivie par la vitesse de coupe (7.96%) et la profondeur de passe (4.20%) et pour le HDPE-80 le facteur déterminant est l'avance (94.83%).

4.4. Essais de confirmation:

D'après les résultats de cette étude, dans le cas du tournage du polyéthylène de haute densité le régime optimal est le (Vc2 f1 d2), c'est la combinaison optimale, des paramètres du processus de tournage, obtenue à partir de l'analyse relationnelle Gris.

Après avoir identifié les paramètres les plus influents sur le processus de tournage du HDPE (100 et 80), la dernière étape est de vérifier validité de ces résultats en procédant à des expériences de confirmation pour les deux grades du matériau.

La valeur prédite de la qualité relationnelle grise (Grey Relational Grade) est donnée par la relation:

$$\hat{\mathbf{X}} = \mathbf{X}_m + \sum_{i=1}^q (\bar{\mathbf{X}}_i - \mathbf{X}_m)$$
(36)

Où: \hat{x} : est la moyenne de la qualité relationnelle grise au niveau optimale

- x_m : est la moyenne de la qualité relationnelle grise
- q : Nombre des paramètres significatifs qui affectent les paramètres

technologiques étudiés.

Les valeurs prédites obtenues à partir de l'équation (36) sont:

 \hat{x} (HDPE-100) = 0,662 et \hat{x} (HDPE-80) = 0.692.

Les valeurs mesurées des réponses lors des essais de confirmation sont:

- *Pour le "HDPE-100":* Ra =2.31µm, Rt =20.75, Fv =5.11N, Ks =12.25N
- *Pour le "HDPE-80":* Ra =6.31µm, Rt =18.23, Fv =25.63 N, Ks =61.02N

Les valeurs obtenues des tests de confirmation de la Qualité Relationnelle Grise sont: \hat{x} (HDPE-100) = 0,631 et \hat{x} (HDPE-80) = 0.671. Des résultats obtenus on peut déduire que la qualité relationnelle grise a été approximée avec 4 % d'erreur.

5. Conclusions:

Cette étude montre que l'usinage des polymères présente quelques spécificités à prendre en compte.

- La dureté du HDPE-80 entre 0°C et 40°C est supérieure à celle du HDPE-100, ce qui permet d'avoir un meilleur état de surface dans le cas du HDPE-80.

- L'avance est le paramètre le plus influent sur les critères de rugosité.

- Pour les différentes avances testées les profils de rugosité obtenus pour le HDPE-80 et HDPE-100 montrent une périodicité régulière pour les avances supérieures à 0.14mm/tr, alors que pour l'avance 0,14mm/tr les sillons sont tellement petits par rapport aux arrachements que les profils perdent leurs périodicité et deviennent aléatoires.

- L'effort tangentiel est prépondérant par rapport aux deux autres efforts (Fr et Fa), pour les deux matériaux (HDPE-80 et HDPE-100).

- Les augmentations de la profondeur de passe ainsi que celles des avances font augmenter la température dans la zone de coupe même à faible vitesse de coupe.

- L'augmentation des vitesses de coupe donne naissance à une augmentation des frottements qui élève la température dans la zone de coupe.

- L'analyse Gris relationnelle (GRA) basée sur un la table orthogonale de Taguchi nous a permis d'optimiser les opérations de tournage du polyéthylène haute densité (PEHD). Les résultats d'analyse sont résumés comme suit: La combinaison optimale, des paramètres du processus de tournage, obtenue à partir de l'Analyse Relationnelle Gris est : (Vc2 f1 d2), c-àd: la vitesse de coupe de Vc=118 m/min, l'avance f= 0.14mm/tr, et la profondeur de passe ap=3 mm.

6. Bibliographie:

- 1. Dusunceli N., Aydemir B., The effects of loading history and manufacturing methods on the mechanical behavior of High-Density Polyethylene, Journal of Elastomers and Plastics, 43 (2011) 451-468.
- Gombette P., Ernoult I., Physique des polymères: II. Propriétés mécaniques, HERMANN EDITEURS (2005) 428-431.
- 3. Xiao K.O., Zhang L.C., The role of viscous defermation in the machining of polymers, international Journal of Mechanical Sciences 44(2002) 2317-2336.
- Humbert S., Lame O., Ségéla R., Vigier G., A re-examination of the elastic modulus dependence on crystallinity in semi-crystalline polymers, Polymer 52 (2011) 4899-4909.
- Jiang Q., Zhang L.C., Pittolo M., The dependence of surface finish of a spectacle polymer upon machining conditions, Progress of Machining Technology. Beijing: Aviation Industry Press., (2000) 7–12.
- Dusunceli N., Colak O.U., The effects of manufacturing techniques on visco-elastic and viscoplastic behavior of high density polyethylene (HDPE), Mater. Design., 29 (2008) 1117–1124.
- 7. Smith EF., Single-point turning of amorphous thermoplastic polymers. MS thesis, North Carolina State University, Raleigh, NC, 1989.
- Alauddin M., Plastics and their machining: a review, Journal of Materials Processing Technology, 54 (1995) 40–46.

- 9. Petropoulos G., Mata F.J., Davim J.P., Statistical study of surface roughness in turning of peek composites, Materials and Design 29 (2008) 218–223.
- Davim J.P., Silva L.R., Festas A., Abrão A.M., Machinability study on precision turning of PA66 polyamide with and without glass fiber reinforcing, Materials and Design 30 (2009) 228–234.
- 11. Humbert S., Lame O., Vigier G., Polyethylene yielding behaviour: What is behind the correlation between yield stress and crystallinity?, Polymer, 50 (2009) 3755-3761.
- 12. Koh-hei Nitta, Hirohito Maeda, Creep behavior of high density polyethylene under a constant true stress, Polymer Testing 29 (2010) 60–65.
- Castagnetti D., Scirè Mammano G., Dragoni E., Effect of chlorinated water on the oxidative resistance and the mechanical strength of polyethylene pipes, Polymer Testing 30 (2011) 277–285.
- Cheng J.J., Polak M.A., Penlidis A., Influence of micromolecular structure on environmental stress cracking resistance of high density polyethylene, Tunnelling and Underground Space Technology 26 (2011) 582–593.
- 15. <u>www.unidelta.com</u> le 20/05/2013.
- Mukherjee I., Ray P. K., A review of optimization techniques in metal cutting processes, Computers & Industrial Engineering 50 (2006) 15–34
- 17. Benardos G., Vosniakos G.-C., Predicting surface roughness in machining: a review, International Journal of Machine Tools & Manufacture 43 (2003) 833–844.
- 18. Taguchi G., Konishi S., Taguchi methods, Orthogonal arrays and linear graph, tools for quality engineering. American supplier institute, pp. 35-38, (1987).
- Lin C. L., Use of the Taguchi method and grey relational analysis turning operations with multiple performance characteristics, Materials and manufacturing processes, Vol. 19, No. 2 (2004) 209-220.
- 20. Enache S., La qualité des surfaces usinées, Dunod, Paris, 1972.
- 21. Ross PJ, Taguchi techniques for quality engineering. McGraw-Hill, New York (1996).

- 22. Mata F., Gaitonde V.N., Karnik S.R., Davim J.P., Influence of cutting conditions on machinability aspects of PEEK, PEEK CF 30 and PEEK GF 30 composites using PCD tools, journal of materials processing technology 209 (2009) 1980–1987, DOI:10.1016/j.jmatprotec.2008.04.060.
- 23. Laheurte R., Application de la théorie du second gradient à la coupe des matériaux, thèse, université Bordeaux 1, (2004) pp 35.
- 24. List G., Etude des mécanismes d'endommagement des outils carbure WC-Co par la caractérisation de l'interface outil-copeau, thèse, ENSAM Bordeaux, 2004, pp 22.
- 25. Fnides B., Yallese M.-A., Mabrouki T., Rigal J.-F., Application of response surface methodology for determining cutting force model in turning hardened AISI H11 hot work tool steel, Sadhana, J. Indian Acad. Sci., (Springer) 36(Part 1) (2011) 109–123.
- Muthukrishnan N., Davim J. P., Optimization of machining parameters of Al/SiC-MMC with ANOVA and ANN analysis, Journal of materials processing technology, 209 (2009) 225–232, <u>www.elsevier.com/locate/jmatprotec</u>.
- 27. Tsao C.C., Grey–Taguchi method to optimize the milling parameters of aluminum alloy, Int J Adv Manuf Technol 40 (2009) 41–48.
- 28. Pal S., Sahoo K., Tribological performance optimization of electroless Ni–P coatings using the Taguchi method and Grey relational analysis, Tribol Lett 28 (2007)191–201.
- 29. Noorul Haq A., Marimuthu P., Jeyapaul R., Multi response optimization of machining parameters of drilling Al/SiC metal matrix composite using grey relational analysis in the Taguchi method, Int J Adv Manuf Technol 37 (2008) 250–255.

Chapitre IV:

Evolution des contraintes résiduelles à travers la paroi d'un tube en HDPE

Nomenclature:

- MDPE: polyéthylène de moyenne densité;
- HDPE: polyéthylène de haute densité;
- RS: Ring Spécimen
- α ou δ : angle d'ouverture du tube, °;
- φ_x, φ_y : courbure après pelage dans les directions x et y;
- E: module élastique, MPa;
- $\sigma_{\theta\theta}(h)$: Contraintes dans l'épaisseur, MPa;
- $\sigma_{\theta\theta}$: Contraintes orthoradiales, MPa;
- σ_{ZZ} : Contraintes axiales, MPa;
- E(t): Module de fluage, MPa;
- h_0 : Epaisseur initiale de virole avant découpage, mm;
- D_0 : Diamètre intermédiaire initial de virole avant découpage, mm;
- D_1 : Diamètre intermédiaire initial de virole après découpage, mm;
- b: rayon extérieur, mm;
- b: rayon extérieur, mm;
- : Coefficient de poisson;
- *ti*: déflexion de l'éprouvette;

1. Introduction:

La déformation des pièces est l'un des problèmes les plus difficiles à résoudre pour les concepteurs d'outillage. Ces déformations sont liées aux contraintes résiduelles dues à l'hétérogénéité de l'histoire thermomécanique de la matière injectée. Les aspects procédé et matériaux sont donc étroitement liés et seule une analyse combinée peut permettre d'en expliquer les mécanismes.

Les contraintes résiduelles sont les contraintes internes qui existent dans un matériau à l'équilibre, c'est-à-dire libre de tout effort extérieur. Suivant leur amplitude et leur profil, ces contraintes peuvent introduire des déformations non désirables du produit si l'équilibre interne est modifié [1].

Les contraintes résiduelles peuvent avoir deux origines: Le retrait thermique et les contraintes de cisaillement. Le retrait thermique est associé au refroidissement hétérogène conduit aussi à des contraintes résiduelles appelées contraintes thermiques. On les retrouve dans bon nombre de procédés et de matériaux, comme le verre et les métaux. C'est le moteur des contraintes résiduelles d'origine thermique, c'est à dire des phénomènes de retrait. Les contraintes de cisaillement dues à l'écoulement pendant le remplissage et le compactage ne se relaxent pas complètement au moment de la solidification du fait du caractère viscoélastique du matériau (elles s'annuleraient à la fin de l'écoulement pour un comportement purement visqueux).

Les contraintes normales, reliées à la pression, ne s'annulent pas à la fin de l'écoulement, en raison du confinement du polymère dans la cavité. On parle de contraintes figées induites par l'écoulement. Leur effet sur l'orientation moléculaire, sur la cristallisation, est de premier ordre [2]. Elles induisent une anisotropie et une hétérogénéité de comportement rhéologique à l'état solide et de retrait. Cependant il est admis qu'elles sont d'un ordre de grandeur inférieur aux autres sources de contraintes [3,4] et sont négligées dans la grande majorité des modèles actuels. En revanche, la pression figée est primordiale. Mills [5], puis Titomanlio et al. [6], Boitout et al. [7] et Jansen [8], en ont montré les mécanismes. Au cours du cycle d'injection, les différentes couches se solidifient à des niveaux de pression très différents (Figure IV.1-a): relativement faible en peau pendant le remplissage, élevée sous la peau pendant le compactage, plus faible à cœur lorsque le seuil est solidifié et que la pression imposée par la machine n'est plus transmise.

Lorsque la pièce sort du moule, elle subit une expansion liée au retour à la pression atmosphérique, qui est différente d'une couche à l'autre. Comme les couches sont solidaires, il y aura une expansion moyenne, et des contraintes de traction ou de compression vont apparaître dans l'épaisseur de la pièce (Figure IV.1-b) [9].



Figure IV.1: Principe d'action de la pression figée: (a) Profil de pression dans l'épaisseur et
(b) géométrie avant éjection (trait discontinu), expansion indépendante de chaque couche (en grisé) et géométrie après expansion moyenne (trait gras) [9]

Le polymère est un matériau viscoélastique. A l'état de fluide, les contraintes dues à une déformation antérieure auront disparu après une durée de l'ordre de la seconde. Par contre, si le matériau est solide les contraintes peuvent mettre plusieurs mois avant de disparaître. Distinguons donc les effets de relaxation des contraintes à long terme et les effets à court terme (générateurs de contraintes). A long terme les contraintes internes se relaxent. Par exemple dans un essai de fissuration effectué sur du polystyrène dans le n-heptane (crazing), on montre qu'il ne se passe plus rien dans des échantillons vieux de plus d'une vingtaine de jours [10]. Le niveau de contrainte est devenu trop bas. Un des problèmes relatifs au phénomène de relaxation peut être une inversion du signe des contraintes en peau. Si le matériau passe en traction en peau, il peut devenir sensible à la fissuration [10,11]. Mais ce qui nous intéresse plus particulièrement dans le cas de la formation des contraintes résiduelles dans le solide, ce sont des temps plus courts, qui correspondent à la durée du procédé. Une pièce injectée est très hétérogène thermo-mécaniquement [9]. La température et le chargement mécanique varient fortement dans la pièce. Le matériau étant viscoélastique, il conservera en mémoire cette hétérogénéité qui se retrouvera dans le champ de contrainte final au sein de la pièce.

La pièce est plus dense à cœur qu'en peau [12]. Une hétérogénéité des propriétés mécaniques ou de retrait dans un matériau peut être une source, à elle seule, de contraintes résiduelles. De nombreux auteurs montrent que les propriétés mécaniques et thermiques peuvent varier de façon importante dans l'épaisseur de la pièce. C'est le cas pour les polymères semi-cristallins [13-16] mais aussi pour les polymères amorphes même si c'est dans une plus faible mesure [17]. On montre, en particulier, que la zone élastique de l'essai
de traction ainsi que l'allongement à la rupture, connaissent un maximum près de la surface que le seuil de plasticité croit de la surface vers le centre ou encore que le module d'Young évolue dans l'épaisseur [18]. Si les deux premiers résultats concernent plutôt la pièce en situation de sollicitation, le dernier résultat a une influence directe sur le niveau des contraintes dans la pièce.

Que le polymère soit amorphe ou semi-cristallin, l'orientation moléculaire entraîne anisotropie et hétérogénéité structurelle dans l'épaisseur. La zone de peau est plus orientée que celle du cœur (c'est là que le cisaillement est maximum, et le refroidissement le plus rapide, donc la relaxation moindre). Cette orientation lui confère de meilleures propriétés mécaniques en particulier une amélioration de la résistance à la fracture [10]. A partir de coupes micro-atomiques, Fleischman [19] montre qu'au maximum d'orientation correspond un minimum d'allongement à la rupture. Ce caractère est très marqué dans la direction parallèle à l'injection et près du seuil d'injection. De façon générale, on peut dire que les propriétés mécaniques sont améliorées dans le sens de l'orientation. Struik [20] montre que le rapport des coefficients de dilatation linéaire, perpendiculaire et parallèle, varie en fonction du degré d'orientation. L'orientation modifie également la conductivité thermique, donc indirectement les contraintes résiduelles.

De par leurs propriétés techniques intéressantes, les polymères semi-cristallins sont souvent utilisés en injection. Pourtant ils restent délicats d'emploi, principalement à cause de leurs retraits importants [21]. En effet, les molécules sont mieux rangées dans la phase cristalline et occupent par conséquent un volume plus faible. La cristallisation est un phénomène exothermique qui aura pour conséquence de modifier le champ de température, notamment au centre (dans l'épaisseur) de la cavité [22]. Elle va également induire anisotropie et hétérogénéité des paramètres thermophysiques, comme on va le voir cidessous.

Le but de cette étude est de suivre l'évolution des déformations et des contraintes résiduelles en fonction du type d'éprouvette, des milieux d'imprégnation, des épaisseurs des tubes et du temps impartis à la libre déformation ainsi que de caractériser leurs évolutions à travers les parois des tubes en HDPE-100.

2. Bases théoriques:

2.1. Techniques de caractérisation des contraintes résiduelles:

Différentes techniques ont été utilisées, comme la méthode du trou, la méthode de relaxation des contraintes, la photoélasticimétrie, la méthode d'enlèvement de couche, la diffraction des rayons X. Elles sont décrites par Isayev [23,24]. C'est la méthode d'enlèvement de couches qui a été la plus utilisée pour l'étude des pièces en polymère. Elle est la technique la plus adaptée pour obtenir un profil des contraintes dans l'épaisseur [17, 24]. Elle fut, d'abord, introduite par Treuting et Read pour des produits métalliques [25] puis appliquée par la suite aux polymères amorphes et semi-cristallins [26]. Cette méthode est délicate à mettre en œuvre, et son principe n'est pas exempt de critique. Elle est en tout cas efficace pour comparer des pièces injectées dans des conditions différentes et/ou avec différents polymères. C'est, de loin, la méthode la plus communément utilisée pour l'étude des pièces polymères. C'est la méthode la plus fiable pour obtenir un profil de contraintes résiduelles dans l'épaisseur d'une pièce injectée [27]. Notons, cependant, que cette méthode est fondée sur des hypothèses fortes qui sont régulièrement contestées [28-30]. Parmi elles, deux ont fait l'objet d'une attention plus particulière. D'abord, on suppose que les propriétés élastiques du matériau sont constantes dans l'épaisseur, ensuite, que l'enlèvement successif des couches ne perturbe pas l'état de contrainte dans l'échantillon.

La plupart des analyses effectuées concernent la mesure des contraintes résiduelles dans les matériaux amorphes, ont trouvé le polycarbonate et le polystyrène en tête. La distribution de contrainte ainsi obtenue varie selon les auteurs. Certains [23,31] trouvent deux zones de peau en compression et une zone de cœur en traction. Dans certains cas, le profil est très proche d'un profil parabolique de type trempe libre [32,33] et dans d'autres, la zone de traction à cœur est à un niveau presque constant, la contrainte passant brusquement en compression près de la peau [34,35]. D'autres trouvent en plus deux couches en extrême surface en traction [29,36], formées pendant la phase de remplissage. Pour Hindle [37], la mesure de contraintes en peau reste très difficile, voire aléatoire.

Les polymères semi-cristallins ont été l'objet de moins d'attention. Certaines études portent sur l'effet du vieillissement ou du recuit sur les niveaux de contraintes [11,38]. Farhoudi et Kamal [39] se sont spécifiquement intéressés aux polymères semi-cristallins, au polyéthylène à haute densité en particulier. Ils ont étudié différentes positions dans la pièce et ce, pour différentes conditions d'injection. Dans tous les cas, ils trouvent un profil inversé par rapport à un profil de type "trempe libre", c'est à dire une large zone de cœur en légère compression, et deux zones de peaux plus fines en forte traction. Ils expliquent cette allure par le compactage plus long par rapport à un polymère amorphe [13]. Le même type de profil avait été obtenu par d'autres auteurs, dans le cas de polymères amorphes comme le polycarbonate, pour une position très près du seuil d'injection [40]. Dans tous les cas, les contraintes dépassent rarement 15 MPa.

2.2 Mesure des déformations dues aux contraintes résiduelles:

La méthode la plus simple pour évaluer les contraintes ortho-radiales $\sigma_{\theta\theta}$ dans un tube consiste à découper le tube suivant la génératrice (Figures IV.2 et IV.3) et à mesurer l'angle ou le diamètre après ouverture. Cette méthode est en particulier utilisée sur le site de production afin de contrôler les contraintes résiduelles en fonction des paramètres du procédé.



Figure IV.2: Découpe suivant la génératrice et profil de contrainte avant l'ouverture [1]

Si la couche extérieure est en traction, le moment produit par le profil de contraintes résiduelles va avoir tendance à ouvrir le tube(α >0), voire le mettre complètement à plat. A l'opposé si la couche externe est en compression le tube va se refermer(α <0). Cette méthode étant mise en œuvre simplement, elle introduit peu d'artefacts expérimentaux.



Figure IV.3: Influence de l'ouverture des tubes en fonction de la dépression [1].

Des essais ont également été effectué par Parant [1] à des dépressions (dans le bac du conformateur) de 350 mbar avec du polyéthylène basse densité. Dans ces conditions le tube se met complètement à plat et s'enroule dans la direction perpendiculaire de 720° (2 tours) par l'extérieur. Les contraintes axiales près de la surface extérieure du tube sont donc certainement très importantes.

2.3. Contraintes résiduelles dans les tubes:

Tous les tubes en plastique contiennent des contraintes résiduelles dues aux processus de fabrication. La grandeur et la distribution de ces contraintes résiduelles varient de manière significative selon le processus de fabrication. Un des facteurs principaux causant des efforts résiduels est le rétrécissement différentiel à travers le mur de tube pendant le processus de refroidissement (Figure IV.4) [41].



Figure IV.4: Distribution des contraintes résiduelles dues au refroidissement [41]

Selon Maxwell [42], si le refroidissement est à un seul côté de la paroi du tube, le côté refroidi se rétractera rapidement. En conséquence, la contrainte résiduelle compressive est créée dans le côté refroidit et la contrainte résiduelle de traction est formée dans le côté opposé (Figure. IV.4.a). Cependant, si les deux côtés sont refroidis simultanément, l'effort de compression sera créé près des deux surfaces et la contrainte de traction au centre (Figure IV.4.b).

La contrainte résiduelle externe dans le tube a pu avoir l'impact significatif sur la propriété de SC du tube. Par conséquent, la mesure des contraintes résiduelles dans le tube est essentielle en prévoyant le comportement à long terme des tubes [41].En enlevant ou en sectionnant une partie d'une pièce, l'équilibre mécanique est modifié.

La pièce va se déformer pour retrouver un état d'équilibre. En mesurant la déformation depuis l'état initial, on est ainsi capable de remonter aux contraintes internes en calculant l'effort qu'il faudrait appliquer sur la pièce pour la remettre à sa configuration initiale. Les méthodes de découpage permettent de déterminer le moment induit par les contraintes résiduelles [1,43].

En enlevant successivement des couches, la variation de la courbure permet d'évaluer les contraintes qui étaient présentes dans la partie retirée. Il est alors théoriquement possible de remonter à la distribution des contraintes dans l'épaisseur et de déterminer le profil des contraintes résiduelles.

La technique de Treuting [24] a été développée pour des plaques (Figure IV.5). Elle ne sera donc pas directement utilisable pour les tubes, pour lesquels nous avons un moment d'inertie de la section différent à cause de la courbure.



Figure IV.5: Pelage d'une épaisseur de plaque [24]

Hypothèses de calcul :

Afin de déterminer les contraintes à partir des courbures, il est nécessaire que l'échantillon soit en flexion linéaire dans l'intervalle des courbures considéré et que les constantes élastiques soient homogènes dans tout le matériau.

Les contraintes ne doivent pas varier dans le plan de la plaque mais uniquement dans l'épaisseur. Dans les calculs, la courbure initiale est supposée nulle. Si l'on enlève la couche comprise entre z_0 et z_1 (ordonnées des surfaces avant et après découpe), l'équilibre interne de la pièce est modifié et elle va alors se déformer. En utilisant les relations de la théorie des plaques et des enveloppes Timoshenko [44] entre le moment de flexion et la courbure, Treuting et Read [24] ont obtenu les relations suivantes:

$$M_{x}(z_{1}) = \int_{-z_{1}}^{z_{1}} \sigma_{x}(z) \left[z \frac{z_{0} - z_{1}}{2} \right] dz$$
$$= \frac{-E}{12(1 - v^{2})} (z_{0} + z_{1})^{3} \left(\varphi_{x}(z_{1}) + v\varphi_{y}(z_{1}) \right)$$
(1)

$$\sigma_x(z_1)$$

$$= \frac{-E}{6(1-v^2)} \left\{ \begin{aligned} (z_0 + z_1)^2 \left[\frac{d\varphi_x(z_1)}{dz_1} + v \frac{d\varphi_y(z_1)}{dz_1} \right] \\ +4(z_0 + z_1) [\varphi_x(z_1) + v\varphi_y(z_1)] - 2 \int\limits_{z_1}^{z_0} [\varphi_x(z_1) + v\varphi_y(z_1)] dz \end{aligned} \right\}$$
(2)

 φ_x, φ_y courbure après pelage dans les directions x et y, v coefficient de Poisson, E module élastique.

Un bon recouvrement des résultats obtenus en enlevant des couches externes puis ensuite des couches internes garantit le procédé expérimental.

Manson [45] a développé une technique permettant de remonter aux contraintes résiduelles en mesurant les déformations de surface. Ils mesurent la déformation en surface lorsque pour relâcher les contraintes internes on usine progressivement une fente de l'autre côté. La déformation est mesurée à l'aide d'une jauge de déformation (Figure IV.6).Cette

méthode pourrait être adaptée aux tubes afin de pouvoir remonter au profil des contraintes résiduelles.



Figure IV.6: Mesure des déformations en surface en usinant une fissure [45]

Le modèle de Williams [46], a été développé pour déterminer les contraintes internes dans les tubes (Figure IV.7). La distribution des contraintes dans l'épaisseur $\sigma_{\theta\theta}(h)$ (h position dans l'épaisseur mesurée à partir de la surface extérieure) est aussi obtenue par pelage des couches externes puis internes.



Figure IV.7:Pelage d'une épaisseur de tube [46]

$$\sigma_{\theta\theta}(h) = \frac{E}{12\pi a^2} \left[4h\delta + h^2 \frac{d\delta}{dh} + 2\int_a^h \delta dh \right] + \sigma_0 \tag{3}$$

 σ_0 Contrainte assurant la condition $\int_a^b \sigma_\theta dh = 0$, h_0 épaisseur du tube avant découpe, h: position dans l'épaisseur mesurée à partir de la surface extérieure, a: rayon intérieur du tube, b: rayon extérieur, δ : ouverture du tube. Expérimentalement celui-ci est coupé en deux et la variation de diamètre permet de remonter à la déflexion du tube δ .

Kazakov [47] a développé une technique de mesure des contraintes résiduelles dans les tubes en MDPE/HDPE en se basant sur le phénomène de recouvrement, des polymères, du à leur comportement linéaire viscoélastique. Il a utilisé des spécimens en forme d'anneau (ring) pour mesurer les contraintes circonférentielles dans des tubes de différentes tailles. Les résultats, obtenus après 24 à 48heuresd'essais, montrent que les contraintes résiduelles dans ces tubes sont aussi affectées par leurs conditions de fabrications que par leur structure moléculaire.

2.4. Fluage et relaxation des contraintes:

Une méthode simple pour caractériser le comportement dynamique du matériau consiste à étudier sa réponse en fonction du temps quand on le soumet à une excitation sous forme d'échelon appelée aussi fonction de Heaviside [48]. Si l'excitation est la contrainte, la réponse est une déformation fonction du temps (essai de fluage). On peut aussi imposer un échelon de déformation et observer l'évolution de la contrainte (essai de relaxation de contrainte). Les deux fonctions ne sont pas indépendantes. L'une ou l'autre est suffisante pour caractériser complètement le comportement dynamique du système.



Figure IV.8: Relaxation des contraintes dans le polyéthylène [1]

Les résultats de l'étude de Parant [1] montrent que pour le polyéthylène haute densité, l'angle d'ouverture diminue avec le temps à cause de la relaxation des contraintes quel que soit la valeur initiale (Figure IV.8). Pour le polyéthylène basse densité l'effet est moins compréhensible à ce stade. Si le tube se refermait, l'angle de fermeture diminue avec le temps. Par contre si le tube s'ouvrait, l'angle a tendance à augmenter avec le temps indiquant ainsi une relaxation plus importante des contraintes en compression des couches intérieures. Le calcul des profils de contraintes explique ces résultats par la forme du profil de contrainte final.

La variation des contraintes résiduelles est alors quantifiée par l'angle d'ouverture du tube ou par la variation de diamètre. L'ouverture du tube après découpe est liée aux contraintes orthoradiales $\sigma_{\theta\theta}$ mais aussi aux contraintes axiales σ_{ZZ} . La découpe du tube suivant sa génératrice ne donnant accèsqu'à une seule valeur, nous considérerons l'effet des contraintes σ_{ZZ} négligeables ce qui estjustifiée par la longueur des tubes.

Avant découpe, la résultante des contraintes est nulle mais pas le moment résultant de ces contraintes, nous nommons ci-dessous ces contraintes _(avant découpe)[1]:

$$\int \sigma_{\theta\theta(avantd\acute{e}coupe)} dr = 0 \qquad \text{Résultante nulle}$$
(4)

$$\int r\sigma_{\theta\theta(avantd\acute{e}coupe)} dr \neq 0 \qquad \text{Moment non nul} \tag{5}$$

Au moment de la découpe le tube va s'ouvrir ou se fermer sous l'action du moment induit par les contraintes nommées _(relaxée). Les relations 6 et 7 reliant les contraintes aux déformations sont donnée par Timoshinko [44].

$$\sigma_l = E/(1 - \nu^2)(\varepsilon_l + \nu) \tag{6}$$

$$\sigma_c = E/(1-\nu^2)(\varepsilon_c + \nu) \tag{7}$$

La forme cylindrique du tube rigidifie la structure et empêche également les déformations dues aux contraintes axiales σ_{ZZ} . La contrainte relaxée est donnée alors par la formule suivante:

$$\sigma_{\theta\theta Max(relaxée)} = \frac{E(t)h_0}{1-\nu} \left(\frac{D_1(t)-D_0}{D_1(t)-D_0}\right)$$
(8)

Avec:

E(t): Module de fluage (MPa);

 h_0 : Epaisseur initiale de virole avant découpage (mm);

 D_0 : Diamètre intermédiaire initial de virole avant découpage (mm);

 D_1 : Diamètre intermédiaire initial de virole après découpage (mm);

: Coefficient de poisson.

3. Procédure expérimentale:

3.1. Matériau:

Les tubes utilisés sont en polyéthylène de haute densité PEHD-100 ayant un SDR de 11 pour le tube de transport d'Eau et 16 pour le tube de transport de Gaz. Les tubes ont un diamètre extérieur 200mm, extrudés et pigmentés noir. Les tubes destinés à la distribution de gaz naturel sont conçu pour des réseaux de 4 bars et ceux de transport d'eau sont conçus pour des réseaux de 16 bars pour le tube d'eau.

3.2 Géométrie des éprouvettes:

Les éprouvettes utilisées pour l'étude de l'évolution des déformations et contraintes résiduelles en fonction des milieux d'imprégnation des spécimens, des épaisseurs des tubes et du temps impartis à la libre déformation, ont la forme de couronnes (Ring Specimen) de largeur 5mm chacune (chapitre II paragraphe 4.3). Celles destinées à l'étude de l'évolution des déformations et des contraintes résiduelles à travers la paroi du tube en HDPE-100 (eau) sont sous forme de cylindre de 170 mm de longueur de 3mm d'épaisseur et de différents diamètres extérieurs et intérieurs (comme indiqué dans le tableau II.10 du chapitre II).

3.3. Protocole expérimentale:

Les contraintes résiduelles ont été estimées indirectement à partir des mesures des déflexions sur les échantillons dès leur sectionnement (Figure IV.9).





Figure IV.9: Déflexion des spécimens

Les mesures des déflexions ont été mesurées en plaçant les échantillons sur du papier millimétrique, pour marquer les empreintes de déflexion, les variations des diamètres internes et externes sont mesurées à l'aide d'un pied à coulisse numérique d'une précision de $10 \,\mu$ m.

La déflexion ne représente pas la déformation, plutôt c'est la variation de la périphérie de l'anneau qui diminue au cours du temps. La déformation dans notre cas est la variation de diamètre extérieur de l'éprouvette par rapport au diamètre extérieur initial. La déformation à l'instant t = ti est donnée selon la relation suivante:

$$\varepsilon_{\rm ti} = \frac{D_{\rm to} - D_{\rm ti}}{D_0} \tag{4}$$

Où D_{t0} et D_{ti} sont le diamètre extérieur de l'éprouvette à l'instant t = 0 (temps initial) et à l'instant t = ti respectivement. La relation entre la déflexion et la déformation ti est déduite comme suit:

$$\delta_{\rm ti} = (D_{\rm t0} - D_{\rm ti}).\,\pi\tag{5}$$

Où $_{ti}$ est la déflexion de l'éprouvette à l'instant t = ti. De (1) et (2), la déformation est déduite comme suit:

$$\varepsilon_{\rm ti} = \frac{\delta_{\rm ti}}{\pi D_{\rm t0}} \tag{6}$$

4. Résultats et discussions:

4.1. Evolution des déformations résiduelles en fonction des milieux d'imprégnation, des épaisseurs des tubes et du temps impartis à la libre déformation:

Les échantillons ont une faible largeur (5mm) par rapport aux diamètres interne et externe (200mm et 168mm respectivement). Dès sectionnement des échantillons on remarque une fermeture de ces derniers de moins en moins rapide dans le temps.

4.1.1. Evolution des déformations résiduelles pour différents temps de sectionnement:

Les déformations des spécimens à l'air libre pour différents temps de sectionnements (instantanément après leur usinage, 3jours après et 7 jours après leur usinage) sont regroupées dans la Figure IV.10.



Figure IV.10: Déformation des spécimens à l'air libre en fonction du temps.

Les 3 spécimens sont usinés à partir du tube de transport d'eau d'où la désignation (E).Pendant les premières secondes qui suivent le sectionnement, on remarque une déformation rapide des trois anneaux qui va diminuer avec le temps. Durant les 3 premières heures, suivant le sectionnement, l'anneau R.S1E se déforme plus rapidement que les deux autres, mais il est très rapidement rattraper par ces derniers à partir de 200h de déformation libre. Les échantillons R.S2 et R.S3 prennent le dessus au-delà de 300 h après leur sectionnement. On peut expliquer cala par le fait que le R.S1 n'a pas eu le temps de ce

déformer avant sont sectionnement ce qui a conduit à une déformation très rapide dès la libération de ces contraintes résiduelles lors de son sectionnement.

4.1.2. Evolution des déformations résiduelles dans différents environnements d'enfouissement:

Pendant les 4 premières heures tous les spécimens se déforment presque à la même échelle de grandeur. Au-delà de la 4^{ème} heure suivant le sectionnement des spécimens les échantillons exposés au soleil (R.S6) et immergés dans l'eau à 40°C (R.S8) se déforment plus rapidement que les autres. Ceci est due au fait que ces deux spécimens ont subi une grande élévation de température avant leur sectionnement qui a ajouté des contraintes thermiques aux contraintes résiduelles déjà existantes.



Figure IV.11: Déformation des spécimens dans différents Milieux d'imprégnation en fonction du temps (tube HDPE-100 Eau).

Les résultats de la Figure IV.12 montrent que dès sectionnement des spécimens, ils se déforment tous de la même manière jusqu'à environ 4heurs, comme dans le cas du tube de transport d'eau, en suite le spécimen enterré et celui exposé au soleil se démarquent par une forte déformation, suivre par celui refroidi (à 0° C) et en suite le spécimen trempé dans l'eau de mer. Les déformations du spécimen, mis dans l'eau à 40°C, ont pris des trajectoires différentes. On voit l'effet marquant de l'eau à haute température sur le comportement en déformation du matériau.



Figure IV.12: Déformation des anneaux usinés à partir d'un tube en PE-100 (Gaz), dans différents Milieux en fonction du temps.

Dans les 5 milieux d'imprégnation les spécimens du tube de transport de gaz se déforment plus que ceux du tube d'eau. Ceci est dû à la différence des épaisseurs des tubes. En effet; selon le fabriquant de ces tube "Entreprise CHIALI" la différence entre un tube de transport d'eau et un tube de transport de gaz est uniquement dans le calcul de l'épaisseur. Pour un tube de transport de gaz le coefficient de sécurité C=2 par contre pour un tube de transport d'eau C=1.5 donc l'épaisseur d'un tube gaz est plus importante à celle d'un tube eau pour une même Pression Nominale (PN) et un même diamètre nominal DN.

A partir des courbes de la (Figure IV.13) on peut remarquer que les déformations des éprouvettes s'accélèrent au-delà de 150 heures. En vérifiant les températures ambiantes de la période qui coïncide avec cette augmentation on a trouvé que dans cette période il y a eu une hausse brusque de température. En effet, sur la Figure IV.13: 95h de déformation coïncident avec la date du 17/04/2012 où la température été de 12°C, 160h coïncident avec la date du 20/04/2012 où la température été de 21°C et 327h de déformation coïncident avec la date du 27/04/2012 où la température été de 31°C.



Figure IV.13: Déformation des échantillons des tubes (Eau et Gaz), dans différents Milieux en fonction du temps.

4.1.3. Taux de déformation:

La variation du taux de déformation nous donne une idée plus claire sur la vitesse très importante à laquelle se déforme les spécimens dès les premières minutes voir secondes suivant leur sectionnement. On peut conclure que le tube de gaz se déforme plus rapidement que celui de l'eau quel que soit le milieu d'enfouissement. Ceci est expliqué par la différence dans l'épaisseur des tubes (Figure IV.14).

Le taux de déformation dans les 2 premières secondes peut aller jusqu'à 5mm/sec pour les spécimens d'eau est 10mm/sec pour les spécimens de gaz, est c'est une vitesse relativement importante comparée à celles tardives. Les histogrammes la Figure IV.14 représentent les taux de déformation des spécimens dès leurs sectionnements. Ceux de la Figure IV.15 permettent une meilleure lecture de l'évolution des taux de déformation à partir de 2h de déformation libre.



Figure IV.14: Taux de déformation des échantillons des tubes (Eau & Gaz) (à partir de

2sec)



Figure IV.15: Taux de déformation des échantillons (Eau & Gaz).

4.2. Evolution des déformations résiduelles à travers la paroi du tube en HDPE-100 (eau):

Les spécimens ont une largeur importante par rapport à l'épaisseur (l=170mm et e=3mm). Dès sectionnement des échantillons on remarque une ouverture très rapide qui se ralenti avec le temps.

Sur les graphes de la Figure IV.16 sont représentées les déformations des cinq couches du tube en HDPE-100 pendant une heure après leur sectionnement. La couche externe (Couche I) présente la plus petite déformation. La couche du cœur (couche III) présente la plus grande déformation. En effet c'est la couche la plus cristalline. Cette tendance est toujours conservée mais avec moins d'écarts entre les couches (figures IV.16 et IV.17).



Figure IV.16: Déformations des couches pendent 1 heure



Figure IV.17: Déformations des couches pendent 9 mois

Pour une meilleure lecture des résultats la Figure IV.18 regroupe les déformations des spécimens en échelle logarithmique. Les graphiques montrent une augmentation des déformations en fonction du temps pour toutes les couches du tube dès les premières secondes de leur sectionnement cette augmentation est toujours plus prononcée pour la couche du cœur du tube. Elle continue à se démarquer dans le temps par une très importante déformation.



Figure IV.18: Déformations des couches en fonction du temps à échelle logarithmique.



Figure IV.19: Déformations des couches pour plusieurs périodes après leurs sectionnements.

Les histogrammes de la Figure IV.19 regroupent les déformations des cinq couches du tube pour plusieurs périodes après leur sectionnement. On peut conclure que les déformations des échantillons commencent assez importantes et au-delà de 24 heures commencent à diminuer et à partir de 1 mois tendent à se stabiliser.

4.3. Evolution des contraintes relaxées:

4.3.1. Evolution des contraintes relaxées en fonction du temps séparant l'usinage du sectionnement des échantillons:



Figure IV.20: Contraintes résiduelles des spécimens en fonction du temps a l'air libre.

Sur la Figure IV.20 les contraintes relaxées des trois spécimens diminuent au cours du temps. Pendant la première heure le spécimen sectionné instantanément se déforme plus vite que les deux autres en suite les trois spécimens se rattrapent.

4.3.2. Evolution des contraintes relaxées dans différents environnements d'enfouissement:





Tous les spécimens de la (Figure IV.21) se déforment à la même échelle. Ceux trompé dans l'eau thermale et exposés au soleil se distinguent par une plus grande déformation. On peut donc conclure du degré de l'influence de ces deux milieux sur notre matériau.



Figure IV.22: Contraintes relaxées des anneaux usinés à partir d'un tube en PE-100 (Gaz), dans différents Milieux en fonction du temps.

Les contraintes représentées dans la (Figure IV.22) diminuent avec le temps. Elles sont maximales aux premières secondes et sont à 75% au bout de la première heure et à 50% au bout de 4 jours. Celui exposé au soleil et celui enterré se distinguent par une plus grande libération des contraintes. On peut donc conclure du degré de l'influence de ces deux milieux sur notre matériau.

4.3.3 Caractérisation des contraintes relaxées à travers la paroi du tube en HDPE-100:

Au moment de la découpe le tube va s'ouvrir (ou se fermer) sous l'action du moment induit par les contraintes nommées (relaxée). La relation reliant les contraintes (relaxée), à l'ouverture ou la fermeture du tube est donnée par les équations 3 et 4.

L'ouverture ou le chevauchement à travers les couches du tube varie très lentement dans le temps, la différence constatée entre les courbes est l'amplitude de la variation pour les différentes couches du tube (Figure IV.23). L'ouverture du tube est liée en grande partie au gradient de densité du polyéthylène haute densité et au mode de fabrication de ces tubes.



Figure IV.23: Evolution des contraintes relaxées à travers la paroi d'un tube en HDPE-100

4.3.4 Caractérisation des contraintes résiduelles à travers la paroi du tube en HDPE-100:

Pour calculer les contraintes résiduelles, on doit savoir comment varie le module de fluage E(t) et les changements des dimensions de viroles qui correspondent au même intervalle du temps du temps (équation 8).

Broutman et Choi [49] ont déterminé E(t) pour plusieurs types de polyéthylène (Figure IV.24), la méthode expérimentale utilisée était de mesurer E(t) pendant 6 jours sous conditions ambiantes pour des échantillons prélevés du tube à fin d'obtenir des éprouvettes sous forme de barres, le PE3408IIC correspond à un polyéthylène de haute densité. De ce fait, on a exploité les résultats obtenus par Broutman et Choi afin de déterminer les valeurs de module de fluage pour notre étude. Donc les valeurs de E(t) en fonction du temps (Figure IV.25) sont estimées par extrapolations dans l'étude [49].



Figure IV.24: Variation du module de fluage pour les tubes en MDPE [48].



Figure IV.25: Courbe de tendance d'évolution du module de fluage pour le PE3408IIC [48]



Figure IV.26: Evolution des contraintes résiduelles à travers la paroi du tube en HDPE

Dans notre cas d'étude les contraintes résiduelles de compression due à l'usinage En assurant la reproductibilité des essais nous pouvant caractériser l'évolution des contraintes résiduelles à travers la paroi du tube. Les courbes de la Figure IV.26 représentent les contraintes résiduelles circonférentielles calculées à partir de l'équation (3) en utilisant le modèle de Williams. On peut distinguer 3zones. Deux zones de peau en compression et une zone de cœur en traction. On remarque aussi une diminution significative de contraintes résiduelles dans la couche interne. La distribution des contraintes résiduelles circonférentielles n'est pas uniforme à travers les parois de tube. Les contraintes résiduelles de compression pour la couche externe sont plus importantes par rapport à celles de la couche interne.

Les résultats se trouvent être en accord qualitatif avec les profils de contraintes mesurées expérimentalement dans les tuyaux thermoplastiques (Figure IV.27(b)). Maxwell [48] a suggéré que si le refroidissement a lieu d'un seul côté du mur, la section nouvellement solidifiée empêche sa partie adjacente de rétrécir librement. En conséquence, des contraintes résiduelles de compression sont créées dans le côté froid et des contraintes résiduelles de traction sont formées dans le côté opposé (Figure IV.27(a)). Toutefois, si les deux parties sont refroidies en même temps, une contrainte de compression sera créée à proximité des deux surfaces et de contrainte de traction dans le centre (Figure IV.27(b)).

142



Figure IV.27: Distributions possibles des contraintes résiduelles à travers les parois des pipes [50].

Chaoui et Moet [51] ont étudié la répartition des contraintes résiduelles dans l'épaisseur de paroi de tube lisse et ils ont constaté que 24% de la paroi interne se composait de contraintes résiduelles de traction, tandis que l'épaisseur restante avait des contraintes résiduelles de compression, Kanninen [49] a constaté que la répartition des contraintes circonférentielles résiduelles présentaient une forme paraboliques à travers la paroi du tube lisse, avec des contraintes de traction dans la paroi intérieure.

5. Conclusion:

- ✓ Les résultats expérimentaux de ce chapitre nous permettent de conclure que:
- ✓ Pour les 3 spécimens usinés à partir du tube de transport d'eau : Pendant les premiers seconds qui suivent le sectionnement, on remarque une déformation rapide des trois anneaux qui va diminuer avec le temps. Pendant les 3 premières heures suivant le sectionnement l'anneau R.S1E se déforme plus rapidement que les seconde, mais en suite il est très rapidement rattraper par ces derniers à partir de 200h les R.S2 et R.S3 prennent le dessus. On peut expliquer ca par le fait que le R.S1 n'a pas eu le temps de ce déformer avant sont sectionnement ce qui a conduit à une déformation très rapide dès la libération de ces contraintes résiduelles lors de son sectionnement.
- ✓ Pour les spécimens du tube de transport d'eau: Pendant les 4 premières heures tous les spécimens se déformant presque à la même échelle de grandeur, à partir de la 4eme heure suivant le sectionnement des spécimens le **R.S6** et **R.S8** se déforme plus rapide que les autres. Ce ci pourrai être due au fait que ces deux spécimens ont subi

une grande température avant leur sectionnement qui a provoqué la libération de la contraintes.

- ✓ Pour les spécimens du tube de transport d'eau: les résultats montrent que dès sectionnement des spécimens, ils se déforment tous de la même manière jusqu'à environ 4heurs, en suite le spécimen enterré et celui exposé au soleil se déforment a même échelle, suivre par celui refroidit et en suite le spécimen trempé dans l'eau de mer. Les déformations du spécimen, mis dans l'eau thermal à 40°C, ont pris des trajectoires différentes. On voit l'effet marquant de l'eau thermale à haute température sur le comportement en déformation du matériau.
- ✓ Dans les 5 milieux d'imprégnation les spécimens de gaz se déforment plus que ceux du tube d'eau. Ceci est dû à la différence des épaisseurs des tubes.
- ✓ La différence entre les déformations entre les 2 tubes est importante dans le cas de l'eau de mer, suivie par ceux refroidis et ceux trompés dans l'eau thermale. Les deux autres ont des déformations très proches.
- ✓ L'effet de la température sur les déformations résiduelles est saillant.
- ✓ Les contraintes calculées pour les deux tubes diminuent avec le temps. Elles sont maximales aux premières secondes et sont à 75% au bout de la première heure et à 50% au bout de 4jours. Celui exposé au soleil et celui enterré se distinguent par une plus grande libération des contraintes. On peut donc conclure du degré de l'influence de ces deux milieux sur notre matériau.
- ✓ La variation du taux de déformation nous donne une idée plus claire sur la vitesse très importante à la qu'elle se déforme les spécimens les premières minutes voir secondes suivant leur sectionnement. On peut voir que le tube de gaz se déforme plus rapidement que celui de l'eau quel que soit le milieu d'enfouissement. Ceci est expliqué par la différence dans l'épaisseur des tubes.
- ✓ Nos démarches, nous ont permis de tracer le profil des contraintes résiduelles circonférentielle à travers la paroi du tube en HDPE-100(eau). On peut distinguer 3zones. Deux zones de peau en compression et une zone de cœur en traction. On remarque aussi une diminution significative de contraintes résiduelles dans la couche interne. La distribution des contraintes résiduelles circonférentielles n'est pas

uniforme à travers les parois de tube. Les contraintes résiduelles de compression pour la couche externe sont plus importantes par rapport à celles de la couche interne.

6. Références Bibliographiques:

1. O. Parant, Etude expérimentale et calcul des contraintes résiduelles dans des tubes extrudés en polyéthylène. Thèse de Doctorat, Ecole des Mines de Paris, 2002.

2. Struik L.C.E. (1978), Polym. Eng. Sci., 18, 799-811

3. Douven L.F.A. (1991), Towards the computation of properties of injection mouldedproducts: flow and thermallyinduced stresses in amorphousthermoplastics, Thèse de Doctorat, Eindhoven TechnicalUniversity, Eindhoven, Pays-Bas

4. Baaijens F.P.T. (1991), Calculation of residual stresses in injection mouldedproducts, *Rheol. Acta*, 30, 284-299

5. Mills N.J. (1983), Rubber Proc. Applications, 3, 181-188

6. Titomanlio G., Brucato V. et Kamal M.R. (1987), *Intern. Polym. Processing*, 1, 55-59

7. Boitout F. (1993), Calcul des contraintes résiduelles dans les pièces injectées en thermoplastiques en utilisant une description surfacique de la géométrie, Thèse de Doctorat, ENSMP

8. Jansen K.M.B. (1994), Residual Stresses in Quenched and Injection MouldedProducts, *Intern. PolymerProcessing*, 9, 82-89

9. Giroud T. (2001), Mesure et calcul des contraintes résiduelles dans les pièces injectées en thermoplastique avec et sans fibre de renfort, Thèse de Doctorat, Ecole des Mines de Paris, France.

10. Schmidt L., Opfermann G. et Mengens J. (1981), Polym. Eng. Sci., 1, 2-17

11. Coxon L.D. et White J.R. (1980), Polym. Eng. Sci., 20, 230-236

12. Bree H.W., Heijboer J. et Struik L.C.E. (1974), J. Polym. Sci., 12, 1857-1864

13. Kati S.S. et Schultz J.M. (1982), The microstruture of injection-molded semicrystalline polymers: A review, *Polym. Eng. Sci.*, 22, 1001-1016

14. Paterson M.W.A. et White J.R. (1989), Layer removal analysis of residual stress, Part 2, A new procedure for polymer mouldings with depth-varying Young's modulus, *J. Mat. Sci.*, 24, 3521-3528

15. Rezayat M. et Stafford R.O. (1991), A Thermoviscoelastic Model for Residual Stress in Injection Molded Thermoplastics, *Polym. Eng. Sci.*, 31, 393-398

16. Fujiyama M. et Wakino T. (1992), Molecular orientation in injection-molded polypropylene copolymers with ethylene, *Intern. Polym. Proc.*, 7, 97-105

17. Turnbul A., Maxwell A.S., Pillai S. (1999), Residual stress in polymers-evaluation of measurement techniques, *Material Science*, 34, 451-459

18. Kamal M.R. et Moy F.H. (1981), Chem. Eng. Com., 12, 253-265

19. Fleischman E. (1989), Optical and mechanical measurements to characterize injection molded polypropylene plates, *Intern. Polym. Proc.*, 4

20. Struik L.C.E. (1990), Internal Stresses, Dimensional Instabilities and Molecular Orientations in Plastics, Wiley and Sons, Brisbane

21. Denizart O. (1990), Contraintes résiduelles dans les pièces injectées en thermoplastique: approche expérimentale et modélisation, Thèse de Doctorat, ENSMP

22. Friedl C.F. et McCaffrey N.J. (1991), Crystallisation Prediction in Injection Molding, *ANTEC* 330-332

23. Isayev A.I. (1987), Orientation, residual stresses and volumetric effects in injection molding, dans A.I. Isayev (éd), Injection and compression molding fundamentals, Marcel Dekker, Inc. Publisher, New-York and Basel, 227-328

24. Treuting R.G. et Read W.T. (1951), A mechanical determination of biaxial residual stress in sheet materials, J. Appl. Phys., 22, 130-134

25. So P. et Broutman L.J. (1976), Polym. Eng. Sci., 16, 785-791

26. White J.R. (1984), Origins and Measurement of Internal Stresses in Plastics, PolymerTesting., 4, 165-191

27. Siegmann A., Buchman A. et Kenig S. (1981), J. Mat. Sci., 16, 3514

28. Hastenberg C.H.V., Wildervanck P.C. et Leenen A.J.H. (1992), The measurement of thermal stress distributions along the flow path in injection-molded flat plates, Polym. Eng. Sci., 32, 506-515

29. Jansen K.M.B., Orij J.J.W., Meijer C.Z. et Van Dijk D.J. (1999), Comparison of residual stress measurements using excimer laser layer removal, Polym. Eng. Sci., 39, 2030-2041

30. Denizart O., Vincent M. et Agassant J.F. (1995), J. Mat. Sci., 30, 552-560

31. Isayev A.I. et Crouthamel D.L. (1984), Polym. J. Plast. Technol. Eng., 22, 177

32. Akay M. et Ozden S. (1996), Assessment of thermal stresses in injection moulded polycarbonate, Plastics, Rubber and Composites Proc. and Appl., 25, 145-151

33. Menges G., Dierkes A., Schmidt L. et Winkel E. (1980), SPE Tech. Papers., 26, 300

34. Guo X. et Isayev A.I. (1999), Residual stresses and birefringence in injection

molding of semicristalline polymer, Part I & II, Intern. Polym. Processing, 14, 377-398

35. Farhoudi Y. et Kamal M.R. (1997), ANTEC Proceedings, 521

36. Hindle C.S., White J.R., Dawson D. et Thomas K. (1992), Internal stress, molecular orientation and distortion in injection mouldings: Polypropylene and glass-fiber filled polypropylene, Polym. Eng. Sci., 32, 157-171

37. Li Tong et White J.R. (1997), Residual stress distribution modification caused by weathering in polypropylene and poystyrene, Polym. Eng. Sci., 37, 321-328

38. Farhoudi Y. et Kamal M.R. (1999), Intern. J. Forming Proc., 2, 277-3063

39. Pham H.T., Bosnyak C.P. et Sehanobish K. (1993), Polym. Eng. Sci., 33, 1634

40. Kazakov A. (1998), An Automated Method for the Measurement of Residual Stress in Melt-Extruded Plastic Pipes, Polymer Testing, 17 (1998) 443–450.

41. Zhang Jingyu, Experimental Study of Stress Cracking in High Density Polyethylene Pipes, thèse de doctorat, Drexel University, 2005.

42. Maxwell A.S., Practical guide for designers and manufacturers of moldings to reduce the risk of environment stress cracking, NPL Report MATC (A) 05.

43. Sachs G., Espey G., A New Method for Determination of Stress Distribution in Thinwalled Tubing.

44. Timoshenko S. P., Woinowsky-Krieger S., *Theory of plates and shells*, McGraw-Hill, N.Y. (1959).

45. Manson J. A., Booghet L., Sunderland P., "Tailoring and characterisation of residual stresses induced during processing of heterogeneous materials", ESAFORM 98 (1998).

46. Williams J. G., Hodgkinsonet J. M., Gray A., "The determination of residual stresses in plastic pipe and their role in fracture", Polymer Engineering and Science, vol. 21, pp. 822.828 (1991).

47. Kazakov A., An Automated Method for the Measurement of Residual Stress in Melt-Extruded Plastic Pipes, Polymer Testing 17 (1998) 443–450

- 48. Etienne S., Laurent DAVID, Introduction à la physique des polymères, DUNOD, Collection: Sciences sup, 2012.
- 49. Kalika D S., Denn M.M., Wall slip and extrudate distortion in LDPE, J. Rheol., 31, 815-834 (1987).
- 50. Farshad M., Plastic pipe sustms, Book chapter, Elsevier 2006.

51. Chaoui K., Moet A., Effects of processing conditions on the long term strength of HDPE pipes, Ninth plastic fuel gas pipes symposium, AMERICAN GAS ASSOCIATION, 1987.

Chapitre V:

Étude de la résistance à la rupture d'un tube en HDPE

Nomenclature:

- K: facteur d'intensité de contrainte;
- K_c : valeur critique;
- "Intégrale J": dite intégrale de contour;
- W_{Fext} : travail des forces extérieures;
- U: énergie élastique stockée dans le système;
- J_{IC} : tenacite;
- ∂A : variation de la surface;
- ∂a: croissance de longueur de fissure;
- γ: énergie surfacique libre;
- G_c : Énergie surfacique de rupture;
- E: module d'élasticité en traction uniaxiale;
- *W_f*: énergie totale de rupture;
- *W*_e: travail essentiel de rupture dissipé dans la zone de rupture (IFPZ);
- W_p : travail non-essentiel de rupture dissipé dans la zone plastique externe (OPDZ);
- σ_g : Contrainte à la déformation globale loin du défaut;
- W*(P): densité d'énergie de déformation;
- W_0^* : Densité d'énergie de déformation uniforme;
- βW_p : Résistance à la propagation stable de fissure;
- PET: Polyéthylène tétraphtalate;
- LLDPE: polyéthylène linéairede basse densité;
- HDPE: polyéthylène de haute densité;

1.Introduction:

L'étude quantitative de la rupture des matériaux, d'un point de vue expérimental, s'effectue par l'observation de grandeurs macroscopiques. Ce type d'approche présente, d'une manière générale, l'incontestable avantage d'accéder à la mesure de ces grandeurs sans grandes difficultés à l'aide d'instruments fiables et peu onéreux (extensomètres, dynamomètres conventionnels).

Paradoxalement, les phénomènes physiques relatifs au processus de rupture sont d'ordre microstructural et se produisent localement à une échelle beaucoup plus réduite. La difficulté majeure est donc de relier les grandeurs macroscopiques mesurées à ces mécanismes locaux pour en extraire une propriété contrôlant le phénomène.

L'hypothèse de l'existence inévitable de défauts dans la matière a contribué à lever des obstacles fondamentaux dans la compréhension de ces phénomènes. En particulier, "Le paradoxe de la limite d'élasticité" a été expliqué de manière anticipée, par l'introduction de la théorie des dislocations avant même que celles-ci puissent être concrètement observées [1].

Dans le même esprit, ce sera Griffith [2], qui partant de l'hypothèse que l'amorçage et la propagation d'une fissure, se sont à partir de défauts préexistants, va donner naissance à la Mécanique de la Rupture. Ses observations expérimentales sur la rupture des verres lui permettront d'introduire la notion d'énergie surfacique de rupture à partir d'une approche thermodynamique globale basée sur le 1^{er} principe.

Plus tard, ce sera Irwin qui, se basant sur les travaux de Westergaard [2] imprimera un saut qualitatif remarquable en introduisant, dans le cadre de l'élasticité linéaire et des petites déformations, le facteur d'intensité de contrainte K, paramètre régissant la distribution des champs de contraintes et des déplacements en pointe de fissure. Dans le cas de matériaux présentant une rupture à prédominance fragile, de nombreuses études ont montré que la valeur critique K_c à l'amorçage de la fissure pouvait être considérée comme une propriété intrinsèque. Plus particulièrement, dans le cas des métaux [3,4] puis ensuite de certains polymères et composites [5,6], cette approche sera généralisée moyennant toutefois des conditions de validité restrictives dont la plus contraignante est la nécessité de mesurer cette propriété en situation de déformations planes. Cette restriction a pour origine l'existence d'une zone plastique en pointe de fissure qui modifie localement la distribution du champ de contraintes. Lorsque celle-ci est relativement faible (plasticité confinée), le critère K_c conserve à priori sa qualité intrinsèque dès lors qu'une correction de zone plastique est introduite. Mais lorsque la plasticité est plus développée, les équations de champ basées sur l'hypothèse d'élasticité ne sont plus vérifiées et il devient indispensable de faire appel à d'autres concepts, et particulièrement à ceux de la mécanique élasto-plastique de la rupture.

Néanmoins, de part sa simplicité d'évaluation, la ténacité K_c est aujourd'hui largement utilisée pour une classification comparative des matériaux et est, de ce fait, une caractéristique incontournable dont se préoccupent les élaborateurs, au même titre que la limite d'élasticité ou la contrainte à la rupture.

Outre la restriction liée à la plasticité confinée, il faut souligner que l'hypothèse la plus pénalisante est celle relative à l'élasticité linéaire en petites déformations. Dés lors pour une large variété de matériaux, puisque le paramètre K ne régit pas les champs des contraintes du fait du comportement non linéaire et/ou dissipatifs (viscoélasticité, hyper-élasticité, élastoplasticité). L'approche énergétique globale permet justement de s'affranchir de cette hypothèse.

Sans conteste, Rice [2] en introduisant l'intégrale de contour dite "Intégrale J", aura inspiré une profusion de travaux dans le domaine de la rupture des matériaux présentant ce type de comportement. D'un point de vue expérimental, l'interprétation énergétique de J a conduit de nombreux auteurs à proposer des solutions pour la détermination de ce paramètre énergétique J à partir d'essais que l'on peut classer en deux grandes catégories:

-Les méthodes nécessitant plusieurs échantillons.

-Les méthodes nécessitant un seul échantillon.

Pour l'expérimentateur, il est évidemment plus économique d'accéder à la caractéristique mécanique recherchée à partir d'un nombre minimal d'essais et il aura donc tendance à privilégier les méthodes de la seconde catégorie. Cependant, il ne faut pas perdre de vue que la première catégorie est celle susceptible de fournir une référence car elle découle directement de l'équivalence entre l'intégrale et le paramètre énergétique J, ce qui permet d'accéder à la fois à la propriété critique et d'évaluer l'exactitude des autres méthodes. Dans ce chapitre sont brièvement présentés les concepts utilisés dans notre étude.

2. Bases théoriques:

2.1. Bilan Energétique – Critère de Griffith:

La propagation stable (ou-quasi-statique) d'une fissure se décrit à partir du premier principe de la thermodynamique. Celui-ci exprime la conservation de l'énergie totale d'un système isolé et, donc, pour un solide contenant une fissure, indique que l'énergie consommée dans la propagation est le résultat de la conversion du travail des forces extérieures W_{Fext} et de l'énergie élastique stockée dans le système (noté U) en énergie surfacique libre γ [7]:

$$\frac{\partial (W_{\overline{F}ext} - U)}{\partial a} \ge \gamma \cdot \frac{\partial A}{\partial a} \tag{1}$$

Relation dans la quelle ∂A est la variation de la surface associée à la croissance de longueur de fissure ∂a .

L'hypothèse de réversibilité indique que U est une énergie potentielle. Dans le cas où le système isolé est une plaque d'épaisseur B, nous avons:

$$dA = 2 \cdot B \cdot da \tag{2}$$

La relation s'écrit alors de la forme:

$$\frac{\partial (W_{\overline{F}ext} - U)}{B \cdot \partial a} \ge 2\gamma \tag{3}$$

C'est la formulation proposée par Griffith [2]. Le premier terme est conventionnellement appelé taux de restitution d'énergie et noté G.

Dans la pratique, des mesures effectuées que ce soit sur des matériaux métalliques ou encore des polymères ou des caoutchoucs, indiquent que l'énergie de rupture obtenue est beaucoup plus élevée que le terme 2γ , γ étant l'énergie par unité d'aire nécessaire pour rompre des liaisons de type Van Der Waals. Dans le cas des polymères ou des élastomères, on attribue cette divergence au fait, que pour ces structures macromoléculaires, les liaisons covalentes sont de plus forte intensité que les précédentes [8]. De plus, les enchevêtrements des chaînes jouent le rôle de liaisons supplémentaires.

Par ailleurs, pour tous les matériaux, la forte concentration de contraintes régnant en pointe de fissure induit dans cette zone des processus dissipatifs d'énergie absorbée par la propagation. En général lorsque le comportement global est élastique réversible, on fait l'hypothèse que cette dissipation d'énergie se limite aux abords immédiats de la pointe de fissure et qu'elle se produit indépendamment de la géométrie de l'échantillon et des conditions de chargement appliqué aux limites. On remplace alors le terme 2γ par G_c , l'énergie nécessaire pour accroître la fissure d'une unité de longueur englobant de ce fait et l'énergie nette nécessaire à la rupture des liaisons et celle dissipée par les différents processus cités. Le critère d'amorçage s'énonce alors [2]:

$$\frac{\partial (W_{\overline{F}ext} - U)}{B \cdot \partial a} \ge G_c \tag{4}$$

G est un paramètre énergétique accessible expérimentalement à partir de grandeurs macroscopiques mesurables et G_c est l'énergie surfacique de rupture considérée comme propriété du matériau au même titre que la ténacité K_c . Notons enfin que, en mécanique linéaire élastique de la rupture, il existe une relation entre le facteur d'intensité de contrainte *K* et *G* [9]:

$$G = \alpha \cdot \frac{K^2}{E} \tag{5}$$

Avec: = 1 en contraintes planes et $= 1 - 2^{2}$ en déformations planes

E est le module d'élasticité en traction uniaxiale du matériau considéré.

Par ailleurs, toujours en M.L.E.R. [9] dans le cas d'une plaque infinie, contenant une fissure de longueur a soumise à un champ de contraintes uniforme σ_0 , *G* peut s'écrire:

$$G = 2 \cdot \pi \cdot \frac{\sigma_0^2}{2E} \cdot a \tag{6}$$

Ou encore en introduisant la densité d'énergie de déformation W_0 :

$$G = 2 \cdot \pi \cdot W_0 \cdot a \tag{7}$$

Notons enfin que pour les échantillons utilisés en laboratoire pour la détermination de cette caractéristique, de part leur dimensions finies, il est nécessaire d'introduire une fonction dite de calibration (fonction de géométrie) pour tenir compte de l'interaction de la distribution du champ de contraintes en pointe de fissure avec les bords libres. Pour le facteur d'intensité de contrainte en mode I (mode d'ouverture), on écrit:

$$K_I = Y\left(\frac{a}{W}\right) \cdot K_{I\infty} \tag{8}$$

 $Y\left(\frac{a}{W}\right)$: est la fonction de calibration accessible pour un grand nombre de configuration dans la littérature [2].

Avec:
$$K_I = \sigma_0 \sqrt{\pi \cdot a}$$
 (9)
Qui est la solution dans le cas de la plaque infinie.

En utilisant la relation (5) on obtient:

$$G_I = 2 \cdot Y^2 \left(\frac{a}{W}\right) \cdot \pi \cdot W_0 \cdot a \tag{10}$$

On saisit tout de suite l'importance pour l'expérimentateur d'une telle écriture puisqu'elle permet d'accéder à la propriété G_c à partir d'une seule expérience conduite jusqu'à la rupture.

2.2. Intégrale de Rice – Paramètre énergétique J:

Rice a incontestablement donné un nouveau souffle à la recherche dans le domaine de la mécanique de la rupture lorsqu'il a introduit l'intégrale J en 1968. Simultanément, Cherepanov parvenait à une formule analogue. Bui proposera une formulation duale de cette intégrale [2].

Dans le cas particulier d'un problème plan, telle qu'illustrée par la figure V.1, J est défini pour un contour Γ orienté, par la relation suivante:

$$J = B \cdot \int_{\Gamma} W \cdot dx_2 - T_i \cdot \frac{du_i}{dx_i} \cdot d$$
⁽¹¹⁾



Figure V.1: Intégrale de contour

Rice a montré en outre, que cette intégrale dans le cas d'un matériau à comportement élastique (linéaire ou non) était indépendante du contour d'intégration. Dans le cas d'un comportement élasto-plastique, cette propriété ne peut être vérifiée analytiquement. Cependant celle-ci est à priori conservée dans le cas où la densité d'énergie de déformation est indépendante du trajet de chargement [7]. En particulier, cette condition semble satisfaite dans le cas d'un chargement radial. Un certain nombre d'auteur [10] ont vérifié numériquement, en utilisant la méthode des éléments finis, cette indépendance pour ce type de comportement.

Par contre, tout déchargement (même local) lui fait perdre cette propriété, indiquant de ce fait que, pour ce type de comportement, la description de la propagation de la fissure par l'intégrale *J* ne peut être envisagée [2].

Rice a ensuite établi que le résultat pouvait s'exprimer à partir de la variation d'énergie potentielle U_p entre deux corps identiques contenant des fissures de longueurs voisines:

$$J = \frac{dU_p}{dA} \tag{12}$$

Avec: dA correspond à la variation d'aire de la fissure.

Cette interprétation énergétique de J est le point de départ de toutes les méthodes expérimentales de détermination du paramètre J. En toute rigueur, il n'y a pas équivalence automatique entre l'intégrale et le paramètre énergétique J. Cela se vérifie uniquement dans le cas où les champs de déformations et contraintes sont gouvernés par l'intégrale. En fin, il est clair que la définition du paramètre J est tout à fait équivalente à celle de G si l'on se replace dans le cadre des hypothèses de la M.L.E.R [9].

2.3. Le critère d'Andrews:

Les premiers éléments de ce critère furent introduits en 1968 à partir de résultats expérimentaux sur des polymères. Andrews en 1974 expose les éléments de sa théorie généralisée sur la rupture, en faisant l'hypothèse que le taux d'énergie disponible est proportionnel à la densité d'énergie de déformation du corps non fissuré et à la longueur de fissure. Cette théorie est une extension du concept de Griffith à des matériaux ayant un comportement non linéaire ou anélastique [2].

Considérons une plaque infinie contenant une fissure de longueur 2*a* soumise à un champ de contraintes uniformes σ_q (figure V.2).

Le tenseur des contraintes en un point P de coordonnées (x1,y1) peut s'écrire sous la forme:

$$\sigma_{i,j}(P) = \sigma_g \cdot f_{ij}\left(x_1, y_1, \varepsilon_g\right) \tag{13}$$

Où: σ_g est la contrainte à la déformation globale loin du défaut.

La densité d'énergie de déformation locale W*(P) est exprimée par la relation:

$$W^{*}(P) = W_{0}^{*} \cdot f(x_{1}, y_{1}, \varepsilon_{g})$$
(14)

 W_0^* : Densité d'énergie de déformation uniforme.



Figure V.2: Plaque infinie fissurée.

En introduisant les coordonnées réduites: (X - x/a) et (Y = y/a), la variation de la densité de déformation locale due à un accroissement de la longueur de fissure est:

$$dW^*(P)/da = -(W_0^*/a) \cdot (x \cdot df/dx + y \cdot df/dy)$$
(15)

La variation totale d'énergie dans le système due à la propagation de la fissure est donnée par la relation:

$$dU/da = \sum_{P} dW^{*}(P) \cdot \delta V/da$$
⁽¹⁶⁾

Avec: (δV) élément de volume en P

$$\delta V = B \cdot \delta X \cdot \delta Y = B \cdot a^2 \cdot \delta x \cdot \delta y \quad \text{(Plaque d'épaisseur B)} \tag{17}$$

La relation (16) s'écrit alors:

$$dU/da = -B \cdot W_0^* \cdot a \int ((x \cdot df/dx) + (y \cdot df/dy)) \, dxdy \tag{18}$$

En remplaçant: $K_I(\varepsilon_g) = \int ((x \cdot df/dx) + (y \cdot df/dy)) dxdy$ (19)

Avec: (-dU/dA) est l'énergie nécessaire pour faire progresser la fissure d'une unité d'aire dA, et $K_I(\varepsilon_g)$ est une fonction explicite de ε_g et W_0^* .

La relation (19) est la première équation du critère d'Andrews. Lorsque la fissure se propage, la quantité (-dU/dA) atteint une valeur critique I_c :

$$I_{c} = -\left(-\frac{dU}{dA}\right)crit = K_{I}\left(\varepsilon_{g}\right) \cdot a \cdot W_{0}^{*}crit$$

$$\tag{20}$$

Cette valeur est égale à l'énergie surfacique de rupture. Elle représente aussi le taux de restitution d'énergie apparent, puisqu'elle prend en compte les effets de la non-linéarité par l'intermédiaire de la fonction $K_I(\varepsilon_g)$.

- Correction du critère d'Andrews:

Le critère d'Andrews a été modifié par Naït-Abdelaziz [2] en utilisant un facteur de correction qui est fonction de la géométrie de l'éprouvette. Cette correction sera utilisée dans nos calculs.

Pour une éprouvette parallélépipédique :

$$-dU/dA = K(W_0^*) \cdot W_0^* \cdot \frac{a^2}{2\pi(R-a)} \cdot \left[\frac{1}{(1-X)^2} \cdot \left((0.8 + \frac{X}{1-X}) \cdot 4\right)^{-1/2}\right]^2$$
(21)

Le critère d'Andrews est un critère de rupture énergétique global. Son originalité repose sur le fait que la ténacité est relié à la densité d'énergie de déformation uniforme critique (W_0^*) . La non-linéarité du comportement est traduite par l'intermédiaire du paramètre $K_I(W_0^*)$ qui varie entre et une valeur maximale.

La méthode developpée par Begley et Landes necessite plusieurs éprouvettes pour la determination de la valeur de la tenacite J_{IC} . En effet, pour chaque éprouvette testée, à l'amorcage de la fissure correspond à un déplacement critique dc et donc une valeur critique J_{IC} . Mais les valeurs de d_C variant d'une entaille à l'autre, il s'ensuit une dispersion plus grande sur la valeur de J_{IC} . Par contre la theorie developpée par Andrews semble donc bien adaptée pour caracteriser la rupture des materiaux non lineaire. La fonction $K(W_0)$ reflète les effets de non linearite. C'est une théorie originale pour laquelle l'energie de rupture est fonction de la densite d'energie de déformation. La méthode de détermination experimentale est analogue à l'evaluation de l'Integral J et necessite, de ce fait, plusieurs

éprouvettes [2,11].

L'inconvenient de ces théories et méthodes est l'influence du paramètre geometrique qui joue un role predominent dans le calcul de la tenacite, Justement Nait Abdelaziz [2.8] a proposé une fonction de correction qui introduit la geometrique dans le critere d'Andrews. Cette correction permet d'ajuster effectivement les droites pour l'evaluation du taux de restitution d'energie critique [10,11].

La détermination de la tenacite d'un polymere doit être abordée de preférence en utilisant le travail essentiel de rupture. Ce dernier est un critère de rupture énèrgétique global qui n'est donc pas tributaire de la geometrie utilisée. Ce critère est basé sur l'hypothèse que le travail dépensé jusqu'à rupture pour un corps fissuré U, est composé de 2 parties: un travail de rupture et un travail de déformation plastique [10].

2.4. Le critère du Travail Essentiel de rupture (Essential Work of Fracture):

Basée sur la proposition de Broberg [12,13], la zone non-élastique en fond de fissure peut être divisée en 2 parties (Figure V.3):



Figure V.3: Schéma d'une éprouvette DENT avec deux zones de dissipation d'énergie [14].

-Une zone interne appelée zone du 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 déformation 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. Cette énergie est essentielle

pour la propagation de la rupture [2,13]. Ainsi, l'énergie totale de rupture peut être divisée en deux composantes. Une première composante W_e qui caractérise la zone interne (IFPZ) et une seconde composante W_p , correspond à la zone extèrne (OPDZ):

$$W_f = W_e + W_p \tag{22}$$

où W_f est l'énergie totale de rupture, W_e est le travail essentiel de rupture dissipé dans la zone de rupture (IFPZ) et W_p est le travail non-essentiel de rupture dissipé dans la zone plastique externe (OPDZ).

Physiquement, W_e est le travail nécessaire pour créer deux nouvelles surfaces de rupture et il est consommé dans le processus de rupture. Dans le cas de rupture fragile des polyméres vitreux, W_e est utilisé pour étirer et casser des fibrilles dans la zone craquelée (Figure V.4). Dans le cas de rupture ductile des polymères, W_e est consommé pour former et casser subséquemment la zone de striction au bout de la fissure. W_p , appelé travail non-essentiel de rupture ou travail de déformation plastique, est l'énergie dissipée dans l'OPDZ, qui implique la formation des micro-cavités et des cisaillements [14].



Figure V.4: Schéma de la zone de processus de rupture au bout de la fissure dans le cas des polymère vitreux (a) et des polymères ductiles (b) [15].

L'essai EWF est souvent appliqué en conditions de contraintes planes. W_e est alors proportionnel à la longueur de ligament (*l*), alors que W_p est proportionnel à la longueur au carrée du ligament,(l^2), comme décrit dans l'équation (23) [2,8,14]:

$$W_f = W_f lB = W_e lB + \beta W_p l^2 B \tag{23}$$

$$Ou: \quad W_f = W_e + \beta W_p l \tag{24}$$

où *B* est l'épaisseur de l'échantillon, W_e est le travail essentiel spécifique de rupture et βW_p est le travail non-essentiel spécifique de rupture. Le paramètre 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 (24) prédit une relation linéaire entre le travail total spécifique de rupture, W_f , et la longueur de ligament (l). Pour obtenir W_e et βW_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 βW_p est la pente de cette ligne droite. La détermination exacte de W_p nécessite la connaissance du facteur de forme dont la valeur est reliée à la forme de la zone plastique au bout de la fissure. Mais comme change avec la géométrie de l'échantillon et la longueur initiale de la fissure, la relation, linéaire entre W_f et l, peut être obtenu si la similarité géométrique est retenu pour toutes les longueurs de ligament. De plus, comme la contrainte plastique augmente lorsque la longueur du ligament diminue, l'état de déformations planes peut arriver lorsque la longueur de ligament diminue. We peut être obtenu si le rapport entre la longueur de ligament et l'épaisseur de l'échantillon (l/B) est suffisamment important pour assurer les conditions de contrainte plane dans la zone de ligament, il est alors prouvé que We est une constante du matériau pour une épaisseur donnée. Quand le rapport (l/B) diminue, la contrainte plastique augmente et la transition entre la contrainte plane et la déformation plane peut se produire pour certains rapports (l/B). Le protocole ESIS [16] propose que la transition se produit souvent au rapport (l/B=3-5) pour les matériaux ductiles. Une relation linéaire, dans le domaine de transition, n'est pas toujours obtenue. Cependant, si l'épaisseur de l'échantillon satisfait le critère de taille généralement utilisé pour la mesure de J_{Ic} :

$$B \ge 25 \left(\frac{W_{Ie}}{\sigma_y}\right) \tag{25}$$

Les conditions de déformations planes seront atteintes avec la diminution de la longueur du ligament et le travail essentiel spécifique de rupture en déformations planes, W_{le} , peut être obtenu par l'extrapolation à l = 0.

Dans le cas des polymères, W_e peut être interprété comme le travail nécessaire pour créer deux nouvelles surfaces qui est consommé pour former une striction au bout de la fissure et amorcer subséquemment une déchirure de la striction, alors que W_p est le travail dissipé pour la plasticité. Cependant, en pratique, les auteurs attribuent différentes significations aux paramètres EWF [14]. Certains auteurs considèrent que W_e représente la ténacité ou plus précisément la ténacité à la rupture du matériau [17-19]. Pour d'autres [14,20], W_e est un indicateur de la résistance à la propagation de la fissure. En ce qui concerne le paramètre wp, il est considéré comme l'énergie de déformation plastique [14].



Figure V.5: Relation entre le travail total spécifique de rupture et la longueur de ligament [13]

Dans l'étude de Lach [21], les auteurs considèrent que W_e représente la résistance à l'amorçage de fissure, et βW_p la résistance à la propagation stable de fissure. Par ailleurs, certains auteurs considèrent que l'énergie totale de rupture soit constituée de deux contributions, correspondant à l'amorçage et à la propagation de la fissure. De ces deux paramètres, W_e apparaît comme le plus important pour la caractérisation de la rupture du matériau.

La méthode EWF est actuellement une méthode très répandue grâce à sa simplicité pour caractériser le comportement à la rupture des matériaux ductiles, en particulier des films polymères minces ductiles. Cependant, il existe en pratique certaines limitations. La première limitation, abordée dans différentes études, porte sur la détermination de la gamme de longueurs du ligament. Généralement, la longueur minimale du ligament est fixée pour éviter la transition contrainte plane/déformation plane, mais le critère retenu dans le protocole sous estime cette valeur. En outre, cette transition dépend du type du matériau. La deuxième limitation de cette méthode est liée à la condition préalable de plastification complète du ligament avant la propagation de la fissure. Il semble que cette condition ne soit pas toujours nécessaire, comme l'a montré l'étude du PET [14]. En revanche, on peut dire que la rupture doit être "suffisamment" ductile. Comme proposé dans la littérature par Martinez [22], il faut mettre en relation la faisabilité de l'essai EWF avec l'indice de ductilité du matériau. Cet indice est le rapport entre le déplacement à la rupture (lors de l'essai EWF) et la longueur du ligament.

2.5. Approche de partition d'énergie "Energy partioning apprache"

Bien que le "EWF" est déjà basé sur le concept de séparation de l'énergie (c'est à dire, la distinction entre le travail essentiel et le travail non essentiel de rupture, d'autres approches basées sur l'énergie ont été introduites. Mai et Cotterell [23] ont défini une composante liée à initiation de la fissure (observée visuellement), grâce à la quelle l'élasticité stockée dans lespécimen a été prise en compte [10].

Sur la base de la perte de force pendant la striction complète du ligament comme indiqué dans les courbes F-x, un autre partitionnement a été recommandé qui fait abstraction de la portion de l'énergie élastique [24]. Les deux concepts ci-dessus, sont acceptés dans la littérature (Figure V.6). Selon le concept "d'initiation" il est présumé que la partie élastique est libérée au cours de la suite du processus de rupture. Le traitement mathématique des deux méthodes de partitionnement d'énergie est identique (équations (26) et (27)):

$$W_{f} = W_{f,y} + W_{f,n} = (W_{e,y} + \beta W_{p,y} \cdot L) + (W_{e,n} + \beta W_{p,n} \cdot L)$$
(26)

$$W_{f} = W_{f,I} + W_{f,II} = (W_{e,I} + \beta W_{p,I} \cdot L) + (W_{e,II} + \beta W_{p,II} \cdot L)$$
(27)

Pour certains polymères, montrant une striction retardée (non-instantanée), la section de la striction peut être davantage divisée en un émoussement de la fissure et un étirement du ligament [22] (Figure V.6.c). La répartition de l'énergie comme invoqué ci-dessus avait deux

motivations: (i) suivre les paramètres EWF aux caractéristiques moléculaires du polymère correspondant, et (ii) obtenir une valeur EWF dans les conditions de déformation plane.

Récemment, un très bon papier [25] est apparut qui énumère de nombreux aspects des essais EWF (géométrie de l'éprouvette et les tests, détermination du facteur de forme, le partitionnement de l'énergie, l'extension pour le mode III déchirure, etc.)

Jar [26] a exploré trois approches pour déterminer la résistance à la rupture en déformations planes du polyéthylène de haute densité, basés sur le travail essentiel de rupture. La première approche concerne la méthode traditionelle du travail essentiel de rupture qui utilise l'énergie totale consomée lors des essais de determination du facteur d'intensité de contraintes. Les deux autres approches utilisent les principes de partitionnement de l'énergie "Energy partitioning" pour exclure l'énergie consomée lors de la dernière phase de rupture. Le second principe conciste en l'exclusion de l'énergie consomée au dernier stade de la déformation plastique. Le second approche est le mieu adapté pour la détermination de la résistance à la rupture en déformations planes des polymères ductiles comme le polyéthylène de haute densité. Dans d'autres études de Jar [27,28] sur un tube extrudé en polyéthylène-hexene de haute densité "HDPE" et des plaques de polyéthylène linéaire de basse densité "LLDPE", a confirmé que le principe du travail essentiel de rupture n'est pas applicable dans le cas de touts les matériaux.



Figure V.6: Partitionnement d'énergie

Dans ce chapitre nous allons étudier la ténacité des différentes couches d'un HDPE (100) tubulaire en utilisant l'approche globale caractérisée par le paramètre J dont la valeur critique contrôle l'initiation d'une fissure pré-existante. Nous nous intéressons principalement à la méthode de BELGEY et LANDES pour la détermination expérimentale de cette intégrale J. L'approche de partitionnement d'énergie sera aussi investiguée.

3. Procédure expérimentale:

3.1. Matériau:

Le matériau utilisé dans cette étude est un tube en HDPE-100 ayant un diameter extérieur de 200 mm et une épaisseur de 18.2 mm. Il est extrudé, pigmenté en noir, et destiné à la distribution d'eau potable (paragraphe 2 du chapitre 2).

3.2. Préparation des éprouvettes:

Afin de mesurer les ropriétés mécaniques et la ténacité dans chaque couche du tube en PE 100, les éprouvettes utilisées ont été directement extraites à partir du tube pour conserver l'histoire thermomécanique intrinsèque, en obéissant à une méthodologie de préparation reproductible et en minimisant les contraintes de contact durant l'opération automatique d'usinage. Les éprouvettes utilisées pour la caractérisation des propriétésmécanique sont des éprouvettes ASTM D638 de type 4. Celles utilisées pour l'étude de la ténacité sont des éprouvettes rectangulaires (SEN) de 3 mm d'épaisseur de 20mm de largeur et 150 mm de longueur avec des longueurs de fissures (a) différentes. Chaque éprouvette est identifiée géométriquement et spatialement dans la paroi du tube selon le cylindre initial pris comme référence et en utilisant une approche volumétrique [29].

3.3 Essais de tractions

Les éprouvettes ont été soumises à des essais de traction monotones avec une machine d'essai universelle Zwick, Type Zwicki 1120 en se basant sur les recommandations générales de ASTM D-638 (paragraphe 4.2.2 du chapitre 2). Toutes les éprouvettes (15 haltères et 75 SEN) ont été testées à la température ambiante, et à une vitesse de deformation constante V=100mm/min.

4. Résultats et discussions:

4.1. Propriétés mécaniques à travers la paroi d'un tube en polyéthylène de haute densité de grade 100:

L'analyse statistique instantanée des données des essais de traction sur les éprouvettes haltères a été réalisée sur demande pendant chaque acquisition de données suivant un programme d'essai précédemment déclaré. Cette étape a assuré le calcul des moyennes et des écarts-types pour chaque ensemble déprouvettes appartenant à une même couche et constituant la courbe moyenne contrainte-déformation.

La figure V.7 montre l'allure typique de la courbe contrainte-déformation (–) nominale en traction uniaxiale pour des éprouvettes étirées à des vitesses d'allongement constantes, les courbes sont délivrées par le rapport du logiciel TestXpert ®. Trois zones distinctive caractérisent le comportement: (a) une région élastique linéaire qui montre la deformation élastique du matériau due à la phase amorphe, du fait que le module de cette phase est beaucoup plus faible que celui de la phase cristalline, (b) une région d'étirage à froid montrant plus de 500% de déformation et (c) une déchirure ultime du matériau associée à la rupture finale. Cette courbe identifie le comportement typique des polymères semicristallins, qui sont généralement plus ductiles particulièrement entre Tg et Tm et subissent l'étirage à froid avant la rupture ultime. Les observations attentives indiquent que l'étirage à froid commence juste après le point d'écoulement et avant le point 1. Après le point 2, le durcissement plastique a lieu provoquant l'augmentation de la contrainte et les cristallites finissent par se fragmenter en une structure fibreuse fortement anisotrope alignée dans le sens d'étirement [30]



Figure V.7: Courbes contraintes-déformations d'une même couche du tube en HDPE-100(eau)

Pour les faibles déformations, l'augmentation de la force s'accompagne d'une déformation homogène, élastique et viscoélastique. L'apparition de la striction correspond au passage par un maximum de force, dont la valeur est retenue pour caractériser la contrainte d'écoulement. Le développement de l'instabilité plastique dans les polymères est très différent de celui des métaux. La striction apparaît beaucoup plut tôt en déformation. En outre, à partir d'un niveau de deformation critique, au lieu de s'amplifier jusqu'à la rupture, la striction se stabilise à l'endroit de son amorçage, et le diamètre de la section minimale ne varie pratiquement plus. Les épaules de la striction se propagent alors vers l'extrémité de l'éprouvette. La stabilisation de la striction est notamment due à une forte augmentation de la contrainte vraie avec la déformation, au-delà de la déformation critique. La déformation redevient ensuite homogène jusqu'à la rupture de l'éprouvette [31].

Afin d'étayer les variations dans la paroi du tube, la comparaison de courbes (-) correspondantes à toutes les positions moyennes montre que l'allure générale est très semblable et les <u>3 zones observées</u> sont préservées. En plus, il est remarqué qu'une tendance est établie à mesure que les courbes évoluent de la couche interne vers l'extérieur. Afin d'étudier cette variabilité, les propriétés mécaniques courantes sont calculées et enregistrées par le logiciel pour chaque couche de l'enveloppe.

Pour le module d'élasticité et la contrainte d'écoulement (Figures V.8 et V.9), il y a une diminution apparente des 2 propriétés en allant de l'intérieur vers les couches externes du tube. Dans la région s'étendant entre 34 et 65% (2ème, 3ème et 4ème couche) d'épaisseur du tube, un plateau est observé indiquant probablement une zone qui n'a pas été complètement affectée par le transfert thermique pendant l'extrusion particulièrement pour les tubes obtenus par extrusion et rapidement refroidi à l'eau à partir de la surface extèrne [32].



Figure V.8: Evolution du module d'élasticité à travers la paroi d'un tube en HDPE-100



Figure V.9: Evolution de la contrainte à l'écoulement à travers la paroi d'un tube en HDPE-100

De l'autre côté, la surface intérieure a eu suffisamment de temps pour se refroidir par convection libre. La plupart des équations prévoient une augmentation de E et de avec la cristallinité mais dans ce cas, il est impératif de souligner que le cas du cylindre est différent car un gradient de température contrôle le système thermodynamique transitoire pendant le refroidissement [33,34].

Au dessus de la température de transition vitreuse, le module de la phase amorphe caoutchoutique est 100 à 10 000 fois plus faible que celui d'un cristal [35]. C'est donc principalement la phase amorphe, considérée comme continue, qui va contribuer à la déformation élastique. Le module macroscopique du matériau sera donc directement relié à la quantité de la phase amorphe, donc au taux de cristallinité du polymère. C'est ce qui est observé expérimentalement. Un polymère semi cristallin peut être vu comme un nano-composite constitué d'une matrice, la phase amorphe, et de renforts, les cristallites. Une modélisation donc de module peut être envisagée, sur la base d'une loi des mélanges.



Figure V.10: Evolution de la contrainte nominale d'étirage à travers la paroi d'un tube en HDPE-100 (eau)

On note qu'à un taux de cristallinité constant, deux polymères identiques dans leur nature chimique ne donneront pas forcément le même module. C'est la morphologie cristalline qui peut influer sur le module par: Un effet direct de la contiguïté de la phase cristalline et un effet induit sur la phase amorphe, dont le module dépend de la densité des noeuds physiques (enchevêtrements et points d'encrage dans les cristallites) donc de l'état de confinement, et finalement de la morphologie cristalline [35]. La figure V.10 montre aussi que la contrainte nominale d'étirage à froid adopte la même allure que le module d'élasticité et la contrainte à l'écoulement, elle diminue de l'intérieur vers l'extérieur du tube, cette diminution est régie par la cristallinité élevée de la couche intérieure de la paroi.

Dans une étude antérieure Alimi [36, 37] a étudier l'évolution d'un polyéthylène tubulaire de haute densité de grade 80 et a montrer qu'il y a une bonne corrélation entre la limite d'élasticité et la déformation à l'écoulement pour deux lots d'éprouvettes prélevées dans le sens longitudinal et transversal du tube, ce qui indique que la déformation augmente de l'intérieur du tube vers l'extérieur. Pour les mesures des déformations à la rupture _f, les corrélations avec la limite d'élasticité ne sont pas toujours évidentes pour les deux lots, comme montrée dans la figure V.11.



Figure V.11: Déformation à la rupture à travers la paroi du tube en HDPE 80 [36]



Figure V.12: Evolution de la déformation à la rupture à travers la paroi d'un tube en HDPE 100

Les propriétés mécaniques sont peu affectées par la taille des sphérolites, mais plutôt par celle des lamelles cristallines. Durant la propagation de la striction, les sphérolites sont totalement détruites pour donner lieu à une structure fibrillaire. Comme le montre la partie I de la figure 13, la séparation des lamelles cristallines causée par l'application d'une contrainte présentant une composante normale favorise la création de micros vides dans la partie inter lamellaire amorphe à l'origine de la formation des craquelures [38].



Figure V.13: Etape de formulation des craquelures pour un polymère semi-cristallin [38]

Dans l'étape II, quand la contrainte a atteint une valeur critique (seuil d'écoulement) la phase cristalline se déforme et des blocs de 10 à 30 nm se détachent du cristal. La phase cristalline peut se déformer suivant plusieurs modes (maclage mécanique, transformation de phase), mais c'est le glissement cristallin qui est le mode de déformation majoritaire car il peut engendrer de grandes déformations. A cause de ce processus d'écoulement local, des défauts submicroniques de forme ellipsoïdale se créent entre les lamelles. Ces défauts ont tendance à causer une augmentation de contraintes dans leur environnement latéral, ayant pour conséquence des rubans lamellaires au cours du processus de déformation local. Ainsi la probabilité de formation de vides aussi bien que de fibrilles entre ces micro-vides est accrue. La troisième étape, le dépliement des chaînes à partir des surfaces de fracture des blocs cristallins interconnectés, conduit à l'extension complète de ces fibrilles. La figure V.14 (d) montre le phénomène d'alignement des blocs selon la direction détirage. Par conséquent, la formation de la craquelure (schématisée figure V.15) est un phénomène de cavitation, au cours duquel le matériau passe d'une structure sphérolitique à une structure de fibrilles fortement étirées et entourées de nombreux vides. Le développement des ces craquelures, dans les plans perpendiculaires à l'axe de sollicitation, se fait par extraction de la matière à partir des surfaces et par extension des vides entre les fibrilles au fur et à mesure que la contrainte interne augmente.



Figure V.14: Déformation dans les zones diagonales des sphérolites: (a) état non déformé,(b) extension de la phase amorphe, (c) fragmentation des lamelles cristallines, (d) alignement des fragments selon la direction d'étirage [38]



Figure V.15: Microstructure d'une craquelure [38]

La rupture des matériaux semi cristallins, intervient par création d'une fissure au sein de la craquelure, par rupture des fibrilles, une fois que celles-ci ont atteint leur étirabilité maximale. Les causes de rupture des fibrilles dans le polyéthylène sont un sujet de controverse car deux approches s'opposent. La première suppose une rupture par reptation des chaînes à savoir glissement et désenchevêtrement des molécules repliées. La seconde considère la rupture des chaînes enchevêtrées présentes dans les fibrilles. La controverse tient au fait qu'il y a une forte analogie entre la rupture inter-lamellaire et le craquelage des polymères vitreux. En effet, pour des températures proches de T (température de transition

vitreuse) et des masses proches de la masse critique, les fibrilles peuvent rompre par glissement de chaîne dans les matériaux à l'état vitreux [30].

Dans une étude de J. Eiber [36], où il a testé des éprouvettes enlevées dans la couche intérieure, moyenne et, extérieure du tube en MDPE par des essais de traction et de diffraction par les rayons X. Il a trouvé que les éprouvettes de la couche intérieure ont des modules d'élasticité, des résistances au seuil d'écoulement et des taux de cristallinité plus élevés que ceux des autres couches, notamment la couche extérieure.

Lorsque le tube sort de la filière d'extrudeuse, il est encore dans un état visqueux et il faut le refroidir. Ceci est obtenu par passage dans un calibreur. Puisque la surface extérieure du tube est en contact avec la surface intérieure refroidie de l'alésage du calibreur, elle se refroidit plus vite que la surface intérieure du tube; et par conséquent le développement des zones cristallisées du PE a le temps suffisant dans cette surface [39].

Le Tableau V.1 regroupe les résultats typiques des modules d'élasticité de 3 couches du tube en MDPE [37], Ceux de l'étude [37] pour un HDPE-80 tubulaire et les resultats de notre étude pour un HDPE-100.

	Module d'élasticité (MPa)			
Couches\Matériaux	PEMD [37]	HDPE-80 [37]	HDPE-100	
			(notre étude)	
Interieure	796.5	822,07	926	
Moyenne	789.6	739.12	789	
Extérieure	777.9	615.47	699	

Tableau V.1: Module d'élasticité de trois couches des tubes en polyéthylène

Kiass [29] a mesurer le taux de cristallinité à travers la paroi d'un tube en polyéthylène de haute densité HDPE-80 destiné au transport du gaz naturel, et a établi la corrélation entre ses propriétés mécaniques et les résultats obtenus. Les tests DSC (Differential Scanning Calorimetry) réalisés indiquent que le taux de cristallinité augmente en allant de la couche externe vers l'intérieur du tube. Cette variation est attribuée au mode de refroidissement subit par ces tubes. Les contraintes et le module d'élasticité montrent de très bonnes corrélations avec le taux de cristallinité.

Dans l'étude faite par Mendoza [39], sur des polyoléfines injectées, les conclusions suivantes ont été tirées: L'écart important de conductivité entre le moule et le polymère va engendrer une couche qui va se solidifier pendant le remplissage sous fort cisaillement et sous un gradient thermique important. Cette couche qui présente les plus hauts niveaux d'orientation moléculaire, est constituée d'entités cristallines allant du sphérolite très anisotrope de l'ordre du micromètre pour des échantillons injectés de 3mm, au shish-kebab de dimension inférieure à 200nm pour les échantillons de 1mm. Les variations de la vitesse d'injection dans une gamme couramment utilisée changent logiquement l'épaisseur de cette couche, mais paradoxalement, ne modifient pas sensiblement le maximum d'orientation moléculaire. Ainsi l'épaisseur de la pièce est donc le paramètre ayant le plus d'influence sur l'anisotropie structurale des polymères semi-cristallins moulés par injection pour deux raisons : premièrement la couche solidifiée pendant le remplissage, qui possède en général une épaisseur de 0.15 à 0.3mm, représente plus de 50% des pièces de faible épaisseur, deuxièmement, l'épaisseur, qui impose la vitesse de refroidissement, semble gouverner la relaxation du polymère qui sera réduite pour les épaisseurs faibles. On comprend alors l'influence que peut avoir la masse molaire.

Cependant, malgré une très forte croissance des lamelles dans la direction perpendiculaire à l'écoulement dans la couche solidifiée pendant le remplissage, l'orientation des chaînes dans cette même direction reste modérée à cause des structures cristallines particulières aux polyoléfines : la cristallisation secondaire dans le PP génère une croissance épitaxiale de lamelles filles sur les lamelles principales créant une orientation moléculaire bimodale ; quant au PE, les structures cristallines, des sphérolites aux kebabs, sont constituées de lamelles torsadées sauf dans le cas de très fortes contraintes de cisaillement et de gradient thermique élevé où apparaissent des shish-kebabs à lamelles droites de type Keller-Machin II, autrement dit pour des HDPE de masse molaire élevée moulés par injection en faible épaisseur. La couche de peau qui est la couche solidifiée au contact du moule possède une épaisseur d'une cinquantaine de microns. Bien que cette couche ait une influence négligeable sur les propriétés mécaniques ou dimensionnelles des pièces injectées, elle revêt une importance pour les traitements de surface, les dépôts de peinture ou pour les aspects de vieillissement. Hélas, la morphologie des premiers microns n'a pu être déterminée par les moyens de caractérisation utilisés. Avec la même technique SAXS et WAXS combinée, un microfaisceau X d'une taille inférieure à 5µm permettrait sans doute d'apporter les premières réponses. En ce qui concerne les lamelles, leur épaisseur est logiquement gouvernée par l'épaisseur de l'échantillon qui impose la vitesse de refroidissement donc le phénomène de diffusion lors de la croissance cristalline. Cependant, l'effet du cisaillement se fait sentir pour le PP où l'épaisseur des lamelles présente un maximum dans la couche solidifiée pendant le remplissage. Dans les différentes entités cristallines, la croissance des lamelles qui est majoritairement perpendiculaire à la direction de l'écoulement est plutôt normale au plan de cisaillement pour les sphérolites et transverse pour les kebabs sans doute à cause du fort gradient thermique.

4.2. Détermination expérimentale du paramètre énergétique J à travers la paroi du tube en polyéthylène de haute densité de grade 100:

4.2.1 Méthode de Begley et Landes:

Avec l'hypothèse de réversibilité, la variation d'énergie potentielle peut être définie alternativement, soit à partir de l'énergie de déformation U (énergie absorbée) à déplacement d constant, soit en utilisant l'énergie complémentaire U* à charge P constante.

$$J = -\frac{dU}{dA}\Big|_{d=constante}$$
(28)

Ou:

$$J = -\frac{dU_*}{dA}|_{P=constante}$$
(29)

L'interprétation énergétique de l'intégrale a conduit Begley et Landes [2] à proposer la première méthode expérimentale d'évaluation du paramètre J. Elle nécessite l'utilisation de plusieurs échanllions identiques contenant des fissures de différentes longueurs.

On cherche à exprimer le paramètre J à partir de l'énergie dépensée (aire sous la courbe charge déplacement):

$$J = \eta \cdot \frac{U}{B \cdot (w-a)} \tag{30}$$

Avec:

et un facteur de proportionalité défini par:

(31)

$\eta = \frac{\partial \ln(U)}{\partial \ln(w-a)}$

B: épaisseur de l'éprouvette;

W: largeur de l'éprouvette;

w-a: taille du ligament.

Bien entendu, le facteur de proportionnalité est une fonction explicite de la longueur de fissure normalisée a/w. Cependant, ce facteur peut aussi dépendre du niveau de chargement. Dans le cas des matériaux à comportement élastoplastique, on exprime le paramètre J sous la forme additive d'une composante élastique J_{el} et d'une composante plastique J_{pl} [2,10]:

$$J = J_{el} + J_{pl} \tag{32}$$

Ou encore:

$$J = \eta_{el} \cdot \frac{U_{el}}{B \cdot (w-a)} + \eta_{pl} \cdot \frac{U_{pl}}{B \cdot (w-a)}$$
(33)

Le facteur η_{el} peut se déterminer peut se déterminer à partir d'une méthode de complaisance ou à partir des fonctions de calibration $Y\left(\frac{a}{w}\right)$ de la MLER:

$$\eta_{el} = (w-a) \cdot \frac{Y^2(a/w) \cdot a}{\int Y^2(a/w) \cdot a \, da}$$
(34)

Pour le facteur η_{pl} il est nécessaire de connaitre la formulation de la charge limite [24] ou peut se calculer à partir de fonctions clés [29], dans l'hypothèse où la charge se met sous une forme séparable multiplicative d'une fonction de composante plastique du déplacement et d'une fonction de la longueur de fissure:

$$P = H(U_{pl}) \cdot G(a/w) \tag{35}$$

La figure V.16 présente une courbe force – déplacement typique du polyéthylène à haute densité. La forme de cette courbe confirme une rupture ductile pour le film polyéthylène avec à priori une plastification du ligament.



Figure V.16: Processus de déformation des éprouvettes en HDPE-100 de type SEN

L'observation des éprouvettes pendant l'essai a indiqué la séquence des événements successifs: (i) l'ouverture et l'émoussement des extrémités initiales de la fissure (Figure V.16a), (ii) la formation de la zone plastifiée à chaque bout de fissure (la zone blanche) (Figure 16b), (iii) la plastification complète de la longueur du ligament (Figure V.16.c), (iv) le cisaillement ductile du ligament (Figure V.16.d) et enfin (v) l'endommagement entier de l'éprouvette testée (Figure V.16e). On observe que la force maximale correspond toujours à la plastification complète de la section du ligament (elle atteint le maximum lorsque les deux zones plastifiées se rejoignent au milieu du ligament). Après la plastification du ligament, la striction de sa section entraîne une chute brusque de la force. Cette chute de force est suffisante pour cisailler toute la section du ligament. Ainsi, la condition requise que la plastification du ligament soit complète est toujours satisfaite.

Les mesures, à déplacement constant, sur les enregistrements force-déplacement (Figure V.17), des énergies par unité d'épaisseur sont reportées en fonction de la longueur de

fissure, pour plusieurs valeurs du déplacement d pour la couche externe du tube en HDPE-100 (figure V.18). A déplacement constant, on ajuste ensuite l'évolution de U en fonction de a par une fonction de lissage comme indiqué schématiquement sur la figure V.18. Cette étape, est sans aucun doute la plus délicate, car le choix de la fonction de lissage est arbitraire mais n'est pas sans influence sur le resultat final. En effet, l'évolution de J en fonction des déplacements est déduite directement par dérivation de la fonction utilisée pour l'approximation (Figures V.19). Finalement, l'énergie surfacique de rupture J_c du matériau considéré, c'est-à-dire la valeur de J à l'amorçage de la fissure étant celle correspondant au déplacement critique mesuré. Les étapes précédentes ont été reproduites pour le calcul de J_{IC} pour les quatre autres couches du tube.

On remarquera que le choix d'une regression linéaire conduirait à une courbe *J-d* unique quelque soit la longueur de fissure considérée. En fait, dans la plupart des cas une telle approximation s'avère d'une part, inapte à représenter correctement l'évolution des points expérimentaux [11] et d'autre part, impliquerait, dans l'hypothèse où J_c est bien la caractéristique régissant l'amorçage, que celui-ci se produirait invariablement pour la même valeur du déplacement, indépendamment de la longueur de fissure. Nait Abbdelaziz a souligné l'influence de ce choix sur la détermination finale de J_c dans une étude sur la rupture de propergols solides composites [2] en comparant deux types de lissage: l'un linéaire l'autre exponentiel. Les résultats mettent en évidence une nette diminution de la dispersion des valeurs de J_c (20% à 6%) lorsque l'on privilégie un lissage exponentiel.



Figure V.17: Diagrammes force-Déplacement de la couche externe du tube



Figure V.18: Energie par unité d'épaisseur pour la couche externe du tube



Figure V.19: J en fonction des déplacements pour la couche externe du tube

Les valeurs des J_{IC} des cinq couches du tube sont regroupées dans le tableau V.2.

Couche	Externe I	Intermédiaire	Moyenne III	Intermédiaire	Interne V
		II		IV	
J_{IC} (J/m ²)	37.94	41.8	44.32	49.15	49.29

La valeur de J_{IC} pour la couche interne du tube est la plus éleves. En effet, cette dernière est la plus cristalline ce qui la rend plus tenace que les autres couches.

4.2.2 Méthode de partitionnement de l'énergie:

Comme le critère du travail essential de rupture n'est pas applicable pour le HDPE en déformation plane (notre cas d'étude) nous avons choisie de comparer les resultants precedents en faisant appelle à l'approche utilisant les principes de partitionnement de l'énergie "Energy partitioning" pour exclure l'énergie consomée lors de la dernière phase de rupturne. Elle conciste aussi en l'exclusion de l'énergie consomée au dernier stade de la déformation plastique. Cette approche est la mieu adaptée pour la détermination de la résistance à la rupture en déformations planes des polymères ductiles comme le polyéthylène de haute densité [26]. Les valeurs des energies, obtenues par le critère de partitionnement de l'énergie, sont groupées dans le tableau V.3.

Tableau V.3: Valeurs du W_e pour chaque couche du tube en HDPE-100

Couche	Externe I	Ext-Moy II	Moyenne III	Moy-Int IV	Interne V
$W_e (J/m^2)$	20.19	28.31	34.40	41.20	43.30

Les valeurs du tableau V.3 confirments les resultants de la methods Begley et Landes. La couche interne est la plus tenace et résiste mieux à la rupture.

5. Conclusion:

Cette étude a permis d'étudier la distribution des propriétés mécaniques à travers la paroi du tube en HDPE -100 (eau). Une approche expérimentale est mise en œuvre pour déterminer les différences locales. Il est constaté que les propriétés représentant des contraintes augmentent de l'extérieur vers des couches intérieures. Ceci est expliqué par l'évolution de la cristallinité puisque le processus de fabrication implique un refroidissement différentiel et aussi une génération de contraintes résiduelles. En termes de déformations, les

tendances ne sont pas tout à fait évidentes. D'autre part, la relation entre la contrainte d'écoulement et le module d'élasticité est caractérisée par une forte corrélation linéaire croissante. La variation des propriétés mécaniques à travers la paroi reflète la complexité de la hiérarchie structurelle dans le HDPE-100(eau) et contribue à la compréhension de son comportement à long terme.

La méthode de Begley et Landes et la méthode de partionnement de l'énergie ont permis de conclure que la couche interne du tube est la plus tenace.

6. Bibliographie:

- Lhuillier J.N., Gonard R., Gossand D., Hinnen A., Langlois G., Lebois J., Schaeffer B., Tenue mécanique et fiabilité des chargements a propergol solide, Sciences et techniques de l'armement, 1978.
- Naït Abdelaziz M., Contribution à l'étude de la déchirure des matériaux par approche globale et approche locale de la mécanique de la rupture, mémoire d'habilitation à diriger des recherches, Université des sciences et technologies de Lile 1997.
- Semidor-Signoret B., Comportement de hauts polymères à grandes vitesses de déformation: identification d'effets non linéaire, Thèse d'état Sciences physiques, Université Bordeaux I, 1981.
- 4. Costin L.S., Duffy J., Freund L.B., Fracture initiation in metals under stress wave loading conditions, Fracture and Crack arrest, ASTM STP 627, p: 301-318 (1976).
- 5. Kolsky H., An investigation of the mechanical properties at high rates of loading, Proc. Phys. Soc., p: 676-700 (1949).
- Skalak R., Longitudinal impact of a semi-infinite circular elastic bar, J. Appl. Mech., 24, p:59 (1957).
- 7. Naït Abdelaziz M., Ténacité dynamique d'un propergol solide composite, thèse de doctorat, INPL Nancy, (1985).
- 8. Lemaignan C., La rupture des matériaux, EDP Sciences, France 2003.
- 9. Engerand J.L, Mécanique de la rupture, Techniques de l'Ingénieur, b5060.

- Bàrànya T., Czigànya T., Karger-Kocsisa J., Application of the essential work of fracture (EWF) concept for polymers, related blends and composites: A review, Progress in Polymer Science 35 (2010) 1257–1287.
- Dekiouk R., Étude de l'influence de la vitesse de déf'ormation sur la dimension fractale et sur la ténacité d'un Polycarbonate, Thèse de doctorat, Université de METZ - E.N.I.M. 1997.
- 12. Broberg K. B Critical review of some theories in fracture mechanics International Journal of Fracture, 1968, 4, 1, p. 9-11.
- 13. Baer E., HILTNER A., and KEITH H. D. Hierarchical structure in polymeric materials
 Science, 1987, 235, p.1015–1022,.
- 14. Hong-Nga Vu, Etude des relations microstructure-propriétés de polymères semicristallins par la méthode "Essential Work of Fracture", Thèse de doctorat, Lyon 2009.
- 15.Wu J., Mai Y. W. The essential fracture work concept for toughness measurement of ductile polymers – Polymer Engineering and Science, 1996, 36, 18, p. 2275–2288.
- 16. Clutton E. Fracture mechanics testing methods for polymers, adhesives and composites – In: Moore D. R., Pavan A., Williams J. G., Eds; ESIS 28, Elservier Science, Oxford, UK (2001), p. 177–195.
- Godshall D., Wilkes G., Krishnaswamy R. K., and Sukhadi A. M. Processingstructureproperty investigation of blown HDPE films containing both machine and transverse direction oriented lamellar stacks - Polymer, 2003, 44, p. 5397–5406.
- Greener J., Tsou A. H. and Blanton T. N. Physical and microstructural effects of heat setting in polyesters films – Polymer Engineering and Science, 1999, 39, 12, p. 2403-2418.
- Hubert L. Propriétés physiques et mécaniques du polyéthylène pour application tube en relation avec l'architecture molécule – Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2001.
- 20. Ray S.S. and Okamoto M. Polymer/layered silicate nanocomposites: a review from preparation to processing Progress in polymer science, 2003, 28, p. 1539-1641.
- Lach R., Adhikari R., Weidisch R., Huy T. A., Michler G. H., Grellmann W., Knoll K., Crack toughness behavior of binary polystyrenebutadiene block copolymer blends – Journal of Materials Science, 2004, 39, p. 1283-1295.

- 22. Martinez AB, Gamez-Perez J, Sanchez-Soto M, Velasco JI, Santana OO, Maspoch ML. The essential work of fracture (EWF) method –analyzing the post-yielding fracture mechanics of polymers. Eng Fail Anal 2009;16:2604–17.
- 23. Mai YW, Cotterell B. On the essential work of ductile fracture in polymers. Int J Fracture 1986;32:105–25.
- 24. Karger-Kocsis J. For what kind of polymer is the toughness assessment by the essential work concept straightforward? Polym Bull 1996;37:119–26.
- 25. BAFNA A. A. Polyethylen-clay nanocomposites: Processing Structure Property relationship Thesis, University of Cincinnati, USA, 2001.
- 26. Kwon H.J., Jar P.-Y.B., New energy partitioning approach to the measurement of planestrain fracture toughness of high-density polyethylene based on the concept of essential work of fracture, Engineering Fracture Mechanics 74 (2007) 2471–2480.
- Jar P.-Y.B., Adianto R., Muhammad S., A mechanistic approach for determining planestress fracture toughness of polyethylene, Engineering Fracture Mechanics 77 (2010) 2881–2895.
- 28. Jar P.-Y.B., Cao W., A deformation-mechanism-based energy partitioning approach for measurement of plane-stress fracture toughness of low-density polyethylene, Engineering Fracture Mechanics (2012).
- 29. Kiass N., Nouvelle approche expérimentale de la variabilité des propriétés mécaniques des tubes HDPE-80, Thèse de Doctorat, Annaba 2005.
- 30. Cazenave J., Sur le compromise rigidité/durabilité du Polyéthylène Haute Densité en relation avec la structure de chaîne, la microstructure et la topologie moléculaire issues de la cristallisation, Thèse, école doctorale de matériaux de Lyon, mai 2005.
- 31. ARIEBY R., Caractérisation mécanique et modélisation thermodynamique du comportement anisotrope du polyéthylène à haute densité. Intégration des effets d'endommagement, Nancy 2007.
- 32. Kiass N., Chaoui N., Revue Synthèse des Sciences et de la Technologie, Université de Annaba, 11, 25 2002.
- 33. Schultz J. M., Polymer Materials Science, Prentice-Hall International Series, New Jersey, Chap. 11, 1974.

- 34. Luckey S. G., Henslaw J. M., Dewan C., Eltanany G. M., Teers D., Analysis of a blow molded HDPE bottle that failed by brittle fracture, Engineering failure Analysis, 8, 361-370, 2001.
- 35. FERHOUM R., Etude Expérimentale et Modélisation Numérique du comportement mécanique du PEHD à l'état vierge et après vieillissement thermique, Thèse de doctorat, Algérie 2006.
- 36. Alimi L., Ghabeche W., Chaoui W. et Chaoui K., Étude des propriétés mécaniques à travers la paroi d'un tube HDPE-80 extrudé destine à la distribution du gaz naturel, Matériaux & Techniques 100, 79–86 (2012).
- 37. Alimi L., Comportement mécanique et rupture du HDPE sous environnements contrôlés, thèse de magister, Annaba 2007.
- Friedrich K., Crazes and shear bands in semi-crystalline thermoplastics, Advances in Polymer Science, 52-53, 225-274, 1983.
- 39. Mendoza R., Morphologies induites dans les pieces en polyolefine moulées par injection, Paris 2005.

Chapitre VI:

Détermination de la résilience d'un HDPE tubulaire

Nomenclature:

LEFM: mécanique linéaire élastique de rupture;

G_C: résistance à la rupture au choc (ou le taux de restitution de l'énergie critique);

U: est l'énergie restituée à l'initiation de la fissure;

B: épaisseur de l'échantillon (considérée uniforme);

W: est la largeur de l'échantillon dans la direction de la propagation de la fissure;

: est un facteur de correction géométrique relié à la fonction de complaisance;

SEN(B): spécimen à une entaille latérale pour flexion;

K: facteur d'intensité de contraintes;

1. Introduction:

L'utilisation ascendante des matériaux polymères dans les applications d'ingénierie exige de nouvelles méthodologies afin d'évaluer la capacité des matériaux à résister à des charges de services. Les essais d'impact sont largement utilisés pour caractériser la résistance à la rupture des matériaux car ils tentent de simuler les conditions de charge les plus sévères auxquelles un matériau peut être soumis.

Même si l'impact n'est pas la plus probable des menaces en service, il est considéré comme l'imposition des conditions les plus critiques et décisives sur le matériau. Les essais de choc instrumentés sont d'une importance pratique considérable, car ils permettent d'évaluer la ténacité des matériaux dans les conditions les plus critiques, compte tenu des taux de déformation élevées et la présence d'encoches [1,2].

L'utilisation de la mécanique de la rupture pour analyser ces essais a grandement amélioré leur utilité et, avec disponibilité récente de bon matériel d'enregistrement à haute vitesse, il ya eu beaucoup de progrès. L'analyse de la résistance aux chocs des pièces en polymères semi-cristallins obtenues par injection et / ou extrusion tels que le polyéthylène, présente une difficulté supplémentaire, dû à l'interaction entre l'orientation et la cristallisation conduisant à une morphologie anisotrope complexe. Cette microstructure détermine, dans une large mesure, la rupture et les propriétés finales de la pièce moulée.

185

La compréhension de la relation complexe entre la résistance à l'impact, le traitement, et / ou les paramètres moléculaires exige qu'une attention particulière sera dirigée vers la mesure de l'impact lui-même [3,4]. En Europe, la méthode d'essai de choc le plus couramment utilisé est l'essai Charpy en flexion à trois points sur des spécimens entaillés.

Plus spécifiquement, la résistance au choc des pièces de formes cylindriques comme les récipients sous pression [5], Les protecteurs de filets [6] et les canalisations sous pression de distribution de gaz combustible et de l'eau [7-11] peuvent être très importantes d'un point de vue pratique.

Comme expliqué ci-dessus, puisque le traitement peut influencer de manière significative la performance finale, les essais sur les matériaux doivent être effectués sur des échantillons ayant le même historique. Dans ce sens, l'essai pour la détermination de la résilience peut être parfois assez difficile, car il n'est pas toujours possible d'obtenir des échantillons de référence à partir d'échantillons cylindriques. Pour cette raison des échantillons de flexion en forme d'arc peuvent être très utiles [10,12-14]. Dans l'étude [1] Niglia a présenté une extension de la méthodologie 17281 norme ISO / DIS [15,16] pour la détermination de la résilience radiale du polyéthylène (HDPE) obtenu par injection en utilisant des échantillons en forme d'arc.

2. Bases théoriques:

Pour les métaux le module élastique E varie peu avec le taux de déformation, alors la ténacité G ou K peut être calculé sans difficulté [16]. D'autre part les polymères, cette considération n'est pas la même car E varie avec le taux de déformation et en particulier le module de flexion [17]. La méthodologie de G_{IC} est largement utilisée pour les matériaux linéaire élastiques aux environ de 1m/s [15,18-20] car elle est peu affecter par les bien erreurs dynamiques et s'adapte bien aux matériaux fragiles comme certains polymères où l'initiation de fissure est rapidement suivie par l'instabilité [19].

Selon le concept de la mécanique linéaire élastique de rupture (LEFM) la résistance à la rupture au choc (ou le taux de restitution de l'énergie critique) G_C est donné par:

$$G_C = \frac{U}{BW\phi(a/W)} \tag{1}$$

Où: U est l'énergie restituée à l'initiation de la fissure,

B est l'épaisseur de l'échantillon (considérée uniforme),

W est la largeur de l'échantillon dans la direction de la propagation de la fissure,

est un facteur de correction géométrique relié à la fonction de complaisance par la relation (2):

$$\phi = \frac{c}{dc/d(\frac{a}{W})} \tag{2}$$

Il est donc claire que la valeur de G_c dépend de l'exactitude de la fonction $\emptyset(a/W)$. Pour des spécimens SEN(B), les valeurs de $\emptyset(a/W)$ ont été évaluées pour différentes géométries dans la norme ISO 17281 [2].

Les procédés de fabrications des tubes sont susceptibles de changer les propriétés de ces derniers et leurs propriétés sont différentes de celles obtenues par des spécimens parallélépipédiques découpées s à partir des plaques obtenues par compression [21,22]. Il est donc nécessaire d'utiliser des spécimens découpés directement à partir du tube sous forme d'arc.

Dans l'étude [1] Niglia a établi une expression pour le facteur de correction géométrique Ø en combinant la fonction de calibration obtenue de la norme ASTM 399-90 avec les résultats de la complaisance obtenus par la méthode des éléments finis (FE). La même procédure est faite par Nezbedova [23,24] pour étudier des tubes multicouches. Ozbek [2] a établi une étude sur une large gamme des tubes en polymères.

Selon le concept de la mécanique linéaire élastique de rupture (LEFM) la géométrie des échantillons est très déterminante sur les résultats obtenus. Le facteur d'intensité de contraintes de Irwin pour une longueur de fissure a, dépend de la charge appliquée, du paramètre dimensionnel Y et de la géométrie de l'échantillon.

$$K = Y \sigma \sqrt{a} \tag{3}$$

Pour une géométrie 2D (Deux dimensions) de l'échantillon et pour une épaisseur constante *B*, la contrainte appliquée est donnée par :

$$\sigma = P/BX \tag{4}$$

Où: X: les dimensions planes suitées.

Le taux de restitution de l'énergie est donné par la relation de Irwin-Kies:

$$G = \frac{1}{2} P^2 \frac{dC}{dA} \tag{5}$$

La géométrie de l'échantillon détermine la fonction de complaisance C(a).

K et G sont liés par la relation:

$$K^2 = E'G \tag{6}$$

Où: E'=E sous contraintes planes et E'= $E/(1-^2)$ sous déformations planes et est le coefficient de Poisson.

A partir des relations (3) et (6), on peut écrire:

$$E\frac{P^2}{2B}\frac{dC}{da} = Y^2\sigma^2a\tag{7}$$

Pour un échantillon en forme d'arc (arc-shaped) SEN (Single Edge Notched spécimen) sollicité en flexion à 3 points, la norme ASTM E 39 9-90 décrit le facteur d'intensité de contraintes K en terme de deux fonctions géométriques, h(a/W) et f(a/W).

On peut donc écrire la relation:

$$K = \frac{PS}{BW^{3/2}} \left[1 + (1-r)h\left(\frac{a}{W}\right) \right] f\left(\frac{a}{W}\right)$$
(8)

Où: r est le rapport entre le diamètre interne et le diamètre externe du tube. Des équations (6) et (8):

$$Y = \frac{2}{3} \left(\frac{a}{W}\right)^{-1/2} \left[1 + (1-r)h\left(\frac{a}{W}\right) \right] f\left(\frac{a}{W}\right)$$
(9)

Cette relation est utilisée pour calculer la complaisance (équation 10) et la fonction à partir de l'équation (2):

$$C = \frac{2}{BE'} \left(\frac{a}{W}\right)^{-\frac{1}{2}} \left[1 + (1-r)h\left(\frac{a}{W}\right)\right] f\left(\frac{a}{W}\right)$$
(10)

3. Procédure expérimentale:

3.1 Matériau:
Les échantillons de cette étude sont découpés à partir d'un tube en HDPE de grade 100, de diamètre extérieur 200mm et ayant un SDR 16, destiné au transport d'eau potable décrit dans le chapitre II.

3.2 Echantillons:

Deux lots de spécimens ont été préparés. Le premier lot contient des éprouvettes appartenant à la couche médiane du tube (obtenue par alésage et chariotage) et ayant les mêmes dimensions. Ces spécimens sont uniformément répartis dans la longueur du tube et dans le sens radial (figure VI.1).

Les spécimens sont découpés selon les formes et dimensions prescrites par la norme ASTM E 399-90 [3,25]. Les dimensions des éprouvettes et les conditions d'essais sont représentés dans le chapitre 2.



a) Sens longitudinal



b) Sens radiale

Figure VI.1: Disposition des arcs dans le tube

Un deuxième lot de spécimen est également découpé sur le même tube en variant cette fois les épaisseurs des spécimens pour mesurer la résilience du matériau à chaque couche du tube (figure VI.2).



Figure VI.2: Spécimens du lot 2

4. Résultats et discussions:

4.1 **Evolution de la résilience à travers un tube en HDPE-100:**

Pour des spécimens en forme d'arc extraits à partir d'un tube (notre cas d'étude) Niglia [1] a présenté les relations permettant de calculer les fonctions f(a/W) et h(a/W):

$$f_1\left(\frac{a}{W}\right) = \frac{0.677 + 1.087\left(\frac{a}{W}\right) - 1.43\left(\frac{a}{W}\right)^2 + 0.669\left(\frac{a}{W}\right)^3}{(1 - a/W)^{3/2}}$$
(11)

$$h_1(a/W) = 0.29 - 0.66(a/W)(a/W) + 0.37(a/W)^2$$
(12)

Ces relations sont valides pour un pourcentage d'erreur $\pm 1\%$ pour 0.2 < a/W < 1. La constante géométrique est prise comme pour le cas des éprouvettes SE(B) [20]: =3S/2W.

On peut donc obtenir l'expression de la complaisance comme suit:

$$C' = (-52.488 + 10.08r + 1.031r^{2})x + (2.822 - 10.656r)x^{2} + 6.008rx^{3} + (-14.832 + 11.88r)x^{4} + (-64.224 + 26.064r - 0.202r^{2})\ln(1 - x) - \frac{(19.44 - 5.059r)}{(1 - x)} + \frac{15.84}{(1 - x)^{2}}$$
(13)

Où: x=a/W et r=r1/r2. La relation (13) est valide à 99% [1].

Anneaux	Arc	E(mm)	W(mm)	a(mm)	B(mm)	r1/r2	<i>C</i> ′	$C_0(r)$	dC'/dx	Φ
Ι	1	11.2	10.3	2	8.2	0.77	5.92	9.20	46.03	0.33
	2	11.2	10.3	2	8.23	0.77	5.92	9.20	46.03	0.33
	3	11.2	10.6	2	8.25	0.77	5.67	9.20	44.78	0.33
	4	11.2	10.1	2	8.39	0.77	6.10	9.20	46.93	0.33
	5	11.2	10.7	2	8.24	0.77	5.59	9.20	44.38	0.33
II	1	11.2	10.3	2	8.11	0.77	5.92	9.20	46.03	0.33
	2	11.2	10.6	2	8.26	0.77	5.67	9.20	44.78	0.33
	3	11.2	10.1	2	8.13	0.77	6.10	9.20	46.93	0.33
	4	11.2	10.7	2	8.26	0.77	5.59	9.20	44.38	0.33
	5	11.2	10.2	2	8.22	0.77	6.01	9.20	46.47	0.33
III	1	11.2	10.3	2	8.14	0.77	5.92	9.20	46.03	0.33
	2	11.2	9.6	2	8.25	0.77	6.59	9.20	49.42	0.32
	3	11.2	10.1	2	8.00	0.77	6.10	9.20	46.93	0.33
	4	11.2	10.3	2	8.21	0.77	5.92	9.20	46.03	0.33
	5	11.2	9.6	2	8.25	0.77	6.59	9.20	49.42	0.32
IV	1	11.2	10.1	2	8.32	0.77	6.10	9.20	46.93	0.33
	2	11.2	10.7	2	8.89	0.77	5.59	9.20	44.38	0.33
	3	11.2	10.1	2	8.25	0.77	6.10	9.20	46.93	0.33
	4	11.2	10.7	2	8.20	0.77	5.59	9.20	44.38	0.33
	5	11.2	10.5	2	8.22	0.77	5.75	9.20	45.18	0.33
V	1	11.2	10.4	2	8.23	0.77	5.83	9.20	45.60	0.33
	2	11.2	10.3	2	8.25	0.77	5.92	9.20	46.03	0.33
	3	11.2	9.6	2	8.2	0.77	6.59	9.20	49.42	0.32
	4	11.2	10.1	2	8.33	0.77	6.10	9.20	46.93	0.33
	5	11.2	10.7	2	8.24	0.77	5.59	9.20	44.38	0.33
VI	1	11.2	10.4	2	7.75	0.77	5.83	9.20	45.60	0.33
	2	11.2	10.7	2	8.02	0.77	5.59	9.20	44.38	0.33
	3	11.2	10.1	2	8.12	0.77	6.10	9.20	46.93	0.33
	4	11.2	8.2	2	8.13	0.77	8.49	9.20	59.07	0.30
	5	11.2	10.1	2	7.86	0.77	6.10	9.20	46.93	0.33

Tableau	VI.1 :	Facteurs	de	correction	d'én	ergie	des	échant	illo	ons
---------	---------------	----------	----	------------	------	-------	-----	--------	------	-----

Les valeurs de B/W et S/W sont constantes (figure 26 chapitre 2) et C_0 est fonction de r1/r2. Pour 0.6 <r1/r2<1 et a/W=0.20 et =0.3, C_0 est donné par la relation (14) avec 1% d'erreur et la fonction est donnée par la relation (15) similaire à celle de l'étude [15]:

$$C_0(r) = 10.879 + 3.136e^{(2.655 - 4.425r)} - 2.165r - 2.51r^2$$
⁽¹⁴⁾

$$\Phi = \frac{C' + C_0}{dC'/dx} \tag{15}$$

où:

$$\frac{dc'}{dx} = -52.488 + 10.080r + 1.031r^2 + (5.645 - 21.312r)x + 18.023rx^2 + (59.328 - 47.52r)x^3 + \frac{(64.224 - 26.064r + 0.202r^2)}{(1-x)} - \frac{(19.44 - 5.059r)}{(1-x)^2} + \frac{31.68}{(1-x)^3}$$
(16)

Pour ce lot d'éprouvettes *les valeurs de x=a/W* et r=r1/r2 sont représentées dans le tableau II.13 du chapitre 2. En les remplaçant dans les relations (13) à (16) on obtient les facteurs de correction pour chaque éprouvette. Le tableau VI.1 regroupe les valeurs des facteurs de correction de l'énergie des 30 échantillons testés appartenant au lot 1.

Les courbes de la figure 3 représentent les valeurs corrigées des énergies de choc en fonction de la fonction de complaisance pour des échantillons appartenant à trois différents arcs du tube.





Figure VI.3: Valeurs corrigées des énergies de chocs en fonction de la complaisance

Pour étudier la variation de la résilience (résistance au choc) dans le sens radial et le sens longitudinal du tube les valeurs de ces énergies sont regroupées dans la figure VI.4.



Figure VI.4: Evolution de la résilience dans d'un tube en HDPE (sens radial et longitudinal)

A partir des histogrammes de la figure V.4 on peut voir beaucoup de dispersions dans les valeurs de G_{IC} , pour cela nous allons faire une étude statistique pour mieux quantifier ces variations et leur évolution dans les deux sens longitudinal et radial.

Tableau VI.2: Variation de G_{IC} dans le sens longitudinal et le sens radial dans la paroi d'untube en HDPE100

	Anneau	Anneau	Anneau	Anneau	Anneau	Anneau		-
	1	11	III	IV	V	VI	Moyenne	Ecartype
1	8.690	7.680	8.126	8.066	8.547	7.986	8.182	0.374
2	8.266	8.561	7.791	7.313	7.670	7.594	7.866	0.462
3	7.776	8.159	8.563	7.250	8.403	8.517	8.111	0.512
4	7.730	8.914	8.232	7.299	7.984	7.299	7.910	0.616
5	8.754	7.648	7.585	7.525	7.618	9.072	8.034	0.690
Moyenne	8.243	8.193	8.059	7.490	8.044	8.094		
Ecartype	0.485	0.552	0.382	0.338	0.420	0.712		

Les résultats présentés dans le tableau VI.2 montrent que la variation de G_{IC} dans le sens longitudinal et radial n'est pas très importante.

4.2 Evolution de la résilience à travers la paroi d'un tube en HDPE-100:

Pour cette étude nous allons nous intéresser à l'évolution de la résilience dans l'épaisseur du tube en HDPE-100. Pour cela nous avons usiné les échantillons dans 5 couches du tube. Les dimensions des échantillons sont regroupées dans le tableau II.12 du chapitre 2. Pour calculer les facteurs de correction de l'énergie de rupture nous avons utilisé les équations (11) à (16). Les résultats sont résumés dans le tableau VI.3 pour les 15 échantillons utilisés. La figure VI.5 représente les valeurs de la résistance à la rupture au choc de chaque couche du tube en HDPE.

	Spécimen	x= a/W	r=r1/r2	C'	C ₀ (r)	$\frac{dC'}{dx}$	φ
Couche I	А	0.098	0.83	2.65	8.51	27.34	0.41
(externe)	В	0.097	0.83	2.64	8.51	27.27	0.41
(externe)	С	0.098	0.83	2.67	8.51	27.41	0.41
Couche II	A	0.109	0.85	3.08	8.22	28.76	0.39
(Intermédiaire)	В	0.111	0.85	3.14	8.22	29.04	0.39
(Intermediane)	C	0.108	0.85	3.05	8.22	28.58	0.39
Couche III	A	0.123	0.88	3.61	7.92	30.63	0.38
(Mádiana)	В	0.124	0.88	3.63	7.92	30.75	0.38
(Mediane)	C	0.121	0.88	3.54	7.92	30.27	0.38
Causha W	A	0.154	0.91	4.71	7.61	35.49	0.35
(Intermédiaire)	В	0.154	0.91	4.71	7.61	35.49	0.35
	C	0.152	0.91	4.63	7.61	35.06	0.35
Caucha V	A	0.215	0.94	7.33	7.30	48.20	0.30
(Interne)	В	0.215	0.94	7.33	7.30	48.20	0.30
(interne)	С	0.217	0.94	7.44	7.30	48.78	0.30

Tableau VI.3: Facteurs de correction des énergies de rupture au choc



Figure VI.5: Evolution de la résilience à travers la paroi du tube en HDPE-100

A partir de ces résultats on peut constater que la couche interne du tube est nettement plus résistante au choc par rapport aux autres couches du tube. Ceci est expliqué par le mode de fabrication de ces tubes. En effet à la sortie du tube de l'extrudeuse il est refroidit brusquement par un jet d'eau ce qui fragilise la couche externe.

Pour une meilleure lecture de la variation de la résilience entre les différentes couches du tube en HDPE-100, une étude statistique a été menée. Les résultats sont présentés dans le tableau VI.4.

	Couche I	Couche II	Couche III	Couche IV	Couche V	Moyenne	Ecartype
Arc 1	5.58	5.94	11.25	11.95	29.57	12.86	9.79
Arc 2	5.39	6.26	7.51	10.22	22.86	10.45	7.17
Arc 3	4.88	5.78	8.24	9.00	25.27	10.63	8.36
Moyenne	5.28	5.99	9.00	10.39	25.90	11.31	8.44
Ecartype	0.36	0.24	1.98	1.48	3.40		

Tableau VI.4: Variation de G_{IC} à travers la paroi d'un tube en HDPE100

Les résultats du tableau VI.4 confirment le fait que la variation dans le sens de l'épaisseur du tube est très significative.

5. Conclusion:

Dans chapitre nous avons déterminé la résistance radiale à la rupture au choc du polyéthylène de haute densité tubulaire de grade 100. Pour cela nous avons utilisé des éprouvettes en forme d'arc pour préserver l'historique du matériau. Une fonction de correction a été utilisée.

Les résultats montrent que la résilience du tube en HDPE-100 est quasi constante le long du tube et dans la direction radiale, Cependant une grande différence est remarquée entre les différentes couches du tube. La couche interne est la plus tenace ceci est dû au mode de fabrication de ces tubes.

6. Bibliographie:

- Niglia J., A. Cisilino, R. Seltzer, P. Frontini, Determination of impact fracture toughness of polyethylene using arc-shaped specimens, Engineering Fracture Mechanics 69 (2002) 1391–1399.
- 2. Özbek P., Christos Argyrakis and Patrick Leevers Fracture mechanics analysis of arc shaped specimens for pipe grade polymers, Elsevier 2009.
- 3. Dormier EJ, Yamoska BS, Dan E. Evaluation of linear polyethylene by instrumented impact analysis. Proceedings of ANTEC'84, 1984. p. 294–296.
- Lu X, Zhou Z, Brown N. The anisotropy of slow crack growth in polyethylene pipes. Polym Eng Sci 1994;34: 109–15.
- Mouzakis DE, Karger-Kocsis J. Effects of gasoline absorption on the tensile impact response of HDPE/Selare laminar microlayer composites. J Appl Polym Sci 1998;68:561–9.
- 6. Dale BA, Moyer MC, Sampson TW. A test program for the evaluation of oil filed thread protectors. J Pet Technol 1985:306–14.
- 7. Wheel MA, Leevers PS. High speed double torsion tests on tough polymers. II: nonlinear elastic dynamic analysis. Int J Fract 1993;61:349–59.
- 8. Greig JM, Leevers PS, Yayla P. Rapid crack propagation in pressurized plastic pipe. I: full scale and small scale RCP testing. Eng Fract Mech 1992;42:663–73.
- 9. Yayla P, Leevers PS. Rapid crack propagation in pressurized plastic pipe. II: critical pressures for polyethylene pipes. Eng Fract Mech 1992;42:675–82.

- Han L-H, Deng Y-C, Liu C-D. The determination of JIC for polyethylene pipe using non-standard arc-shaped specimen. Int J Pressure Vessels Piping 1999;76:647–51.
- Leevers P. Impact and dynamic fracture of tough polymers by thermal decohesion in a Dugdale zone. Int J Fract 1995;73:109–27.
- Garc_1a Brosa V, Bernal C, Frontini P. Calibration of fracture mechanics parameters and J–R curve determination in polyethylene side-grooved arc-shaped specimens. Eng Fract Mech 1999;62:231–48.
- Frassine R, Rink M, Pavan A. Discontinuous creep crack growth in polyethylene. Plastics, Rubber Compos, Process Appl 1996;25:1–5.
- Kenner VH, Popelar CH, Popelar SF. Proceedings of ICF7, Houston, USA, 1989. p. 2853/2859 (Part I) and p. 2861/2869 (Part II).
- 15. ISO/DIS 17281 Standard. Ausgabe: 2001-2003, Plastics—determination of fracture toughness (GIC and KIC) standard for determining for plastics at moderately high loading rates (1 m/s).
- 16. Kanninen M, Propelar C. Advanced fracture mechanics. 1985. p. 555 [chapter 4].
- 17. Leevers PS, Morgan RE. Impact fracture of polyethylene: a non-linear-elastic thermal decohesion model. Eng Fract Mech 1995;52(6):999–1014.
- Pavan A, Williams JG. Development of a standard for determining KIC and GIC for plastics at high loading rates: the ISO/DIS 17281 standard for 1 m/s testing, limitations of test methods for plastics, ASTM STP 1369, 1999.
- Williams JG, Adams GC. The analysis of instrumented impact tests using a mass-spring model. Int J Fract 1987;33: 209–22.
- 20. Plati E, Williams JG. The determination of the fracture parameters for polymers in impact. Polym Eng Sci 1975;15:470–7.
- 21. Davis P., *Process/property interactions in the new polyethylenes*. PhD thesis, University of London, 1999.
- Krishnaswamy R. K., Leevers P. S., Lamborn M. J., Sukhadia A. M., Register D. F., Maeger P. L., Rapid crack propagation (RCP) failures in HDPE pipes: structureproperty investigations. *Polymer Engineering and Science*, 46:1358–1362, 2006.

- Nezbedová E., Knesl Z., Vlach B., Determination of impact fracture toughness of polyethylene using arc-shaped specimens. *Plastics, Rubber and Composites*, 36(5):207– 212, 2007.
- Niglia J., Cisilino A., Seltzer R., Frontini P., Determination of impact fracture toughness of polyethylene using arc-shaped specimens. *Strength of Materials*, 40(1):134–137, 2008.
- 25. Standard test method for plane-strain fracture toughness of metallic materials. ASTM E399-90-A9.

Conclusion générale

Conclusions:

• Cette étude montre que l'usinage des polymères présente quelques spécificités à prendre en compte;

L'avance est le paramètre le plus influent sur les critères de rugosité.

L'effort tangentiel est prépondérant par rapport aux deux autres efforts (Fr et Fa), pour les deux matériaux (HDPE-80 et HDPE-100).

Les augmentations de la profondeur de passe ainsi que celles des avances font augmenter la température dans la zone de coupe même à faible vitesse de coupe. L'augmentation des vitesses de coupe donne naissance à une augmentation des frottements qui élève la température dans la zone de coupe.

La dureté du HDPE-80 entre 0°C et 40°C est supérieure à celle du HDPE-100, ce qui permet d'avoir un meilleur état de surface dans le cas du HDPE-80.

L'analyse Gris relationnelle (GRA) basée sur un la table orthogonale de Taguchi nous a permis d'optimiser les opérations de tournage du polyéthylène haute densité (PEHD).

• Les résultats expérimentaux du chapitre IV nous permettent de conclure que:

L'effet de la température sur les déformations résiduelles est saillant.

La différence entre les déformations entre les deux tubes (eau et gaz) est importante dans le cas de l'eau de mer, suivie par ceux refroidis et ceux trempés dans l'eau thermale. Les deux autres ont des déformations très proches.

Les contraintes calculées pour les deux tubes diminuent avec le temps. Elles sont maximales aux premières secondes et sont à 75% au bout de la première heure et à 50% au bout de 4jours.

Le tube exposé au soleil et celui enterré se distinguent par une plus grande libération des contraintes.

La variation du taux de déformation nous donne une idée plus claire sur la vitesse très importante à la qu'elle se déforme les spécimens les premières minutes voir secondes suivant leur sectionnement.

Nos démarches, nous ont permis de tracer le profil des contraintes résiduelles circonférentielle à travers la paroi du tube en HDPE-100(eau).

199

La distribution des contraintes résiduelles circonférentielles n'est pas uniforme à travers les parois de tube.

Les contraintes résiduelles de compression pour la couche externe sont plus importantes par rapport à celles de la couche interne.

• L'étude de la distribution des propriétés mécaniques à travers la paroi du tube en HDPE -100 (eau) est mise en œuvre pour déterminer les différences locales.

Il est constaté que les propriétés représentant des contraintes augmentent de l'extérieur vers des couches intérieures. Ceci est expliqué par l'évolution de la cristallinité puisque le processus de fabrication implique un refroidissement différentiel et aussi une génération de contraintes résiduelles.

En termes de déformations, les tendances ne sont pas tout à fait évidentes. D'autre part, la relation entre la contrainte d'écoulement et le module d'élasticité est caractérisée par une forte corrélation linéaire croissante.

La variation des propriétés mécaniques à travers la paroi reflète la complexité de la hiérarchie structurelle dans le HDPE-100(eau) et contribue à la compréhension de son comportement à long terme.

La méthode de Begley et Landes et la méthode de partitionnement de l'énergie ont permis de conclure que la couche interne du tube est la plus tenace.

• Dans le chapitre VI nous avons déterminé la résistance radiale à la rupture sous choc du polyéthylène de haute densité tubulaire de grade 100. Pour cela nous avons utilisé des éprouvettes en forme d'arc pour préserver l'historique du matériau. Une fonction de correction a été utilisée.

Les résultats montrent que la résilience du tube en HDPE-100 est quasi constante le long du tube et dans la direction radiale, Cependant une grande différence est remarquée entre les différentes couches du tube. La couche interne est la plus tenace ceci est dû au mode de fabrication de ces tubes.

200

Annexes

ANNEXE A:





Cet abaque a été établi en considérant les diamètres intérieurs des tuyaux.

ANNEXE B

ANALYSE DE LA VARIANCE

L'analyse de la variance est appelée « *Analysis of Variance* » dans la littérature anglosaxonne ; son appellation est couramment abrégée en *ANOVA*.

« D'une façon générale, en matière de régression, le principe de l'analyse de la variance est de subdiviser la variation totale en une composante factorielle relative à l'équation de régression ou au modèle utilisé, et une composante résiduelle, la première devant être testée par rapport à la deuxième».

Les composantes factorielle et résiduelle seront mathématiquement représentées par des carrés moyens, c'est-à-dire des variances. En définitive, l'intérêt de l'analyse de variance est de pouvoir tester de manière absolue l'influence des facteurs sur les variations d'une réponse donnée [47].

1. Carrés moyens des facteurs et des interactions

La variance des facteurs s'obtient en calculant la somme des carrés des écarts (*SCE*) que l'on divise par le nombre de degrés de liberté (*ddl*) associé au facteur *f* considéré. Le nombre de degrés de liberté ddl_f associé à un facteur *f* est le nombre de niveaux (de valeurs distinctes) qu'il prend lors de la réalisation du plan, minoré de 1. On a donc dans tous les cas :

$$ddI_i = Nn_i - 1$$

Dans le cas des plans factoriels complets, on a l'égalité :

$$\prod_{i=1}^k Nn_i = N$$

La somme des carrés des écarts associée au facteur f vaut :

$$SCE_f = \gamma_f \cdot \sum_{i=1}^{Nn_f} \left[(E_f)_{f=i} \right]^2 = \gamma_f \cdot \sum_{i=1}^{Nn_f} (\overline{\gamma_i} - \overline{\gamma})^2$$

avec:

$$\succ \quad \overline{y} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^{N} y_i$$

la moyenne des réponses ;

- $\succ \qquad \gamma_f = \frac{N}{Nn_f} \qquad \qquad \text{le nombre d'expériences pour lesquelles le facteur } f \text{ prend un de ses } Nn_f \text{ niveaux (}_f \text{ est identique pour tous les niveaux du facteur pour les plans orthogonaux);}$
- \succ y_i la moyenne des réponses observées pour les expériences où le facteur f prend son $i^{\text{ème}}$ niveau.

Pour les interactions mettant en jeu les facteurs f et g, la somme des carrés des écarts vaut :

$$SCE_{fg} = \delta_{fg} \sum_{i=1}^{Nn_i} \sum_{j=1}^{Nn_j} (\overline{y_{ij}} - \overline{y_i} - \overline{y_j} + \overline{y})^2$$

avec :

 $\succ \quad \delta_{fg} = \frac{N}{Nn_f.Nn_g}$

 $\overline{\mathbf{y}}_{ii}$

- le nombre d'expériences pour lesquelles le facteur f prend un de ses N_{nf} niveaux et lorsque le facteur g adopte un de ses N_{ng} niveaux ;
- la moyenne des réponses observées pour les expériences où le facteur *f* prend son $i^{\text{ème}}$ niveau, et où le facteur *g* prend son $j^{\text{ème}}$ niveau ; lorsqu'il n'y a que 2 facteurs et aucune répétition d'expériences, on a $\bar{y}_{ij} = y_{ij}$

Le calcul des degrés de liberté d'une interaction est le produit des *ddl* des facteurs mis en jeu dans cette interaction.

La généralisation aux interactions d'ordre supérieur se fait de la même façon.

On déduit alors la valeur des carrés moyens, associés au facteur ou à l'interaction considéré(e) x, comme étant :

$$CM_{x} = \frac{SCE_{x}}{ddl_{x}} \quad \text{Pour 2 facteurs, on peut écrire la décomposition suivante :}$$
$$y_{ij} - \overline{y} = (\overline{y_{i}} - \overline{y}) + (\overline{y_{j}} - \overline{y}) + (y_{ij} - \overline{y_{i}} - \overline{y_{j}} + \overline{y})$$

On réalise alors une somme sur i et j, des 2 côtés de l'égalité mis préalablement au carré. La somme se fait ainsi sur les niveaux de tous les facteurs.

On aboutit alors à l'équation de variance, démontrant l'additivité des sommes des carrés des écarts (membre de droite) :

$$SCE_{t} = \sum_{i=1}^{Nn_{i}} \sum_{j=1}^{N_{n_{i}}} (y_{ij} - \overline{y})^{2} = \sum SCE_{x}$$

avec :

 SCE_t : la somme des carrés des écarts totale ;

 SCE_x : (x désignant un facteur ou une interaction) la somme des carrés factorielle.

Enfin, notons la relation donnant entre autre la valeur de ddl_t : le nombre de degrés de liberté total :

 $ddI_{t} = \sum_{facteurs} ddI_{i} + \sum_{interactions} ddI_{i}$

Il y a donc également additivité des *ddl*.

Pour les plans orthogonaux, on a $ddl_t = N-1$.

2. Variance résiduelle

Lorsqu'il existe une erreur expérimentale non nulle, l'équation de variance fait apparaître un nouveau terme appelé communément *variance résiduelle* (SCE_r) :

$$SCE_t = \sum SCE_x + SCE_r$$

La détermination de SCE_r est nécessaire puisqu'elle intervient dans les tests composant l'analyse de variance. En effet, c'est à cette variance résiduelle que les SCE_x sont comparées afin de déterminer les caractères significatifs des facteurs et des interactions *x*.

La variance résiduelle est un point de comparaison. Elle doit traduire une variation des valeurs de réponse, dont l'amplitude est arbitrairement considérée comme faible. Tout facteur influent doit donc posséder des caractéristiques fortement différentiées de celles de cette composante.

Dans le cas des expériences réelles, la variance résiduelle est prise comme étant un estimateur de la variance expérimentale, qui traduit la variabilité inhérente des résultats sur plusieurs réalisations d'expériences identiques. Cependant, l'utilisation d'expériences virtuelles exclut cette possibilité.

Dans le même temps, l'équation de variance doit toujours être vérifiée : la variance résiduelle (SCE_r) est dans tous les cas une composante de la somme des carrés des écarts totale (SCE_t).

La variance résiduelle est le plus souvent calculée comme étant la *somme des carrés des résidus*, i.e. des écarts entre réponses mesurées (y) et réponses calculées (y_{mod}) correspondantes [63 et 64].

Il s'agit donc de :

$$SCE_r = \sum_{i=1}^{N} (y(^{i}x) - y_{mod}(^{i}x))^2$$

Calculer SCE_r de cette manière permet en définitive de tester le caractère significatif des facteurs et des interactions et dans le même temps d'évaluer la qualité du modèle utilisé (y_{mod}).

Cette solution n'est pas applicable lors de l'utilisation de plans saturés (plans factoriels par exemple).

Dans ces cas précis, certains auteurs [65 et 66] proposent la construction de la variance résiduelle à partir des interactions dont les variances (carrés moyens) sont les plus faibles ; leurs valeurs doivent être du même ordre de grandeur.

Le calcul de la variance résiduelle (ou carrés moyens résiduels) peut alors s'écrire comme :

$$CM_r = \frac{SCE_r}{ddl_r} = \frac{\sum_{i} SCE}{\sum_{i} ddl}$$

Les sommes des carrés des écarts (*SCE*) et les nombres de degrés de liberté (*ddl*) se rapportant aux interactions choisies.

Cette solution permet de retrouver la première écriture de l'équation de variance vue précédemment :

$$CM_{r} = \frac{SCE_{r}}{ddI_{r}} = \frac{\sum_{i} SCE}{\sum_{i} ddI}$$

$$SCE_{t} = \sum SCE_{x}$$

$$SCE_{t} = \sum SCE_{x'} + \sum SCE_{x''}$$

De manière générale, si une telle variance résiduelle ne peut être construite, il est inutile de calculer l'ANOVA : ses résultats seraient inexploitables.

Par exemple, si les effets des interactions sont du même ordre de grandeur que ceux des facteurs principaux, ce dernier mode de construction de SCE_r devient inapplicable car il n'est alors plus possible d'assimiler la variance construite à une composante résiduelle ou de bruit.

3. Test de Fisher-Snedecor

Le *test de Fisher-Snedecor* permet de comparer 2 variances, par utilisation de la loi statistique dite *de Fisher* (ou loi *F*). Celle-ci travaille sur un quotient de variances et prend en compte le nombre de degrés de liberté de chacune d'elles. Les variances concernées doivent être celles de variables aléatoires à distribution normale et à variances constantes.

On calcule alors le ratio suivant, pour le facteur considéré :

$$F_{obs} = \frac{CM_x}{CM_r}$$

La variance associée au facteur ou à l'interaction étudié(e) (CM_x) peut être considérée comme égale à la variance résiduelle (CM_r) si le rapport F_{obs} est faible, i.e. inférieur à une valeur seuil statistique. On définit ainsi l'hypothèse statistique H₀, selon laquelle l'affirmation précédente est vraie. Si c'est le cas, F_{obs} est alors une valeur observée d'une variable *F* de Fisher-Snedecor, à ddl_f et ddl_r degrés de liberté.

L'hypothèse H_0 doit être rejetée au niveau, lorsque :

 $P(F \ge F_{obs}) \le \alpha$ Ou, de manière équivalente, quand : $F_{obs} \ge F_{1-\alpha}$

4. Tableau d'analyse de la variance

Il est courant d'utiliser un tableau réunissant les résultats des calculs précédents.

Il peut prendre la forme suivante :

Sources de variation	ddl	Somm e des carrés des écarts	Carrés moyens	F-value	Prob.	Source influente ?
facteur 1	ddl1	SCE1	CM1 = SCE1/ddl1	CM1/CMr		
facteur f	ddlf	SCEf	CMf=SCEf/ddlf	<i>CMf/CMr</i>		
•••	•••	•••	•••	•••	P(F F obs	P ~ ?
facteur k	ddlk	SCEk	CMk=SCEk/ddlk	CMk/CMr)	I < I
interactio n fg	ddlf	SCEfg	CMfg=SCEfg/ddlf	CMfg/CM		
58	g	~ 58	8	r		
Variation	ddlr	SCEr	CMr=SCEr/ddlr			J
résiduelle		~				
Totaux	ddlt	SCEr				