

11/5 31.620

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



Mémoire de fin D'études
Pour l'obtention du diplôme de Master

Option : Conception et Production Industriel

Présenté par : KADDACHE Charif

=====
Etude Expérimentale des Propriétés
Mécanique d'un Polymère
=====

Sous la Direction de :

M^{me} KADDECHE.M

Année universitaire 2011/2012



Remerciements

Remerciements

Comme le veut la tradition, je vais tenter de satisfaire au difficile exercice de la page des remerciements, peut-être la tâche la plus ardue de ces années de thèse. La difficulté tient plutôt dans le fait de n'oublier personne. C'est pourquoi, je remercie par avance ceux dont le nom n'apparaît pas dans cette page et qui m'ont aidé d'une manière ou d'une autre. Ils se reconnaîtront.

*Je remercie dieu de ma avoir donné la force et le courage ainsi que la volonté
d'effectuer mon projet de fin d'étude.*

Ce travail n'aurait pas été possible sans mon directeur de mémoire, M^{me} KADDECHE.M pour qui je garderai un profond respect scientifique et qui restera pour longtemps pour moi un modèle en termes d'esprit de synthèse. Je vous remercie très vivement pour la confiance que vous m'avez accordée, en particulier sur la partie expérimentale de ce travail, pour la rigueur que vous aurez essayé de m'inculquer.

Je remercie vivement MADI Aziz et AIB Mohamed Techniciens de center d'usinage et M^{me} AZZI Afef de LR₃MI de l'université de Annaba pour leurs services appréciables.

J'exprime mes gratitude et mes remerciements à mes parents et toute ma famille pour leurs encouragements.

Dédicace

A mes parents

A mes chers frères

A ma Sœur

A mes Amis

*De même que la valeur de la vie n'est pas
en sa surface mais dans ses profondeurs,
les choses vues ne sont pas dans leur
écorce mais dans leur noyau,
et les hommes ne sont pas dans
leur visage mais dans leur cœur.*

"Gibran Khalil Gibran"

KADDECHE Charif

Sommaire

Sommaire

Chapitre I : Aperçu bibliographique sur les tubes en polyéthylène.

Introduction Générale.....	01
1. Introduction	03
2. Matériaux polymères	03
2.1. Définitions	04
2.2. Classification des polymères	05
2.3. Elaboration des polymères	07
2.4. Le matériau polyéthylène	08
2.5. Les caractéristiques du polyéthylène	09
2.6. Trois types de polyéthylène	10
2.7. La copolymérisation du polyéthylène	11
2.8. Histoire du PE pour tubes	12
2.9. Matière première et propriétés.....	12
2.10. Les propriétés mécaniques.....	15
2.11. Les modes de fabrication des tubes et accessoires	18
2.12. L'injection des accessoires (raccords) en PE100	19
Références bibliographiques	21

Chapitre II : Etat de l'art.

1. Influence des différents paramètres de la mise en œuvre sur la morphologie et les propriétés physiques des polymères.....	22
2. Relations microstructure-propriétés du polyéthylène de haute densité.....	26
3. Prédiction de la durée de vie des tubes en PE.....	36
4. Mesure et calcul des contraintes résiduelles dans les pièces injectées en thermoplastiques avec et sans fibres de renfort.....	40
5. Effet du cyclage sur le comportement mécanique et la morphologie du polyéthylène haute densité (PEHD 80).....	43

Références bibliographiques	48
Chapitre III : Propriétés Mécaniques.	
1. Introduction.....	49
2. Procédure Expérimental	52
2.1 Matériau étudié.....	52
2.2 Éprouvettes d'essais.....	52
2.3 Déroulement d'essais.....	52
2.4 Résultats et discussion.....	54
3. Conclusion.....	59
Références bibliographiques	60
Chapitre IV : Déformation et Contraintes Résiduelles.	
1. Introduction.....	61
2. Procédure expérimentale.....	65
2.1 Matériaux étudiés.....	65
2.2 Préparation des éprouvettes.....	66
3. Résultats et discussions.....	69
4. Déformations résiduelles.....	70
4.1 Déformations résiduelles et temps de sectionnement.....	70
4.2 Déformations résiduelles et environnements d'enfouissement.....	71
5. Taux de déformation.....	74
6. Contraintes résiduelles.....	76
6.1 Contraintes résiduelles et temps de sectionnement.....	77
6.2 Contraintes résiduelles et environnements d'enfouissement.....	77
7. Conclusion.....	78
Références bibliographiques	81
Conclusion Générale.....	82

Introduction générale

Introduction Générale

Bien qu'ils soient dimensionnés pour des décades d'utilisation continue, les tubes en matières polymériques font l'objet de ruptures imprévues et parfois catastrophiques dans les domaines de transport et de distribution d'hydrocarbures. La production étant conforme à la norme ASTM D-1598 est supposée assurer toutes les conditions de sécurité et de fiabilité de service. Seulement, pour les matériaux polymères l'effet de la viscoélasticité est prédominant car les différentes propriétés mécaniques se retrouvent fortement soumises à l'aléa du temps. Il est impératif de savoir à partir de quelle charge le tube commence à se déformer de façon irréversible entraînant ainsi une modification de sa géométrie et le risque de rupture inhérent. Quand les tubes sont utilisés pour transporter les différents fluides, la première exigence est de déterminer la contrainte maximale admissible, qui est différente pour chaque type de tube suivant les normes d'utilisation comme ASTM et AWWA. En règle générale, les essais mécaniques doivent impliquer des états de contrainte simples, connus et d'interprétation facile. Pour les tubes plastiques, des méthodes d'essai sont développées pour évaluer le taux hydrostatique et d'autres pour estimer la résistance à la fissuration sous contrainte (ESCR) comme les essais de "strip bend", "compressed ring" et "Constant Tensile Load".

Notre problématique dans cette étude est de mettre au point une approche expérimentale simple pour faciliter la caractérisation mécanique des tubes en polyéthylène.

Dans le **premier Chapitre** nous avons présenté un aperçu bibliographique sur les tubes en polyéthylène.

Le **deuxième Chapitre** est consacré à la discussion d'un certain nombre de travaux de recherche basés sur la caractérisation expérimentale de comportement mécanique du Polyéthylène de Haute Densité.

Le **troisième Chapitre** est consacré à l'étude du comportement mécanique du tube en PEHD-100, destiné à la distribution de gaz naturel, à travers la paroi du tube.

Le **quatrième Chapitre** nous avons caractérisé les déformations provoquées par les contraintes résiduelles en fonction du temps pour différents milieux et pour différentes épaisseurs des tubes en HDPE-100 (Gaz et Eau) extrudés et pigmentés.

Chapitre I

Aperçu bibliographique sur les tubes en polyéthylène

1. Introduction:

Les polymères occupent une place importante au sein des matériaux. En 2000 180 MT (millions de tonnes) de matières plastiques synthétiques ont été produites dans le monde, dont 5 MT en France. Par comparaison la production d'acier était de 750 MT et celle d'aluminium de 20 MT (il faut toutefois signaler que la production d'acier, qui a stagné pendant très longtemps, a connu récemment une forte croissance). La production des fibres textiles est de l'ordre de 20 % de celle des plastiques. La croissance de la production des plastiques est de l'ordre de 8 à 10 % par an depuis 10 ans. [1]

De façon générale, un polymère amorphe est caractérisé par l'absence d'ordre à longue portée. Par contre un polymère cristallin présente dans sa structure des régions où les chaînes sont ordonnées. Cependant, en raison de la longueur des chaînes, les polymères forment rarement des cristaux à chaînes tendues, c.-à-d. un état complètement cristallin. On parle donc d'une structure semi-cristalline qui se distingue par la coexistence des régions cristallines et amorphes. Une proximité de ces deux phases au sein de la structure semi-cristalline se retrouve jusqu'à l'échelle du nanomètre, ce qui influence les propriétés de chacune des phases. [2]

De par leurs propriétés physico-chimiques, leur facilité de mise en forme et leurs avantages économiques, les polymères sont des matériaux d'un intérêt particulier pour l'industrie. Néanmoins, le vieillissement et le recyclage des polymères sont deux verrous technologiques qui s'opposent à leur utilisation à l'échelle industrielle dans des secteurs stratégiques. [3]

Le comportement mécanique des polymères est caractérisé par une très grande diversité apparente. En effet, pour les mêmes conditions d'utilisation, et d'un point de vue technologique, on peut trouver des polymères qui sont, soit rigides fragiles, soit ductiles, soit caoutchoutiques.

Ainsi, dans la famille des polymères, on peut retrouver un grand nombre de types de comportement : visco-élastique, visco-plastique, hyper-élastique, durcissant, endommageable.

Cette diversité se retrouve, pour un même polymère, si l'on fait varier certaines de ses caractéristiques, ou simplement ses conditions d'utilisation. Il peut être rigide fragile, ductile ou élastique etc. Ceci ne veut pas dire que le comportement d'un polymère est variable, voire incontrôlé. Ce sont les paramètres contrôlant son comportement et les processus élémentaires envisageables qui sont nombreux. [4]

2. Matériaux polymères:

2.1. Définitions:

Un polymère (étymologie : du grec *pollus*, plusieurs, et *meros*, partie) est une substance composée de macromolécules. Un polymère tridimensionnel est constitué d'une seule macromolécule qui se développe dans les trois directions de l'espace; cette macromolécule tridimensionnelle atteint des dimensions macroscopiques (exemple : un polymère phénoplaste). [5]

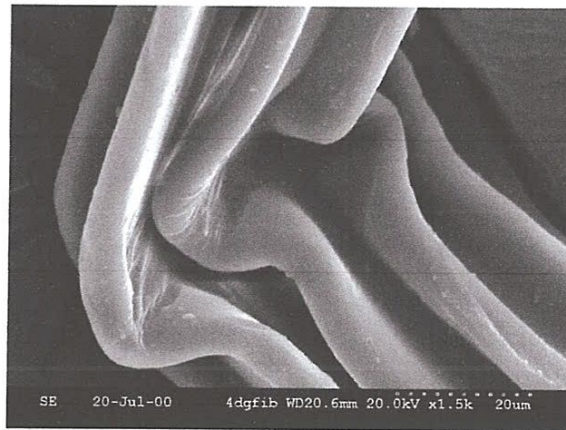


Figure.1 Molécules de polymères. [5]

Une macromolécule est une molécule de masse moléculaire élevée, généralement constituée par la répétition d'atomes ou de groupes d'atomes, appelés unités constitutive et dérivant, de fait ou conceptuellement, de molécules de faible masse moléculaire. Dans de nombreux cas, une molécule peut être considérée comme ayant une masse moléculaire élevée lorsque l'addition ou la suppression d'une ou de quelques unités n'a qu'un effet négligeable sur les propriétés moléculaires. En fait, il n'existe que très peu d'exemples de macromolécules qui ne soient obtenues par la

répétition d'une unité structurale. On les trouve plutôt dans le domaine des macromolécules naturelles, certaines protéines notamment. [5, 6]

Le terme *polymère* a encore actuellement plusieurs définitions selon le point de vue qu'on adopte. On peut encore trouver les oligomères (qui ne sont pas constitués de macromolécules) inclus dans la famille des polymères. Auparavant, et encore récemment, les *polymères proprement dits* (au sens actuel du terme) étaient aussi appelés «hauts polymères». [6]

On peut noter que l'expression degré de polymérisation est toujours utilisée pour désigner le nombre d'unités monomères aussi bien d'une macromolécule que d'une molécule oligomère.

2.2. Classification des polymères:

Un polymère est organique (le plus souvent) ou inorganique. Il est issu de l'enchaînement covalent d'un grand nombre de motifs monomères identiques ou différents.

Un polymère peut être *naturel* (exemples: polysaccharides, ADN); *artificiel*, obtenu par modification chimique d'un polymère naturel (exemples: acétate de cellulose, méthylcellulose, galalithe); ou *synthétique*, préparé par polymérisation de molécules monomères (exemples: polystyrène, polyisoprène synthétique).

Les polyoléfines, représentées principalement par les polymères thermoplastiques de grande consommation polyéthylène et polypropylène, constituent la plus importante famille de polymères.

Les polymères sont devenus l'élément essentiel d'un nombre très important d'objets de la vie courante, dans lesquels ils ont souvent remplacé les substances naturelles. Ils sont présents dans de nombreux domaines industriels.

Les polymères peuvent être classés selon divers critères, qui ne s'excluent pas les uns les autres [4, 5] :

Selon la structure chimique et la microstructure : Nous ne présentons ici que les éléments intervenant dans la classification :

- *constitution*: polymères à chaîne carbonée ou non (silicones), homo- et copolymères ;
- *dimensionnalité*: polymères linéaires, ramifiés, réticulés ;
- *enchaînements des unités constitutives dans les copolymères* : copolymères statistiques, alternés, à blocs, greffés ;
- *configuration*: isotactique, syndiotactique, atactique ;
- *état physique*: amorphe, semi-cristallin.

Selon l'origine: On peut classer les polymères en trois groupes :

- *les polymères naturels*: cellulose, caoutchouc naturel, etc. ;
- *les polymères artificiels*, dérivés des polymères naturels : nitrate et acétate de cellulose, ébonite (caoutchouc fortement réticulé par le soufre) ;
- *les polymères synthétiques*, produits dans des réactions de polymérisation en chaîne ou de polycondensation.

Selon le mode de synthèse: Polymérisats et polycondensats.

Selon l'importance économique: Pour les polymères comme pour tout produit industriel, il existe une corrélation entre le tonnage et le prix. Ceci permet de distinguer trois grandes catégories de polymères commerciaux :

- *les polymères de grande diffusion*, dont le volume des ventes et de production est élevé et dont le prix est faible. Exemples : PE, PP, PS, PVC ;
- *les polymères à hautes performances*, dont le volume des ventes est le plus faible et les prix les plus élevés ;
- *les polymères techniques*, dont le volume et le prix sont intermédiaires entre les deux catégories précédentes.

Selon l'utilisation: Colles et adhésifs, peintures, vernis, mastics, matières plastiques, caoutchoucs, fibres textiles, mousses, etc.

En fonction du cycle de vie :

Matériaux jetables (durée de vie inférieure à un an), durables (1 à 20 ans), pour infrastructure (durée de vie supérieure à 20 ans).

Selon les propriétés: Une des propriétés mises en cause est l'influence d'une élévation de température. Une autre est le comportement élastique. Il en résulte qu'on distingue trois grandes familles:

- *les thermoplastiques* : ils acquièrent par chauffage une fluidité suffisante pour être transformés sans modification de leur structure chimique, et donc a priori de façon réversible, aux phénomènes de dégradation près. Parmi les principaux thermoplastiques, on peut citer le PE, le PP, le PS, le PVC, les polyamides, le PET ;
- *les thermodurcissables* : une élévation de température provoque le durcissement du matériau, en lui conférant sa structure définitive, de façon irréversible. Par extension, on inclut dans cette famille tout polymère qui subit une transformation irréversible, même si la chaleur n'est pas indispensable ;
- *les élastomères* sont par définition des polymères ayant des propriétés élastiques réversibles (allongement réversible important). Exemples : caoutchouc naturel, polybutadiène, polyisoprène.

2.3. Elaboration des polymères:

Les polymères sont synthétisés en reliant entre elles par des liaisons covalentes des petites molécules, appelées molécules de monomère, molécules monomères ou plus simplement monomères. Après leur synthèse, les polymères ne sont jamais utilisés tels quels. On leur ajoute diverses substances qui modifient leur comportement, en remplissant différentes fonctions [7, 8] :

- *stabilisants* : le polymère « pur » est fragile. Il peut subir sous l'action de divers agents (chaleur, lumière, eau, radiations ionisantes, actions mécaniques lors de la transformation, etc.) des réactions de dégradation, qui se traduisent par une modification de la structure chimique (oxydation) et/ou une diminution de la masse molaire, et entraînent une altération des propriétés physiques. L'emploi de stabilisants permet de limiter ces phénomènes ;

- additifs pour faciliter la transformation : lubrifiants, agents de démoulage, etc. ;
- colorants : pigments minéraux (dioxyde de titane) ou organiques (noir de carbone);
- plastifiants : pour rendre le matériau plus souple ;
- charges (carbonate de calcium, mica, talc) et renforts (fibres de verre) : l'objectif peut être une réduction du coût, mais on cherche en général une amélioration des propriétés mécaniques (augmentation du module d'élasticité) ;
- renforcement au choc : nodules de caoutchouc ;
- additifs anti-combustion, etc.

Mise en œuvre : Elle peut se faire à partir de poudres (revêtements), de solutions ou d'émulsions (peintures, colles et adhésifs, fibres Kevlar), de l'état fondu (cas le plus fréquent), de l'état caoutchoutique (soufflage de bouteilles) ou de l'état solide (étrirage de fibres et de films, usinage de pièces mécaniques).

Utilisation, mettant à profit les propriétés des polymères : Faible coût, faible masse volumique (en général de 0,9 à 1,5 g/cm³ et pouvant descendre à 0,4 g/cm³ dans le cas de mousses), propriétés mécaniques (résistance au choc), optiques (transparence), thermiques et électriques (caractère isolant), physico-chimiques (effet barrière, résistance à la corrosion). [6, 9]

2.4. Le matériau polyéthylène: Selon la réf. [10] le matériau Polyéthylène est passé par les étapes suivantes:

1ère synthèse : Hans von Pechmann (Allemagne) – 1898: Réalisée par accident pendant le chauffage de diazométhane. Eugen Bamberger and Friedrich Tschirner ont caractérisé cette substance blanche et cireuse constituée de longues chaînes à motif -CH₂- et l'ont nommé « polyméthylène ».

1ère synthèse industrielle du polyéthylène – 1933: Réalisée à nouveau par accident chez ICI Chemicals : Eric Fawcett et Reginald Gibson appliquent une très haute pression de quelques centaines d'atmosphères sur un mélange d'éthylène et de benzaldéhyde. La réaction est alors initiée par une contamination sous forme de traces d'oxygène, ce qui explique la difficulté de reproduire l'expérimentation au début.

1ère synthèse haute pression reproductible de polyéthylène – 1935: Réalisée par un chimiste d'ICI, Michael Perrin. Les bases de la synthèse industrielle du polyéthylène basse densité (LDPE) sont établies.

1ère production industrielle – 1939.

Développement de plusieurs types de catalyse: Polymérisation d'éthylène à des conditions de températures et pressions plus modérées.

1ère catalyse basée sur le trioxyde de chrome – 1951: Réalisée par Robert Banks et Paul Hogan chez Phillips Petroleum, tous deux inventeurs du polypropylène semi-cristallin et du polyéthylène haute densité (HDPE).

Ces deux plastiques furent vendus sous la marque commerciale MARLEX®.

1953: Karl Ziegler développe un système de catalyse basé sur des halogénures de titane et un organoaluminium, travaillant à des conditions encore plus modérées que celles de la catalyse Phillips. Il faut cependant noter que la catalyse Phillips est moins coûteuse et plus aisée à mettre en œuvre. Les deux systèmes persistent dans l'industrie à ce jour.

A la fin des années 1950, les deux types de catalyse, Phillips et Ziegler sont utilisées pour la production de HDPE. Phillips avait initialement des difficultés pour produire un HDPE de qualité uniforme et a rempli des entrepôts de produits hors spécifications.

3ème type de système catalytique : les métallocènes - 1976 - Walter Kaminsky et Hansjörg Sinn (Allemagne).

Développements de nouveaux systèmes à « site unique » (single-site) post-métallocène. Ils offrent une plus grande maîtrise de la structure du polymère que les métallocènes.

2.5 Les caractéristiques du polyéthylène:

- * Composé uniquement de carbone et d'hydrogène.
- * Matériau thermoplastique, fait à partir du monomère éthylène (C₂H₄).
- * Plus léger que l'eau (masse volumique entre 0.90 et 0.96 g/cm³).
- * Polymère semi-cristallin.
- * Thermo-fusible.

* Brûle entièrement en rejetant du CO₂ et de l'eau.

* Non toxique et inerte.

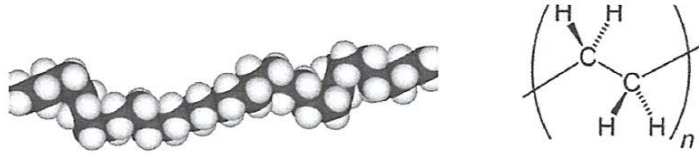


Figure.2 Structure chimique du polyéthylène. [11]

2.6. Trois types de polyéthylène:

On peut distinguer trois types de polyéthylène : [10, 12]

- **Le polyéthylène basse densité (PEbd ou LDPE)** qui est un polyéthylène pur. Sa masse volumique se situe entre 915 et 935 kg/m³. On observe des branchements longs de 1000 à 10000 carbones.
- **Le polyéthylène basse densité linéaire (PEbdl ou LLDPE)** qui est un copolymère. Sa masse volumique se situe entre 900 et 935 kg/m³. On observe environ 10 à 20 branchements courts (copolymères) tous les 1000 carbones.
- **Le polyéthylène haute densité (PEhd ou HDPE)** qui est un homopolymère ou plus souvent légèrement copolymérisé. Sa masse volumique se situe entre 935 à 965 kg/m³. On observe environ 0 à 10 branchements courts tous les 1000 carbones.

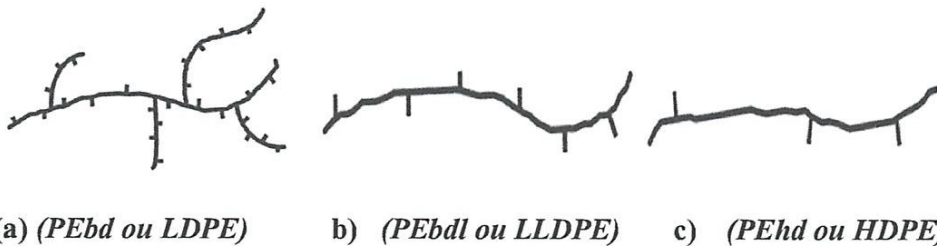


Figure.3 Types du polyéthylène.

Nota : la dénomination PEmd (polyéthylène moyenne densité) est parfois utilisée pour l'intervalle de masse volumique de 930 à 940 kg/m³. [10]

Deux méthodes de polymérisation sont mises en œuvre: [13]

Polymérisation du PEbd :

- o Haute pression (2000 bar)
- o Hautes températures (200 - 300°C)
- o Initiation par radicaux libres (ROOR)
- o Pas de comonomère

Polymérisation du PEbdl et du PEhd :

- o Basse pression (20 bar)
- o Basses températures (70-100°C)
- o Catalyseurs métaux de transition
- o Comonomère : C4 – Butène, C6 – Hexène et C8 – Octène

2.7. La copolymérisation du polyéthylène: Elle est « contrôlée » par le catalyseur qui possède des sites actifs. [10]

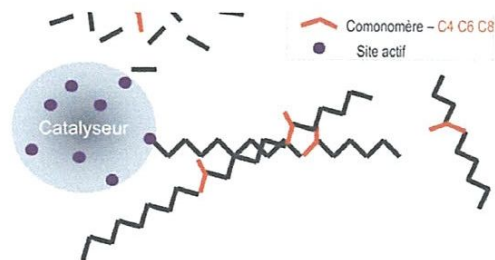


Figure.4 La copolymérisation du polyéthylène. [10]

- **Le polyéthylène bimodal:** Il est obtenu en mélangeant deux types de synthèses.

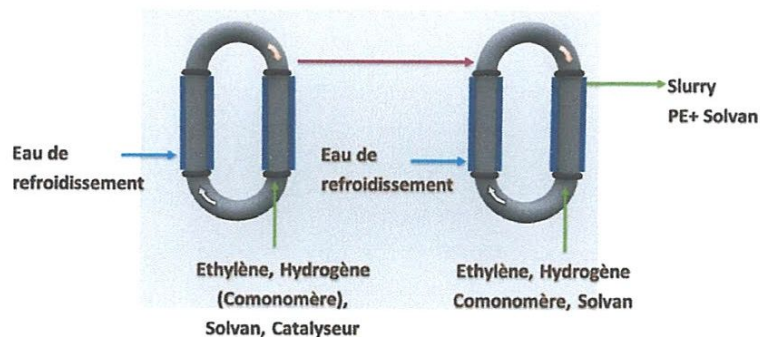


Figure.5 Obtention du polyéthylène bimodal. [10]

On obtient alors deux types de chaînes macromoléculaires de polyéthylène :

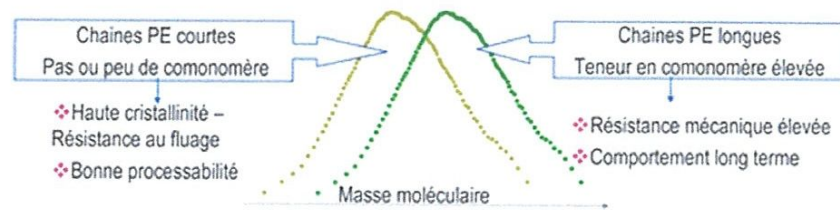


Figure.6 Chaînes macromoléculaires du PE. [10]

2.8. Histoire du PE pour tubes: La figure ci-dessous représente l'évolution des tubes en PE dans le temps. [10]

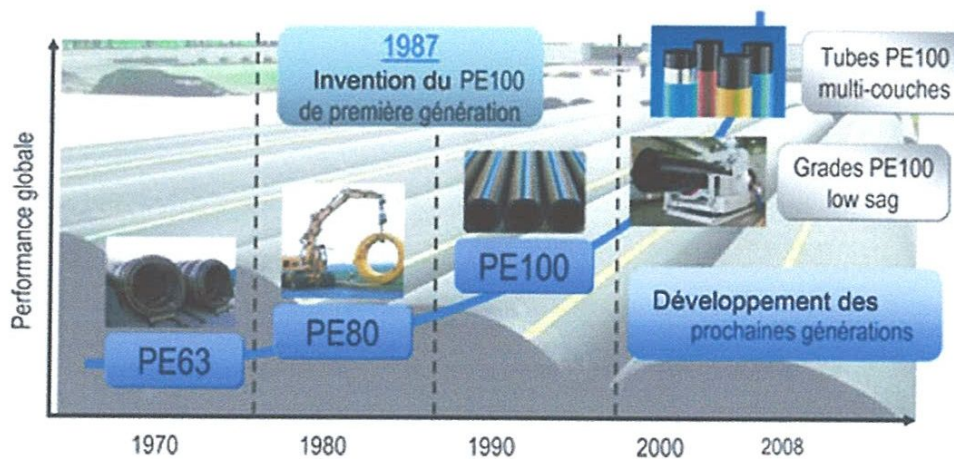


Figure.7 L'évolution des tubes en PE. [10]

2.9. Matière première et propriétés:

Par rapport aux matériaux traditionnels, le polyéthylène offre plusieurs avantages : Légèreté, Flexibilité et élasticité, Installation rapide et facile, Pas de corrosion, Bonne résistance chimique, Pas de fuites, Faible friction / faible perte de charges, Meilleure qualité de l'eau transportée, Facilité d'installation des connexions et des branchements, Pas d'encrassement. [10, 12-14]

Grâce à ces propriétés, de nombreux pays ont adopté le PE comme la solution idéale pour les réseaux de distribution eau et gaz.

a) **La légèreté:** Elle permet une manutention facile de produits et par conséquent une main d'œuvre réduite, moins de machines et les tubes polyéthylène flottent.

Ductile Iron VRS/N

100	150	200	250	300
20.2	30.4	41.2	53.4	67.4

PE 100

125	180	250	315	355
2.7	5.6	10.7	17.0	21.7

Pois par Mètre de tube pression (PN 10)



Figure.8 Poids par mètre de tube pression. [10]

b) **Flexibilité et installation:** Elle permet de suivre le terrain, de diminuer le nombre de connexions et de rendre le tracé du réseau plus facile. Elle permet aussi de les transporter et de les stocker en tourets. On peut enrouler jusqu'à 360 m de tube par touret pour un diamètre de 160 mm, et plusieurs kilomètres pour les petits diamètres, permettant ainsi d'avoir de grandes longueurs.



Figure.9 Flexibilité des tubes en PEHD. [10]

Les avantages résultants sont:

- De grandes longueurs,
- Moins de connexions et soudures,
- Moins de manipulations et manutention,
- Moins de risques de fuite,
- Suit la forme du terrain,

Ceci représente un gain de temps et d'argent et une amélioration de la fiabilité. Cette propriété permet également l'utilisation de techniques d'installation récentes telles que: Tranchée étroite, Tubage simple, Tubage par U en C-lining, Tubage par swagelining, Tubage par éclatement de conduit, etc...

c) Flexibilité, élasticité et opération: Elle contribue à la durée de vie des tubes car elle procure :

- Une excellente résistance aux variations de pression, aux coups de bélier, ...
- Une relaxation de contrainte liée aux contraintes internes (charges constantes ou trafic routier par exemple),
- Une résistance aux mouvements de terrain, tremblements de terre,
- Une résistance aux chocs (machines,...).

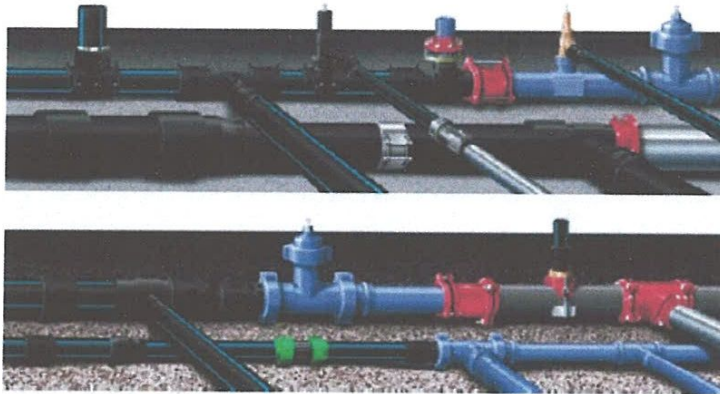


Figure.10 Elasticité et flexibilité des tubes en PEHD. [10]

A l'issue du grand tremblement de terre à Kobe (Japon), le 17 janvier 1995, l'expertise a dénombré 26 459 ruptures de tubes. Les matières utilisées étaient le polyéthylène, le PVC, la fonte ductile, l'acier et le béton. Le nombre de ruptures sur le tube PE s'élève à ZERO.

d) La soudabilité du polyéthylène et l'absence de fuites: Une connexion mécanique provoque souvent un risque de fuite. Pour garantir un réseau sans fuite, il y a deux méthodes :

- Limiter le nombre de connexions, ce qui est réalisable avec les tubes polyéthylène qui peuvent être installés en grandes longueurs.
- Éviter les connexions mécaniques en réalisant des soudures entre les tubes polyéthylène.



Figures.11 Installation en PEHD. [10]

2.10. Les propriétés mécaniques

Il existe 3 propriétés mécaniques essentielles pour caractériser le PE: [10, 15]

- La courbe de regression.
- La propagation rapide de fissure (RCP).
- La propagation lente de fissure (SCG).

a- La courbe de regression:

La courbe de régression est réalisée en faisant des essais de pression hydrostatique à différentes contraintes et températures afin de construire une courbe qui pourra permettre l'exploitation temps-température à 20°C jusqu'à un temps de 50 ans et assurer le dimensionnement correct des tubes dans l'application réelle.

Exemple de courbe de régression typique pour un matériau de 1ère génération :

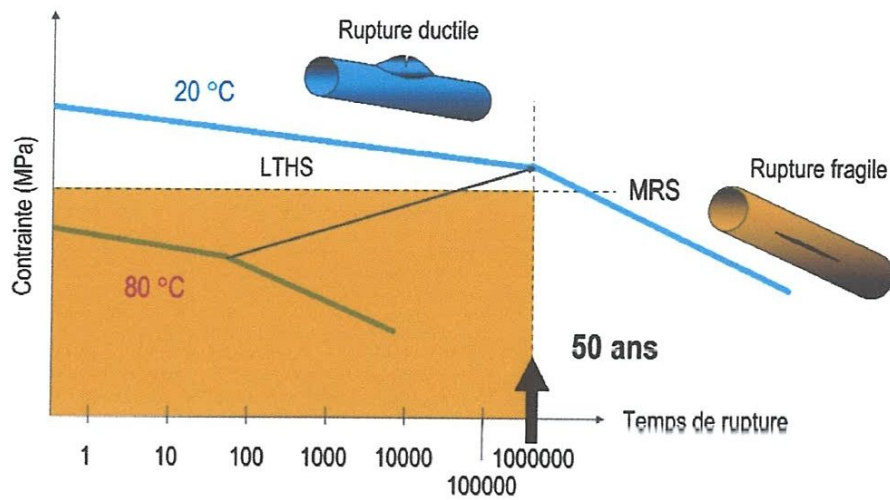


Figure.12 La courbe de regression. [10, 15]

Le test de pression hydrostatique:

Un échantillon de tube est mis sous pression dans un bac d'eau à une température définie et on observe l'évolution de ses caractéristiques en fonction du temps.

$$\sigma = P \times (D - e) / (2 \cdot e) \quad (1)$$

3 modes de rupture peuvent se produire [13, 15]:

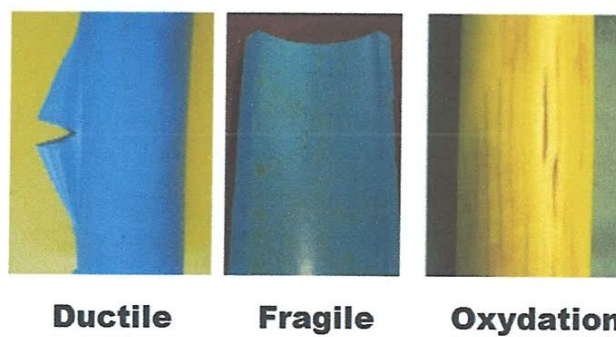


Figure.13 Différents modes de rupture des tubes en PE. [13, 15]

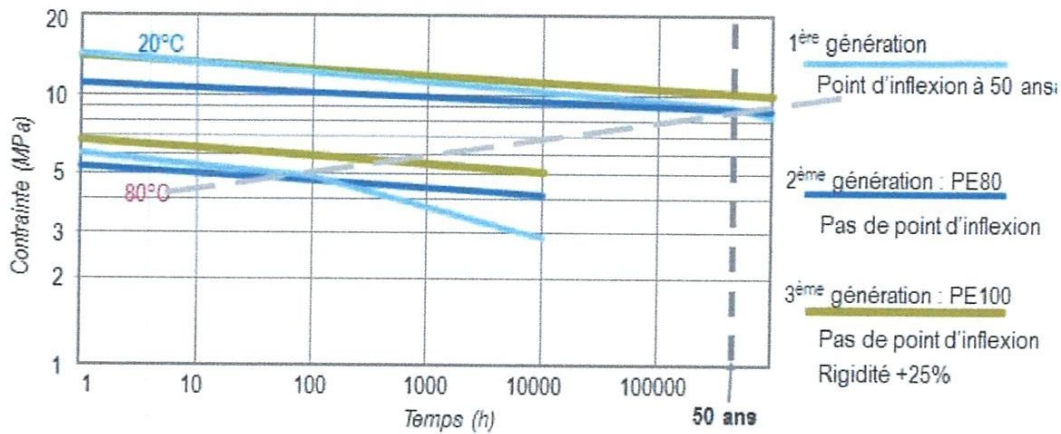


Figure.14 Evolution des grades du PE tubulaire. [10]

Les nouvelles révisions des normes ISO et EN interdisent la présence d'un point d'inflexion à 80°C avant 5000 heures.

Tableau 1: La classification MRS (minimum required strength): [10]

	LPL (La Limite De Production inférieur) en MPa	MRS (Force Requite Minimal) en MPa
PE80	8.0 à 9.9	8.0
PE100	10.0 à 11.2	10.0

b) La Propagation Rapide de Fissures (RCP, Rapid Crack Propagation):

Sous des conditions sévères telles qu'une pression élevée et/ou une température basse, un impact sur un tube sous pression peut conduire à une fissuration rapide pouvant se propager sur plusieurs centaines de mètres, dans le cas de canalisations rigides de types métalliques.

c) La Propagation Lente de Fissure (SCG, Slow Crack Growth):

C'est un processus de vieillissement de la résine à long terme conduisant à une rupture dite fragile. Ce processus est accéléré par les rayures et pierres en contact avec le tube.

Elle peut être mesurée en attendant l'apparition du point d'inflexion dans la courbe de régression, réaliste mais cher et très long, ou à l'aide du test notch (test sur tube entaillé). L'ESC est accéléré par la concentration des contraintes dans l'entaille.

2.11. Les modes de fabrication des tubes et accessoires:

L'extrusion de tubes: La ligne d'extrusion est globalement constituée de 4 zones.

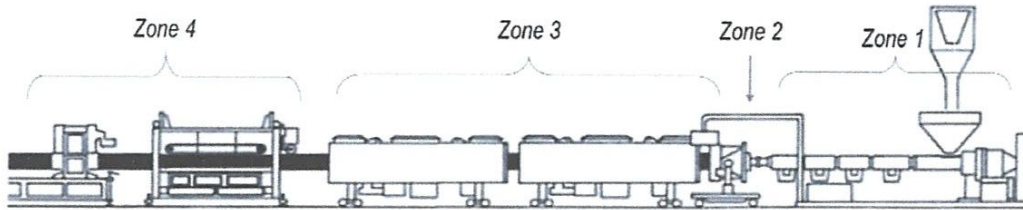


Figure.15 La ligne d'extrusion. [15]

Tableau 2: Les 4 zones de la ligne d'extrusion. [10]

	Nom	Fonction	Composants
Zone 1	Extrudeuse	Fusion des granulés de polyéthylène	Trémie, vis, fourreau
Zone 2	Tête d'extrusion	Met la matière fondue sous forme de tube	Filtres, sondes T" et pression, filière, entrefer
Zone 3	Bancs de conformation	Calibration et dimensionnement du tube	Conformateurs, bacs de refroidissement
Zone 4	Périphériques	Tirage, découpe et conditionnement du tube	Banc de tirage, scie, enrouleur

Profils de température standards pour le polyéthylène tubulaire: Les températures maximales recommandées sont :

Zone d'alimentation → 50 °C

Fourreau → 180 - 205 °C

Tête → 205 - 210 °C

Filière → 205 - 220 °C

Température de masse → 200 - 220 °C

Lorsqu'un fourreau est équipé d'une culasse rainurée, la température doit être maintenue à 50°C ou moins dans la zone d'alimentation. La différence de température de la matière fondue entre le bout de la vis et la filière ne doit pas excéder 10°C.

Le phénomène de sagging: A cause de la faible conductivité thermique du polyéthylène, la surface interne ainsi que le cœur de l'épaisseur des tubes épais restent à l'état fondu pendant un temps important. Le matériau en fusion peut alors s'écouler à l'intérieur de la paroi du tube.

Ce flux gravitationnel de polyéthylène fondu s'appelle "sagging" ou fléchissement. Le résultat est une différence parfois importante d'épaisseur en différents endroits de la paroi.

Pour les grades PE100 classiques, le phénomène apparaît pour des épaisseurs de paroi à partir de 40-50 mm.

Les facteurs influençant le sagging sont:

• **Sur la matière première** :

La tenue en fondu du grade polyéthylène (PE) considéré (→ viscosité à faibles gradients de vitesse),

La cristallinité (→ chaleur de fusion ou de cristallisation),

L'épaisseur du tube considéré.

• **Sur le procédé de fabrication** :

La température (impact sur la viscosité en fondu),

L'excentricité de la filière (pour compenser l'augmentation d'épaisseur vers le bas),

Le taux d'étirage durant l'extrusion (rapport entre le diamètre du tube et le diamètre de la filière),

L'influence du refroidissement dans le bain est relativement faible.

2.12. L'injection des accessoires (raccords) en PE100:

a) La machine d'injection :

La matière est transportée et fondue dans l'unité d'injection. Une pression est appliquée sur la vis pour faire avancer la matière fondue. Le moule est maintenu fermé durant l'injection et le refroidissement. Ensuite le moule est ouvert et la pièce moulée éjectée. [10, 14]

b) Le cycle d'injection :

Il se compose de 4 étapes de moulage principales : remplissage du moule, maintien en pression, refroidissement et plastification de la matière pour le cycle suivant, ouverture du moule, éjection de la pièce et de fermeture du moule.

- **1ère étape** - Le remplissage du moule

C'est une phase dynamique où la vis effectue un mouvement vers l'avant avec une vitesse du flux de matière imposée, soit constante, soit avec un profil. La vis joue alors le rôle de piston.

A environ 95 % du remplissage complet de l'empreinte du moule, il y a commutation, c'est-à-dire passage de la phase dynamique à la phase de maintien appelée également phase statique.

- **2ème étape** – La phase de maintien et de compactage

Une forte pression (300 à 1000 bar) reste imposée sur la matière pour permettre d'en rajouter dans la cavité de moulage (= empreinte) pour compenser le retrait dû au refroidissement de la matière et à la cristallisation du polyéthylène.

Le maintien se termine lorsque la solidification est complète au niveau du seuil d'injection.

- **3ème étape** – Le refroidissement

Il démarre en même temps que le remplissage du moule. Son temps est évalué à environ 2,5 fois l'épaisseur pièce élevée au carré. La plastification pour préparer le prochain cycle démarre quand la phase de maintien est achevée. La vis exécute un mouvement de rotation et recule vers l'arrière.

La vitesse de vis est fonction du diamètre de vis et de la masse injectée en une fois. Une contre-pression est exercée simultanément sur la vis pour assurer une bonne homogénéisation de la matière.

- **4ème étape** - Mouvement du moule et éjection des pièces

Le moule s'ouvre, la pièce est éjectée et le moule se referme pour réaliser le prochain cycle.

Références bibliographiques:

- [1] Rault J. Les polymères solides. Amorphes, élastomères, semi-cristallins, Cépaduès-Editions, Toulouse, 2002
- [2] Marque G. Absorption de l'eau par les polymères, Thèse, Université de Savoie, 2009.
- [3] Combette P. Ernoult I. Physique des polymères 1. Structure, fabrication, emploi, Presses internationales Polytechnique, 2005.
- [4] Sperling L.H. Introduction to physical polymer science, WILEY Interscience, New Jersey, 2006.
- [5] [www.Wikipedia.com].
- [6] Schultz J. M. Polymer Materials Science, Prentice-Hall International Series, New Jersey, 1974.
- [7] Mercier J.P. et Maréchal E. Traité des Matériaux, vol. 13, Chimie des Polymères, Presses Polytechniques et Universitaires, Romandes, Lausanne, 1993.
- [8] Lide D.R. CRC Handbook of Chemistry and Physics, CRC Press, 2009.
- [9] HAUDIN J.M. Elaboration des polymères, ENSMP, Paris, 2005.
- [10] [<http://www.canalisation.org/sommaire/particularites/polyethylene?start=2>]
- [11] Ehrenstein G.W. et Montagne F. Matériaux polymères. Structure, propriétés et applications, Hermès, Paris, 2000.
- [12] 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, INSA de Lyon, 2005.
- [13] Bouregghda H. Etude de l'influence de la mise en forme sur la cristallisation et les propriétés physiques des polymères, Université Hadj Lakhdar- BATNA, Mémoire de Magister, 2006.
- [14] Akermi F. Etude de la relation entre les propriétés mécaniques et l'hétérogénéité des tubes extrudés en HDPE-100 de gaz naturel par des essais de traction et d'impact mécanique, Mémoire de magister, Annaba 2005.
- [15] Handbook of polymer testing, Rapra Technology Limited, United Kingdom, 2002.

Chapitre II

Etat de l'art

1. Influence des différents paramètres de la mise en œuvre sur la morphologie et les propriétés physiques des polymères:

Il est admis que les propriétés d'un objet en matière plastique dépendent de la nature chimique des molécules qui le constituent, de leurs masses moléculaires et de la fonction de distribution de ces masses. Il est tout aussi facilement admis que ces mêmes propriétés dépendent des additifs ajoutés à la résine de base: lubrifiants, plastifiants, stabilisants, colorants, etc.... Par contre il ne parait pas évident que les conditions de mise en œuvre puissent avoir une influence déterminante sur ces propriétés.

H. Boureghda [1] a étudié l'influence des différents paramètres de la mise en œuvre sur la morphologie (cristallisation) et les propriétés physiques de certains polymères. Les polymères choisis pour sont étude sont: le PEHD, le PEHD Peroxydé, le PP et le PP Peroxydé. Pour chaque polymère il a utilisé deux masses moléculaires moyennes différentes. Le but de l'utilisation du peroxyde est de réticuler le PEHD (augmenter la masse moléculaire moyenne) et de couper les chaînes du PP (diminuer la masse moléculaire moyenne). Pour chaque polymère, des éprouvettes sont injectées avec deux vitesses d'injection et à deux températures différentes, ce qui a permis l'obtention de 16 échantillons à étudier (**Tableau.1**). Ces derniers ont été soumis à des essais de DSC, des essais de traction et a étude de la morphologie par un microscope optique.

Tableau 1: les échantillons à étudier en fonction de paramètres d'injection.

PEHD 180°C, V min	PEHD 180°C, V max	PEHD 220°C, V min	PEHD 220°C, Vmax
PEHD Peroxydé 180°C, Vmin	PEHD Peroxydé 180°C, Vmax	PEHD Peroxydé 220°C, Vmin	PEHD Peroxydé 220°C Vmax
PP 190°C, V min	PP 190°C, V max	PP 230°C, Vmin	PP 230°C, V max
PP Peroxydé 190°C, V min	PP Peroxydé 190°C, V max	PP Peroxydé, 230°C, Vmin	PP Peroxydé 230°C, Vmax

Les résultats obtenus, par type d'essai, sont les suivants:

* Résultats des essais de la DSC:

La calorimétrie à balayage différentiel (DSC) sert à étudier les transitions thermiques d'un polymère. Pour accéder aux températures de fusion et recristallisation des échantillons en PEHD et PP, la température est montée de 20°C à 200°C et descendue

en suite de 200°C à 20°C avec une vitesse de 10°C/min. Les températures de fusion et de cristallisation sont résumées dans le (Tableau.2).

Tableau 2: Résultats de la DSC. [1]

	Température de fusion	Température de cristallisation	2 ^{ème} Température de fusion	2 ^{ème} Température de cristallisation
PEHD 180 ^o Vmin	171	123		
PEHD 180 ^o V max	171	124		
PEHD 220 ^o Vmin	169	123		
PEHD 220 ^o V max	169	123		
PEHD Peroxydé 180 ^o Vmin	170	121	165	122
PEHD Peroxydé 180 ^o Vmax	171	123	166	123
PEHD Peroxydé 220 ^o Vmin	171	123	165	123
PEHD Peroxydé 220 ^o Vmax	171	123	166	123
PP 190 ^o Vmin	167	117		
PP 190 ^o Vmax	167	118		
PP 230 ^o Vmin	168	117		
PP 230 ^o Vmax	169	118		
PP Peroxydé 190 ^o Vmin	168	119	162	119
PP Peroxydé 190 ^o Vmax	167	119	161	120
PP Peroxydé 230 ^o Vmin	169	118	161	117
PP Peroxydé 230 ^o Vmax	167	119	162	118

La principale conclusion des essais de la DSC, pour les échantillons sans peroxyde, est que leurs températures de fusion et de cristallisation ne varient pas avec les paramètres de la mise en forme (injection). La même question peut être tirée du premier passage des échantillons peroxydés. Mais on remarque que par contre pour le PEHD peroxydé et le PP peroxydé qu'au deuxième passage les températures de fusion sont différentes de celle du premier passage, et les températures de cristallisation restent pratiquement les mêmes. Cette différence de température de fusion est due à la nouvelle activité du peroxyde et de la suppression au deuxième passage du procédé de l'histoire thermique de notre polymère.

**** Résultats des essais de traction:**

Les échantillons sont sollicités en traction uniaxiale jusqu'à rupture pour déterminer leurs caractéristiques mécaniques. Les paramètres déterminés après chaque essai sont:

- Charge maximale de l'essai;
- Charge apparente à limite d'élasticité;
- Charge ultime à l'instant de rupture;
- A% (l'allongement).

La force de chargement utilisée été de 50 daN et la vitesse de déformation 50mm/min. Les valeurs moyennes, des différents paramètres, obtenues sont résumées dans le (Tableau.3).

Tableau 3 : Les résultats des essais de traction (valeurs moyennes). [1]

	Contrainte Max (Mpa)	Déformation (%)	Contrainte rupture (Mpa)	Déformation rupture (%)	Module (Mpa)
PEHD 180⁰V min	30,16	14,24	10,76	359,75	578,73
PEHD 180⁰V max	28,83	15,60	12,54	635,88	530,33
PEHD 220^o Vmin	27,85	15,67	10,94	727,33	547,03
PEHD 220⁰V max	28,72	15,52	12,82	680,17	563,51
PEHD Peroxyde 180^o Vmin	24,47	13,61	18,49	728,78	479,13
PEHD Peroxyde 180^o Vmax	24,12	13,41	18,42	719,71	464,48
PEHD Peroxyde 220^o Vmin	23,74	13,36	18,41	633,20	464,22
PEHD Peroxyde 220^o Vmax	23,73	14,34	24,73	907,06	458,24
PP 190^o Vmin	39,04	16,20	16,68	133,57	739,77
PP 190^o Vmax	38,37	17,30	16,28	190,59	649,23
PP 230^o Vmin	33,71	19,19	19,83	210,48	566,13
PP 230^o Vmax	35,24	18,48	19,27	201,66	578,51
PP Peroxyde 190^oVmin	31,35	18,39	29,67	916,94	548,91
PP Peroxyde 190^oVmax	30,61	19,32	31,09	942,57	539,03
PP Peroxyde 230^oVmin	31,85	18,40	28,85	915,36	564,33
PP Peroxyde 230^oVmax	31	18,14	32,15	996,20	541,49

Ces résultats ont révélé les points suivants:

- La fatigue intervient aux basses températures dans le cas des polymères non peroxydés (effet de la température d'injection);
- Le durcissement de contraintes est observé avec les PEHD peroxydés injectés à la vitesse V_{max} , mais pas avec ceux injectés à la vitesse V_{min} (effet de la vitesse d'injection);
- Le module de Young est plus faible dans le cas des échantillons peroxydés que dans le cas des échantillons non peroxydés. La même tendance est remarquée pour la contrainte maximale. Ceci est dû à l'effet de la peroxydation (masse moléculaire moyenne).

*** Résultats de l'observation microscopique:

L'auteur a pris des lamelles de $10\mu\text{m}$ de la surface et du cœur des éprouvettes. Des photos de la morphologie des échantillons ont été prises par un microscope optique.

Les images obtenues n'ont rien montré et les sphérolites ne sont pas apparues. Donc l'influence des paramètres de mise en œuvre sur la morphologie des échantillons n'a pas été réalisée à cause de la limite de la technique utilisée (microscopie optique) pour l'observation de la morphologie des échantillons.

Pour résoudre ce problème l'auteur aura du utiliser un microscope électronique plus précis.

Après ces résultats décevants et inattendus, l'idée qui a germé est d'étudier la recristallisation des échantillons avec ou sans peroxyde. Bien qu'avec cette manipulation les influences de la mise en œuvre sont supprimées cela a permis d'avoir une idée sur la cristallisation des échantillons.

**** Résultats de la recristallisation:

La recristallisation est pratiquée par la montée en température de 20°C à 200°C à raison de $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$. Les photos de la recristallisation du PEHD et PEHD Peroxydé sont présentées dans les (Figures.1 et 2).

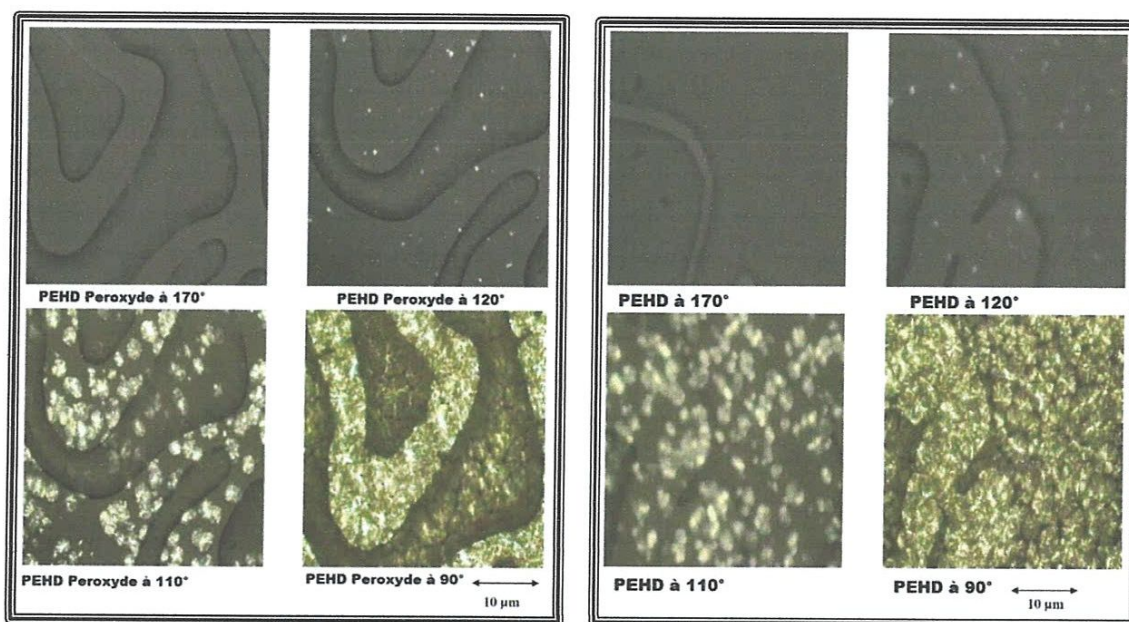


Figure.1 Recrystallisation du PEHD. [1]

Figure.2 Recrystallisation du PEHD Peroxydé. [1]

La comparaison de la cristallisation finale dans les deux figures précédentes laisse penser que le PEHD peroxydé est moins cristallin que le PEHD. Ce qui explique les phénomènes observés lors des essais de traction. Les échantillons peroxydés sont plus souples que ceux non peroxydés (Module de Young et contrainte maximale plus faibles et déformation à la rupture plus importante). Cette souplesse peut être expliquée par la présence d'une phase amorphe (phase souple) plus importante et non pas à la souplesse des chaînes elles-mêmes.

2. Relations microstructure-propriétés du polyéthylène de haute densité:

Les performances accrues, en terme de durée de vie, des PEHD de dernières générations, comme il a été évoqué dans les réf. [1-3, 4], mettent à rude épreuve les tests usuels d'homologation qui ne peuvent plus être réalisés dans une échelle de temps raisonnable. En outre, l'apparition récente de matériaux PE dits de troisième génération pose la question de la compréhension de l'origine de l'amélioration du comportement mécanique, ainsi que de l'optimisation du compromis coût-rigidité-durabilité. La mise en place d'un test de durée de vie passe par la compréhension des mécanismes de déformation, quelle que soit la sollicitation. L'investigation de l'origine structurale de ces mécanismes, liée à la synthèse et à la mise en œuvre, est donc essentielle pour la

recherche du meilleur compromis. De nombreuses études ont abordé ces paramètres de façon indépendante, mais très peu les ont intégrés simultanément pour une compréhension globale du problème. Cazenave [3] a intégré tous les facteurs de la structure multi-échelle de ces matériaux semi-cristallins pour contribuer au meilleur choix et apporter la compréhension des relations microstructure-propriétés de polyéthylène de haute densité issus de diverses catalyses de synthèse, pour l'application extrusion-soufflage de corps creux. L'ensemble du travail effectué par Cazenave [3] est divisé en trois parties. La première partie a été consacrée à la caractérisation de l'architecture moléculaire des différents matériaux de l'étude et d'un certain nombre de propriétés physiques essentielles. Ceci dans le but d'étudier le rôle de chaque paramètre sur les mécanismes de déformation et les propriétés mécaniques. La deuxième partie a abordé les résultats obtenus à la suite des différentes analyses mécaniques. Plus particulièrement, les données ESCR sont présentées comparativement aux résultats de plusieurs types d'essais à court terme dans le but d'établir la pertinence de ces derniers en termes de capacité prédictive de la durée de vie. La troisième partie traite la caractérisation exhaustive des matériaux par la technique de diffusion des rayons X.

Les matériaux étudiés sont issus des trois types de catalyse. Pour simplifier, nous adopterons les notations Cr1, Cr2, ZN et M pour les composés issus de catalyse chrome première génération, chrome seconde génération, Ziegler-Natta et métallocène, respectivement. Pour identifier les différents PE d'une même famille, à la suite de chaque notation un chiffre croissant avec la diminution de la densité.

*** Résultats des essais industriels:**

- Mesure de densité et de l'indice de fluidité:

Les produits de l'étude ont été choisis principalement pour leur différence de densité, découlant de propriétés structurales et ayant pour conséquence des variations de propriétés mécaniques. Les valeurs de densité sont résumées dans le (Tableau.4).

Tableau 4: valeur de densité mesurée par colonne à gradient: Melt index pour diverses masses. [3]

GAADES	Densité	MI2	HLMI	MI5	FFR
Chrome 1		dg/min	dg/min	dg/min	
Cr11	0.961	0.84	53.5	3.48	63.7
Cr12	0.960	0.58	45.8		79.4
Cr13	0.959	0.29	26.4		92.6
Cr14	0.958	0.28	26.1	1.33	93.2
Cr15	0.954	0.19	19.6		102.6
Cr16	0.951	0.27	25.5	1.28	94.4
Chrome 2					
Cr21	0.959	0.32	24.9	1.42	77.8
Cr22	0.957	0.19	17.0	0.86	89.5
Cr23	0.954		12.5		
Cr24	0.954	0.26	21.5	1.23	82.7
Cr25	0.942	0.20	17.0	0.88	85.0
Cr26	0.939	0.20	18.7	0.95	93.5
Cr27	0.938	0.14	13.4	0.64	95.7
Cr28	0.934	0.13	14.1	0.68	106.0
ZN blmodaux					
ZN1	0.959	0.27	26.0		96.3
ZN2	0.954	0.1	6.8	0.23	68.0
Métallocène					
MI	0.947		26.0		
M2	0.934		24.0		

Ces résultats montrent en premier lieu que les se classent au sien d'une même famille par indice de fluidité décroissant quand la densité diminue. Aussi la comparaison entre famille montre que la famille Cr1 possède, à densité équivalente, des indices de fluidité plus élevés que la famille Cr2, elle-même supérieure à la famille ZN, comme illustré sur la (Figure.3).

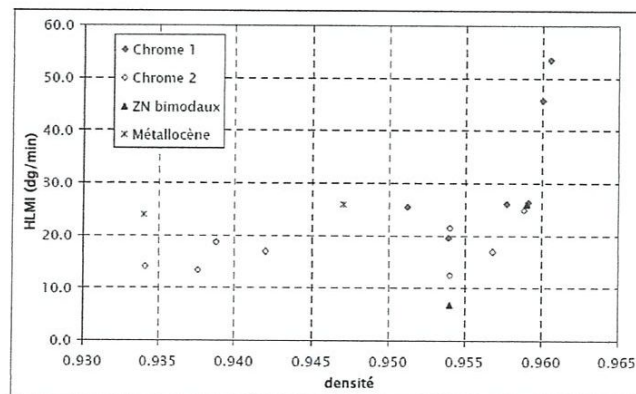


Figure.3 Evolution de HLMI en fonction de la densité et de catalyse. [3]

Ce résultat souligne que la distribution de masse plus large des produits de Cr2 ralentit l'écoulement et que la bimolécularité des produits de la famille ZN joue un rôle important sur la fluidité. Enfin, dans la famille Cr1 les 2 produits de plus haute densité ont des MI très élevés par rapport à tous les autres, du fait de la présence très probable de chaînes courtes facilitant l'écoulement.

- *Analyse RMN:*

Les résultats des mesures du taux de comonomères global par analyse RMN du C¹³ sont donnés dans le (Tableau.5). Le taux de comonomères hexène, ou C6, peut être exprimé en pourcentage massique ou molaire par unité éthylène. La (Figure.4) représente la relation entre le taux de C6 et la densité pour toutes les familles de composés.

Tableau 5: Résultats d'analyse RMN. [3]

GRADES	Analyse RMN			Lp	djLp
	C6	C6	d		
Chrome 1	%wt	%mol	(nm)	(nm)	
Cr11	0	0.0	-	22.8	-
Cr12	0	0.0	-	22.9	-
Cr13	0	0.0	-	22.5	-
Cr14	0	0.0	-	22.6	-
Cr15	0.5	0.2	141	21.6	6.5
Cr16	0.6	0.2	1 1 7	20.5	5.7
Chrome 2					
Cr21	0.5	0.2	141	23.2	6.1
Cr22	0	0.0	-	22.7	-
Cr23	0.4	0.1	176	22.6	7.8
Cr24	0.3	0.1	235	21.9	10.7
Cr25	2.3	0.8	30	18.4	1.6
Cr26	3.3	1.2	21	17.5	1.2
Cr27	3.5	1.3	20	17.7	1.1
Cr28	4.9	1.8	14	1 7.1	0.8
ZN bimodaux					
ZN2	0.3	0.1	235	21.9	10.7
ZN2	0.5	0.2	141	22.2	6.4
Métallocène					
M1	0.4	0.1	176	21.3	8.3
M2	2.5	0.9	28	17.2	1.6

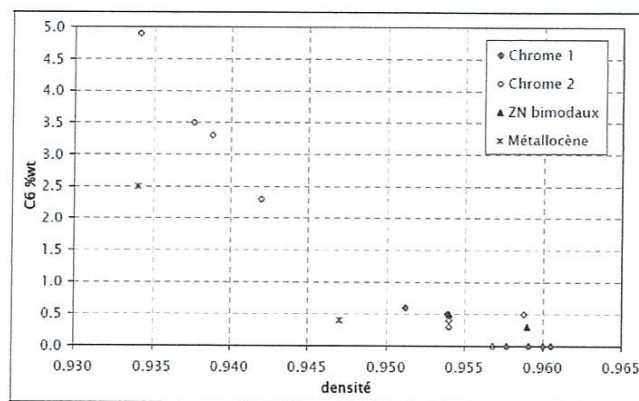


Figure.4 Evolution du taux de C6 en fonction de la densité et de la catalyse. [3]

La première observation consiste à relever que le taux de comonomère diminue quand la densité augmente. En outre, pour les plus fortes densités ce taux est presque nul et il devient difficile de distinguer les produits des familles Cr1, Cr2 ou ZN. Concernant les produits de catalyse métallocène, on peut constater qu'il faut deux fois moins de comonomères pour atteindre le même niveau de densité qu'un produit de catalyse Chrome. Ceci est dû à une distribution plus homogène du motif comonomère sur les chaînes qui optimise l'efficacité de ce dernier à faire chuter la cristallinité.

** Résultats des analyses thermiques:

Il s'agit ici de caractériser dans un premier temps la structure de nos matériaux à partir du thermogramme de fusion à $+ 10^\circ/\text{min}$. La seconde partie consistera à étudier la faculté des résines à cristalliser à haute et basse température, grâce à une méthode de cristallisation isotherme fractionnée.

- La fusion:

A partir des données de DSC, l'auteur a calculé l'énergie de surface des lamelles cristallines par la relation de Gibbs-Thomson décrite par la ref. [3]. La (Figure.5), montre une tendance à l'augmentation de l'énergie de surface quand la densité diminue. Ce paramètre thermodynamique est sensible aux modifications de la topologie moléculaire dans l'état solide. Il est directement lié au degré de désordre dans la couche interlamellaire, à savoir le repliement plus ou moins régulier des chaînes lors de la cristallisation et la présence de chaînes de liaisons intercristallines. Par conséquent, on peut conclure à l'augmentation de désordre topologique dans les

copolymères avec la diminution de la densité, et notamment une augmentation de la densité de chaînes liantes.

Dans cette étude les résultats concernant la corrélation entre σ_E et le taux de comonomères ne sont pas très significatifs par rapport à ceux des études réf. [5 et 6].

Les produits haute densité ont des taux de comonomère trop proches pour être discriminés par cette technique.

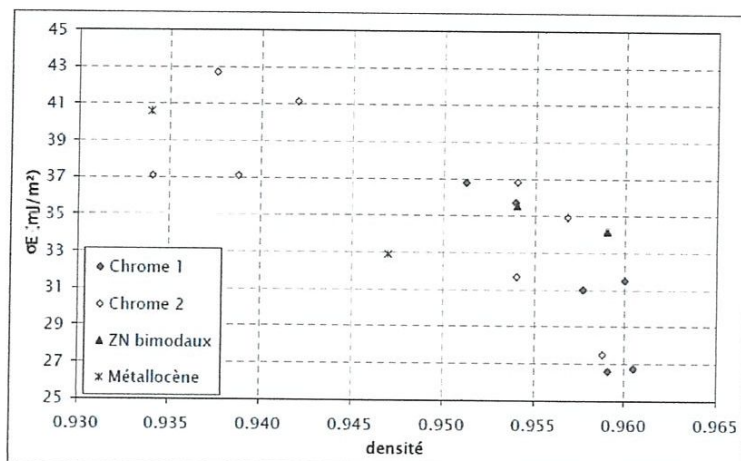


Figure.5 Energie de surface en fonction de la densité et de la catalyse. [3]

*** Résultats de la microscopie:

- Microscopie optique:

Dans les cas du PE de cette étude, l'observation s'est avérée beaucoup plus délicate que pour d'autres matériaux polymères. En effet, la très petite taille des entités cristallines interdit tout compactage ou toute mesure de taille. La (Figure.6), montre l'observation d'entités de diamètres de l'ordre de quelques dizaines de microns pour les plus grandes. Malgré la limitation de cette technique d'observation par la taille des entités, elle a permis tout de même d'observer que la structure cristalline obtenue après cristallisation est sphérolitique.

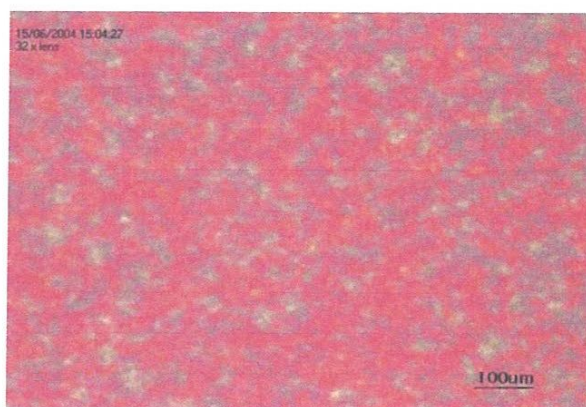


Figure.6 Observation de la cristallisation par microscopie optique. [3]

- Microscopie électronique à transmission:

Pour une caractérisation approfondie par MET les échantillons ont subi un traitement thermique ($T_c=126^\circ\text{C}$ et $t=24\text{h}$ pour le Cr16). Les échantillons ont été marqués au RuO_4 (4% en solution) pendant 24h. La (Figure.7), donne une vue d'ensemble de l'échantillon. On peut observer la présence de sphérolites de deux diamètres : l'un de l'ordre du micron et l'autre de 500nm; correspondant aux deux entités cristallisées lors du traitement thermique.

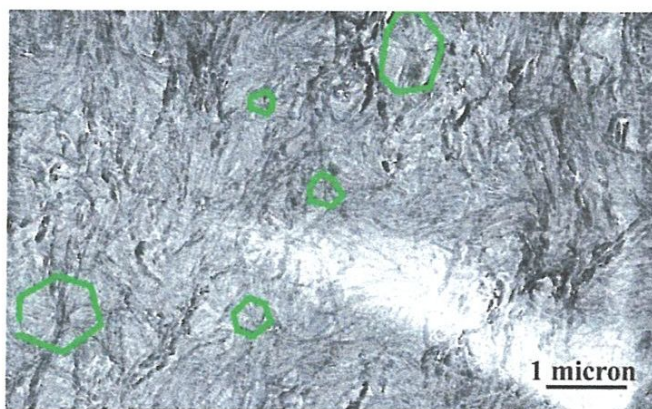


Figure.7 Image MET de la structure sphérolitique obtenue après traitement thermique. [3]

Le choix des tests d'homologation des polyéthylènes en vue d'applications nécessitant une grande durabilité est devenu difficile suite à l'apparition des résines de dernière génération. Il devenait impératif de définir un essai permettant d'évaluer toutes les résines dans les mêmes conditions.

*** Comportement mécanique en fluage:**

Les résultats de fluage semblent s'opposer aux résultats d'ESCR. La résistance au fluage est d'autant meilleure que la densité est élevée, alors que l'ESCR augmente quand la densité diminue. Donc on ne peut pas comparer ces deux essais si on s'intéresse à la durée de vie de matériaux pour application extrusion soufflage. Selon l'auteur cette discordance avec les résultats relatifs aux PE, dans d'autres études, peut s'expliquer par le fait que les contraintes locales subies par le matériau sont d'autant plus faibles que leur densité est faible. Cela conduit à des temps de vie plus long pour des PE de basse densité.

**** Relaxation de contrainte:**

Dans ce test Cazenave [3] a mesuré l'évolution de la contrainte en fonction du temps durant les 15 premières minutes de l'essai. La (Figure.8), représente cette évolution pour deux matériaux de densités différentes. Elle montre que le niveau de contrainte maximale en début d'essai, ainsi que la contrainte finale sont inférieures pour le produit de plus faible densité.

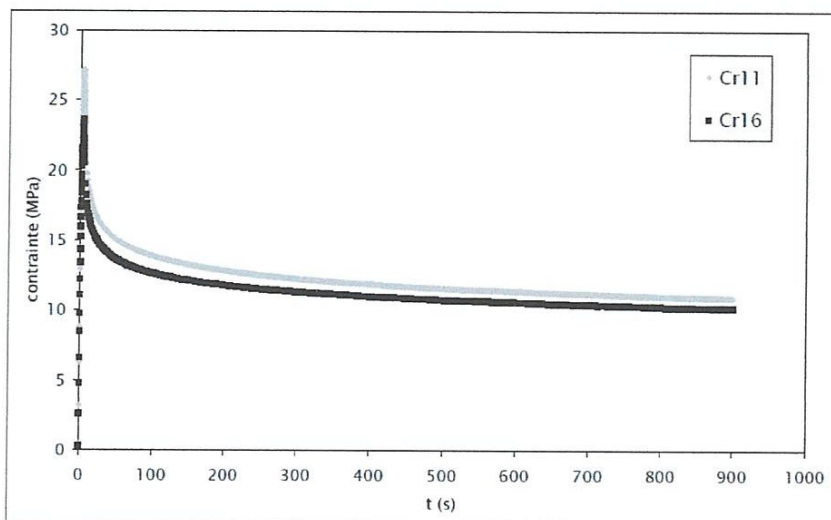


Figure.8 Courbe de relaxation de contrainte en fonction du temps. [3]

***** Traction uniaxiale:**

Sur une courbe de traction nominale on peut déterminer divers paramètres caractérisant le matériau: module, contrainte au seuil d'écoulement, déformation,

contrainte à la rupture et durcissement. Dans cette étude Cazenave [3] a aussi évalué le taux de déformation naturel qui caractérise le matériau.

- *Les caractéristiques issues des courbes de traction:*

Les modules sécants sont déterminés à 2% en déformation. La contrainte à la rupture est exprimée en contrainte vraie. Le durcissement est défini par la pente de la variation de la contrainte en fonction de la déformation dans la zone terminale de la traction, après que la striction est propagée tout le long de l'échantillon. Les résultats sont regroupés dans le (Tableau.6).

Tableau 6 : Résultats de traction uni-axiale. [3]

	E	σY	ϵ_{max}	σr	γ
	(MPa)	(MPa)		(MPa)	(MPa)
Chrome I					
Cr11	1060	25.9	12.3	380	46
Cr12	1050	26.3	10.7	340	42
Cr13	1100	27.2	11.0	380	51
Cr14	1050	26.2	11.2	400	51
Cr15	910	23.5	8.9	270	44
Cr16	900	23.0	9.0	270	44
Chrome 2					
Cr21	1080	27.1	11.0	410	57
Cr22	990	25.6	10.3	380	59
Cr23	930	24.8	9.5	340	53
Cr24	990	25.7	10.0	350	54
Cr25	610	18.3	7.9	230	41
Cr26	550	16.3	8.0	250	44
Cr27	520	16.4	7.6	220	43
Cr28	470	15.2	7.3	220	43
ZN bimodaux					
ZN1	1020	26.7	9.2	310	44
ZN2	840	24.1	8.3	280	50
Métallocène					
M1	780	21.3	12.6	440	52
M2	530	15.7	9.2	340	55

On peut constater que tous les résultats évoluent de façon monotone parallèlement aux mesures de densité, et aux valeurs d'ESCR: quand la densité diminue, les valeurs du module, du ϵ_{max} et de la contrainte à la rupture diminuent. La comparaison des deux séries montre que les propriétés sont équivalentes à même densité. Par exemple, si on compare les matériaux Cr13 - Cr21 d'une part et Cr15 - Cr23 d'autre part, les 3

premières propriétés sont quasiment identiques. La contrainte à la rupture diffère légèrement.

Les résultats de durcissement sont présentés sur la (Figure.8), qui montre une grande dispersion révélatrice d'une incertitude élevée sur la mesure. Dès lors on peut difficilement discriminer les produits par cette méthode.

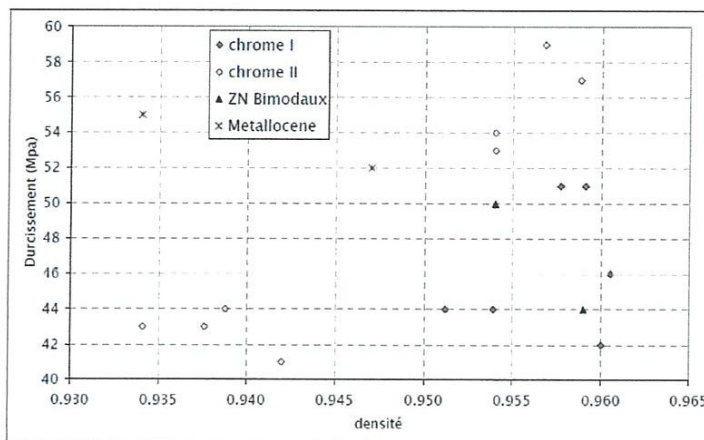


Figure.8 Evolution de durcissement en traction uni-axiale. [3]

- Taux de déformation naturel:

Il correspond aux taux de déformation délimitant la fin du plateau de propagation de la striction et le début du durcissement sur la courbe de traction. Ce paramètre peut être déterminé à partir de cette définition, mais l'expérience montre une assez forte incertitude. Les résultats des mesures du taux de déformation naturel et de la recouvrance sont représentés sur les figures suivantes (Figures 9 et 10) en fonction de la densité et du type de catalyse.

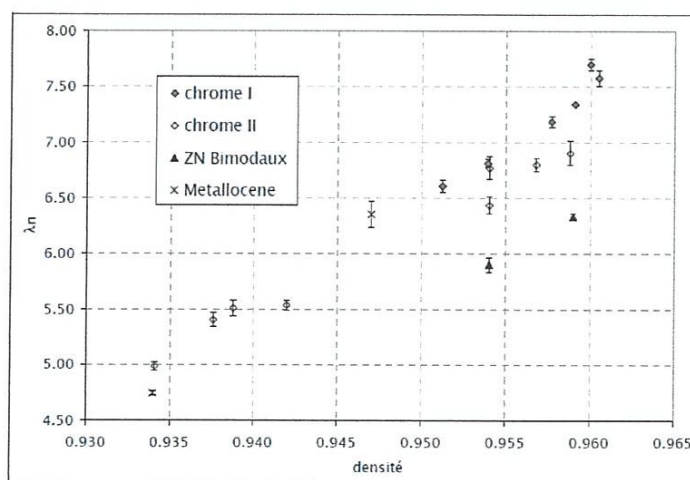


Figure.9 Variation du taux naturel de déformation. [3]

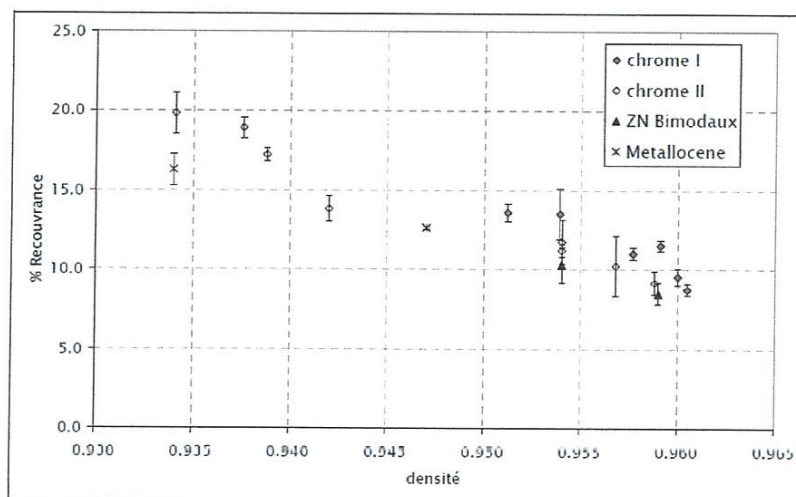


Figure.10 Variation de la recouvrance après 24h. [3]

Dans l'interprétation du polymère semi-cristallin en termes de réseau, un matériau possédant un réseau peu déformable sera aussi celui ayant plus grande faculté à relaxer la déformation. Cela est vérifié sur la (Figure.10) si on considère l'évolution du pourcentage de recouvrance avec la densité. Quand la densité diminue le taux de déformation naturel diminue et le pourcentage de recouvrance augmente. En revanche il devient plus difficile de conclure concernant la comparaison entre familles à densité égale. En effet, la proximité des échantillons et l'erreur accumulée sur la mesure et le calcul de la recouvrance tendent à montrer que les matériaux ne sont pas discriminables dans cette zone. Il faut néanmoins conclure à la fiabilité du test de mesure du taux de déformation naturel. En effet, il permet par un simple essai de traction d'obtenir un résultat rapide et reproductible, ainsi qu'un classement d'échantillons proches par leur microstructure analogue à un test de durée de vie.

3. Durée de vie en service des tubes en polyéthylène:

Pour les catégories modernes de tube en PE des durées de vie de 50 ans sont prévues. Comme la réparation et la réadaptation des systèmes existants de tube impliquent d'immenses coûts, la question de leur état qualitatif doit être considérée.

A. Frank [7] a testé quatre tubes utilisés dans la distribution de gaz et d'eau en Autriche ayant servis pendant 30 ans. Après une étude morphologique et mécanique, une attention particulière a été donnée à la stabilisation du matériau, qui est essentielle pour des applications à long terme.

Des outils de mécanique de rupture ont été utilisés pour obtenir l'information sur la résistance à la progression de la fissure. En outre, un procédé d'extrapolation de mécanique de rupture a été appliqué pour prévoir la vie de service restante des tubes.

Les quatre tubes en polyéthylène de catégories inconnues et de différents âges (1976-1988) ont été étudiés : un tube d'eau noir de 1988 (DN160 SDR11) et trois tubes jaunes transportant le gaz de 1987 (DN110 SDR11), de 1981 (DN160 SDR11), et 1976 (DN160 SDR17). La température dépendant du module de stockage et le facteur de perte ont été déterminés au moyen d'analyse mécanique dynamique (DMA) avec un DMA/SDTA861e (Mettler Toledo GmbH, CH) à un taux de chauffage de 3 K/min.

- Les résultats ont été comparés aux spécimens d'un tube moderne du PE 100 (Hortlen CRP 100, polyoléfine de Bussell GmbH).
- La cristallinité (DSC) a été mesurée avec un DSC822 (Mettler Toledo GmbH, CH) à un taux de chauffage de 10 K/min.
- Le temps d'induction d'oxydation (OIT) a été mesuré près de la position de tube intérieure de mur avec un DSC du type 2920 (instruments de TA, Etats-Unis).
- Des additifs ont été détectés par la chromatographie liquide de rendement élevé (CHROMATOGRAPHIE LIQUIDE SOUS HAUTE PRESSION) avec la série 1200 de technologies d'Agilent (technologies d'Agilent, Etats-Unis).

Tableau 7: Quelques propriétés de la matière première des vieilles tubes. [7]

	1976	1981	1987	1988	GM5010T2 1991	Finathene 3802B, 1993
Couleur	Jaune	Jaune	Jaune	Noir	Noir	Noir
Dimension de tube	160SDR17	160SDR11	110SDR11	160SDR11	Granules	Granules
Densité 23 OC [kg/m³]	944.9	940.4	942.2	947.5	954	949
MFR 190/5 [g/10 min]	1.42	1.05	0.84	0.47	0.43	0.95
MFR 190/21.6 [g/10 min]	29.37	22.3	16.9	9.21	12.7	18.2
MFRI21.6/5	21	21	20	20	30	19
M_w [g/mol]	111800	114000	185000	190000	334000	218000
M_n [g/mol]	15900	13950	105001	14051	14000	21000
PDI	7	8.2	17.7	13.5	23.6	10.6

Le (**Tableau.7**) récapitule quelques propriétés de la matière première des vieilles tubes.

Tandis que pour les tubes jaune de gaz la densité était trouvée en-dessous de 945 kg/m³, la conduite d'eau noire de 1988 présente la densité la plus élevée avec 947.5 kg/m³.

Comparé aux deux matériaux de référence, la densité de tous les matériaux des tubes était inférieure au matériau d'origine. Les débits de fonte sont dans une gamme typique pour le PE-HD de ce temps.

Cependant, la valeur pour le tube de 1988 est comparable au PEHD. Le tube de 1988 a le poids la plus élevée de la moyenne de masse moléculaire M_w .

La masse moléculaire des pipes de 1976 et de 1981 est très semblable, alors que les valeurs des pipes de 1988 et de 1987 sont comparables.

Cependant, pour tous les vieux tubes, M_w est inférieur à la masse moléculaire des matériaux de référence, qui pourraient être un résultat de dégradation ou de la réticulation de polymère (des molécules réticulées n'ont pas été détectées dans GPC).

Le rapport du M_w et du moyen de poids moléculaire M_n représente l'index de multi-dispersion (PDI) comme indicateur caractéristique du de la distribution de masse moléculaire

Tous les matériaux ont pu être identifiés en tant que chrome-basé de PE catalysé avec de l'hexane pour les matériaux de tube de 1988, 1976, et 1981 et butène pour le matériau de tube de 1987. De même, la densité des branches à chaînes courtes est dans une marge typique.

La cristallinité α a été étudiée avec DSC à trois positions différentes dans l'épaisseur du tube, près de la surface intérieure et externe et au milieu. Les résultats dans la (**Figure.11**) montrent encore l'influence du refroidissement du tube pendant le traitement. Pour tous les tubes, le plus bas α a été trouvé à la position externe de la paroi du tube.

Avec une distance croissante de la surface refroidie, le matériau a eu plus de temps pour se cristalliser. Tandis que pour les matériaux des tubes de 1976, 1981, et 1987, α change entre 46 et 51%, les cristallinités pour la pipe de 1988 sont légèrement plus hauts (52-59%).

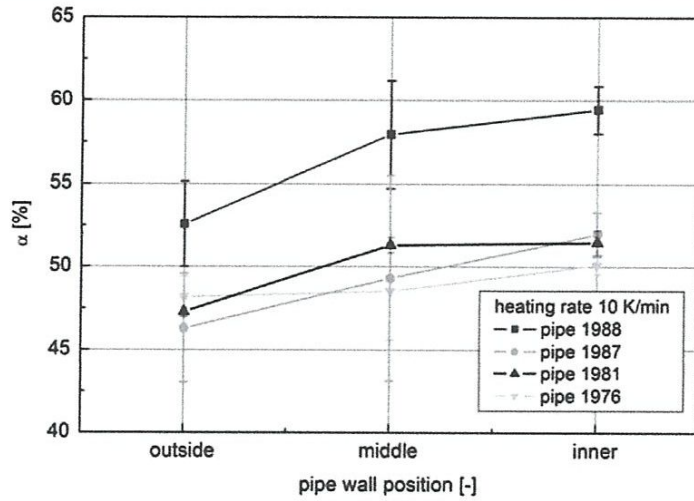


Figure.11 Cristallinité α selon la position dans l'épaisseur du tube pour les tubes de 1988, de 1987, de 1981, et de 1976. [7]

Les résultats récapitulés dans (Figure.12) ont été comparés aux expériences précédentes, dans lesquelles une gamme typique des contraintes résiduelles dans la direction ccirconférentielle $\sigma_{r,c}$ a été trouvée entre approximativement 1.9 et 5.0 MPa et dans la direction axiale $\sigma_{r,a}$ entre approximativement 1.5 et 6.4 MPa. La quantité des contraintes résiduelles pour tous les tubes, excepté le tube de 1981, était dans cette marge typique entre 3 et 4 MPa. Les valeurs les plus basses avec du $\sigma_{r,c} = 1.9$ MPa et le $\sigma_{r,a} = 1.6$ MPa ont été trouvées pour la pipe de 1981, qui peut suggérer un taux de refroidissement relativement bas pendant le traitement.

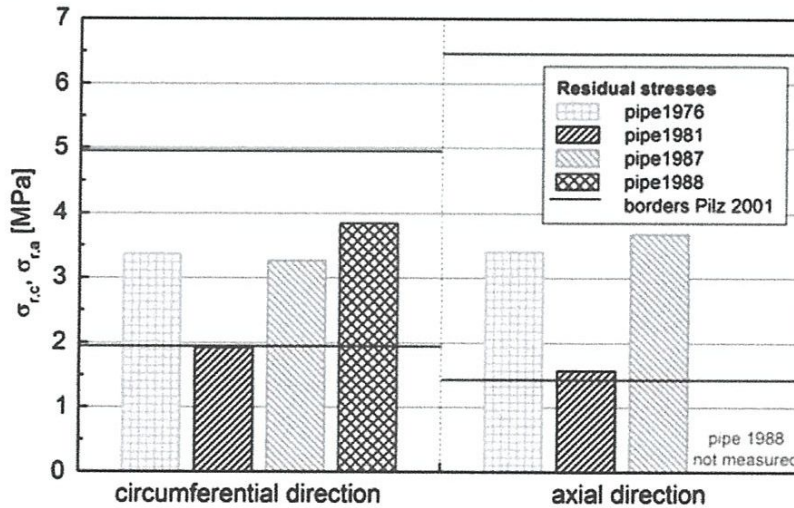


Figure.12 Les contraintes résiduelles dans la direction ccirconférentielle et axiale pour les tubes de 1988, de 1987, de 1981, et de 1976 comparées aux données de référence. [7]

Les deux tubes ont montré une stabilité suffisante pour rester encore en service pendant 50 années.

4. Mesure et calcul des contraintes résiduelles dans les pièces injectées en thermoplastiques avec et sans fibres de renfort:

Giroud [8] a utilisé une méthode de mesure des contraintes résiduelles basée sur l'enlèvement de couches et la mesure des moments de flexion est présentée. Elle permet la mesure des contraintes résiduelles pour des matériaux anisotropes comme les thermoplastiques renforcés de fibres. En général, on obtient des contraintes de traction en cœur et de compression en peau. En plus Giroud [8] a investiguer l'effet du fraisage pour enlever les couches est évalué. La pression et le temps de maintien, la température de régulation du moule, le taux de fibres influencent les profils de contraintes.

Les résultats obtenus ont montré que la simulation de la phase de compactage, ou plus généralement des écoulements compressibles, tend, comme celle du remplissage, à devenir un outil d'aide à la conception fiable et largement utilisé par les concepteurs de moule et les transformateurs de matières pour localiser et dimensionner les seuils d'injection, optimiser la position des canaux de refroidissement ou encore prévoir les lignes de ressoudure.

Il n'en est pas de même de la simulation des déformations et contraintes résiduelles. La physique particulièrement complexe des phénomènes impliqués reste encore difficile à incorporer. Les logiciels se sophistiquent, mais évidemment la précision de leurs résultats dépend étroitement de la qualité des modèles et des données physiques qui ne sont pas toutes aisées à mesurer.

Son étude a porté sur la compréhension de ces phénomènes à travers la mesure et la modélisation des contraintes et déformations dans des pièces injectées en thermoplastiques.

Par contre **Parant [9]** a étudié les mécanismes de formation des contraintes résiduelles lors de la fabrication des tubes de faible épaisseur (0.5mm) en polyéthylènes. Il a utilisé deux polyéthylènes : un polyéthylène de basse densité radicalaire et un polyéthylène de haute densité.

Dans son travail il a présenté les mécanismes de formation des contraintes résiduelles et a décrit deux origines de contraintes résiduelles ayant des effets opposés sur le profil final : les contraintes dues à la rétraction du tube pendant le refroidissement et les contraintes dues aux conditions aux limites mécaniques. La description de ces mécanismes permet déjà de pouvoir comprendre l'effet de la dépression.

Le modèle le plus simple, basé sur une loi de comportement liquide - solide élastique, a mis en évidence deux mécanismes de formation des contraintes résiduelles. Le premier est relié aux différences de température lors du refroidissement qui provoquent des différences de retrait dans l'épaisseur. Ceci met les couches extérieures du tube en compression et les couches intérieure en traction. Ce profil de contrainte fait se refermer le tube lorsqu'on le découpe suivant la génératrice. Le second mécanisme est relié aux efforts extérieurs qui s'appliquent sur le tube. La dépression dans le calibre maintient le tube contre la chambre de calibrage et l'empêche de se rétracter lors du refroidissement ce qui induit des contraintes de traction dans les couches solidifiées. En fait la dépression bloque le retrait thermique qui était à l'origine du premier mécanisme. Si la dépression est suffisante pour maintenir le tube

Jusqu'à la fin de la solidification le profil de contraintes résiduelles est nul. Les profils de contraintes intermédiaires sont obtenus par une évolution des conditions aux limites lors de la solidification, la dépression n'étant en fait pas suffisante pour maintenir le contact pendant toute la solidification.

Le modèle élastique a également mis en avant l'influence des forces axiales et en particulier les forces de frottement entre le tube et la chambre de calibrage. En étirant le tube, elles tendent à diminuer son diamètre. La dépression bloque cette rétraction en plus du retrait thermique. Ceci accentue les contraintes de traction dans les couches extérieures jusqu'à inverser le profil des contraintes résiduelles. Le tube peut alors s'ouvrir lorsqu'on le découpe suivant la génératrice.

Le modèle élastique est suffisant pour expliquer l'influence de la dépression sur le profil des contraintes résiduelles. Cependant les propriétés des matériaux que ce modèle peut prendre en compte restent assez éloignées de celui des polyéthylènes pendant le refroidissement.

Le modèle viscoélastique que nous avons développé est original par rapport à la bibliographie dans le sens où la variation du volume spécifique et les propriétés mécanique lors de la transition fluide -- solide sont directement basés sur l'évolution du taux de cristallinité, paramètre du premier ordre sur le comportement physique du matériau.

Le taux de cristallinité peut être obtenu dans le modèle soit par le modèle de cristallisation d'Ozawa soit en reprenant directement les résultats obtenus par DSC. Celui-ci est alors utilisé pour déterminer l'évolution du volume spécifique et permet de tenir de l'importante rétraction du matériau qui se produit lors de la cristallisation.

L'influence du retrait du à la cristallisation doit cependant être nuancé car il se produit à des températures pour lesquelles la relaxation des contraintes n'est pas négligeable. Pour des matériaux semi-cristallins tel que les polyéthylènes, il est donc nécessaire d'utiliser un modèle viscoélastique pour pouvoir prendre en compte le retrait lors de la cristallisation.

Afin de pouvoir appliquer les forces d'étirage et de frottement dès le début de la solidification, Parant [9] a montré qu'il était nécessaire de tenir compte des contraintes dans les couches non solidifiées afin de charger progressivement les couches solidifiées.

Le comportement viscoélastique des matériaux est pris en compte dans les états fluides et solide par des lois de Maxwell multi-mode. La répartition des contraintes prédit dans les couches fluides et solides par le modèle viscoélastique permet d'avoir une première information sur l'importance des propriétés mécaniques du matériau à l'état fluide. Les calculs permettent d'expliquer en partie l'orientation mesurée dans les couches extérieures lors de l'étude des polyéthylènes basse densité linéaire.

Le modèle viscoélastique apporte peu de renseignements supplémentaires sur les mécanismes de formation des contraintes résiduelles finales mais il permet de les quantifier en utilisant des caractéristiques matériaux proches de celles des polyéthylènes lors du refroidissement.

Une étude numérique confirme que le procédé de calibrage est relativement sensible à tous les paramètres du procédé et caractéristiques du matériau même si la dépression reste le paramètre de premier ordre.

Finalement, les comparaisons entre les calculs et l'expérience montrent que nous sommes parvenus à borner la réalité en expliquant l'origine des contraintes résiduelles qui se forment lors du calibrage des tubes.

5. Effet du cyclage sur le comportement mécanique et la morphologie du polyéthylène haute densité (PEHD 80) :

L.Fatmi et al [10] ont étudié l'effet du cyclage du PEHD 80 suivi d'une traction jusqu'à rupture du matériau, à une vitesse donnée et à déplacement imposé pour un nombre de cycles allant de 1 à 10000 et à deux niveaux de chargements d'une part sur le comportement mécanique et d'autre part, sur la morphologie du matériau. Ils ont utilisé un tube PEHD 80 de diamètre extérieur 40mm et intérieur 32mm découpées dans le sens parallèle à l'extrusion, sans chauffage ni aplatissement en utilisant un emporte-pièce, conformément à la norme NF T54 – 074, la forme et Les dimensions sont reportées successivement sur les (Figures 13 et 14).

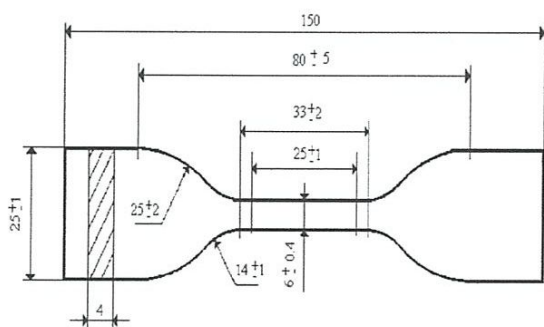


Figure.13 Dimensions normalisées des éprouvettes. [10]



Figure.14 Forme des éprouvettes. [10]

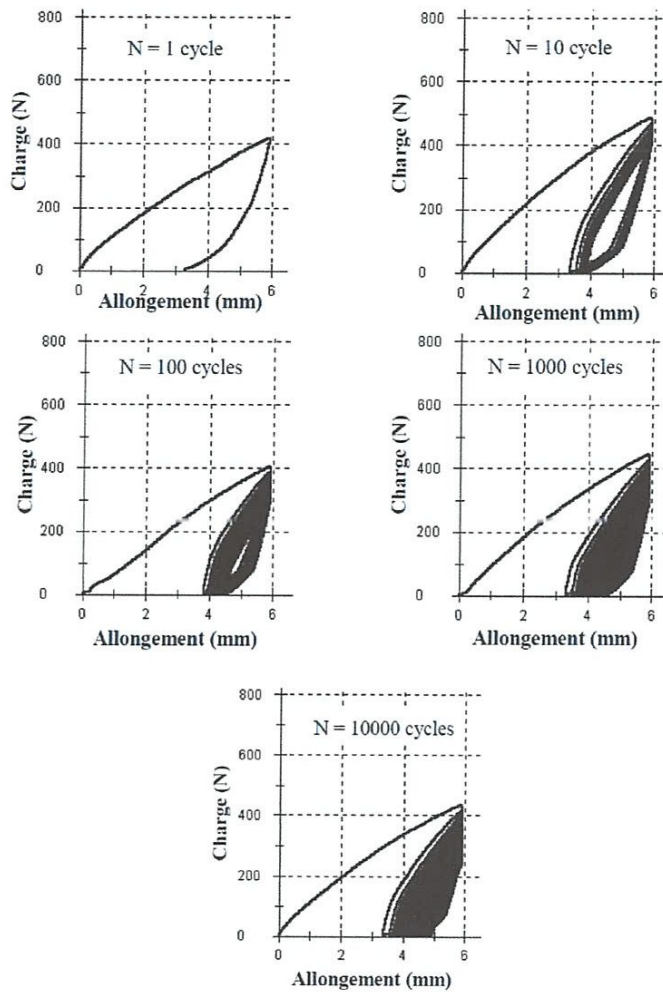


Figure.15 Courbes de comportement expérimental charge-allongement du PEHD 80 en traction cyclique (Pour $V = 10 \text{ mm/min}$ et $N_{\text{chargement}} = 50\% \Delta L_{se}$). [10]

Les essais de fatigue ont été effectués sur une machine d'essai universel de type ZWICK ROELLE Z005, d'une capacité de 5 KN, pilotée par un ordinateur dont le traitement des résultats est effectué à l'aide du logiciel testxpert.

Des séries d'essais cycliques à vitesse constante de 10 mm/min en déplacement imposé pour différents nombres de cycles allant de 1 à 10000 cycles et pour deux niveaux de chargements 50% et 70% de ΔL_{se} , chaque essai de la série est poursuivi par une traction jusqu'à rupture du matériau.

La (Figure.15) montre le comportement mécanique du PEHD 80 soumis à la traction cyclique pour deux niveaux de chargement respectivement 50% et 70% de

ΔL_{Se} . Ces courbes illustrent que le polyéthylène haute densité a un comportement élastique comme la plupart des polymères pendant le chargement cyclique, ce résultat est semblable à celui cité dans la littérature MEYER, PRUITT [11]. Il se traduit par une boucle hystérésis large pour le premier cycle puis, elle se rétrécit avec l'augmentation du nombre de cycles.

La (Figure.16) illustre l'évolution de la charge au cours du cyclage en fonction du nombre de cycles. Elle montre que le matériau étudié a subi un adoucissement cyclique dès les premiers cycles, et diminue progressivement pour les cycles suivants. Au-delà de 1000 cycles une stabilité apparente est relevée. Cette constatation est valable pour les deux niveaux de chargement.

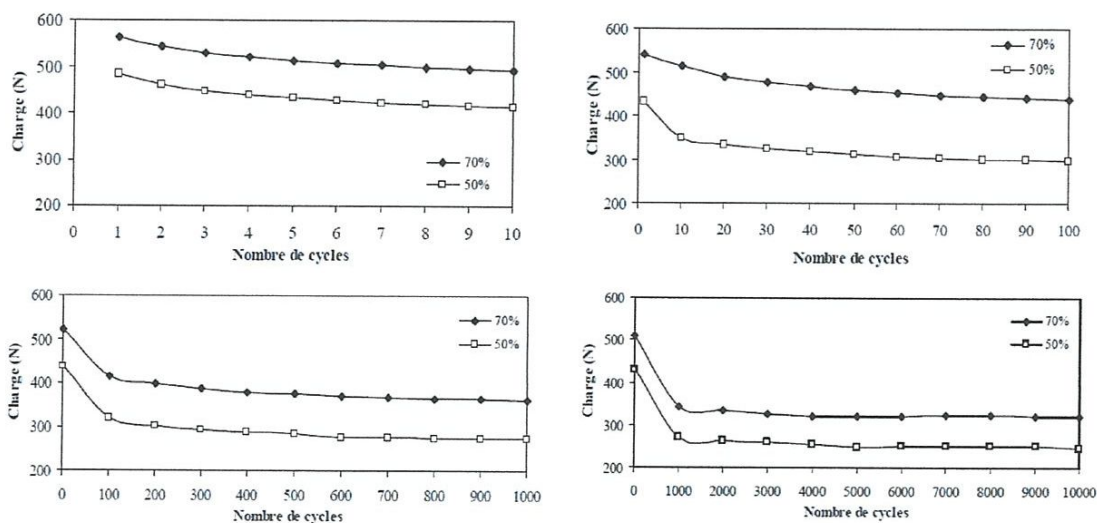


Figure.16 Variation de la charge de cyclage en fonction du nombre de cycles du PEHD 80

(Pour $N_{\text{chargement}} = 50\%$ et $70\% \Delta L_{Se}$). [10]

Le tracé du module d'élasticité longitudinal en fonction du nombre de cycles représenté dans la (Figure.17) qui montrent une augmentation de trois fois le module initial dès le premier cycle.

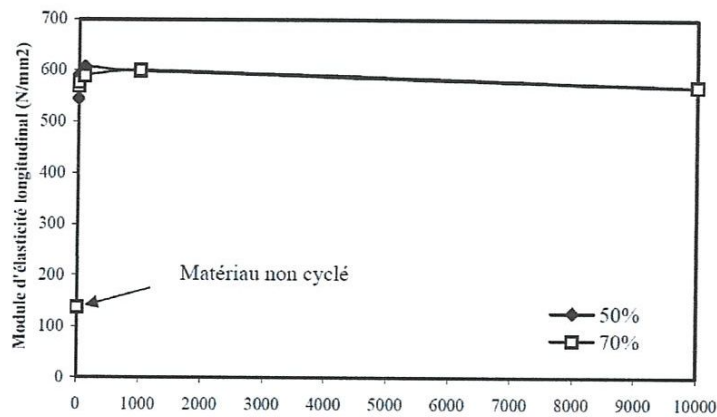


Figure.17 Variation du module d'élasticité longitudinal du PEHD 80 en fonction du nombre de cycles (Pour $N_{\text{chargement}} = 50\%$ et $70\% \Delta L_{Se}$). [10]

Les observations au microscope optique de la structure du PEHD 80 sur les (Figures.18 et 19) illustrent une orientation des lamelles dans le sens de la direction de traction. Le degré croissant de l'alignement est remarquable pour les éprouvettes cyclées à 100 fois. L'augmentation du niveau de chargement entraîne une augmentation du degré d'alignement des lamelles principalement pour le niveau 70% (Figure.19f).

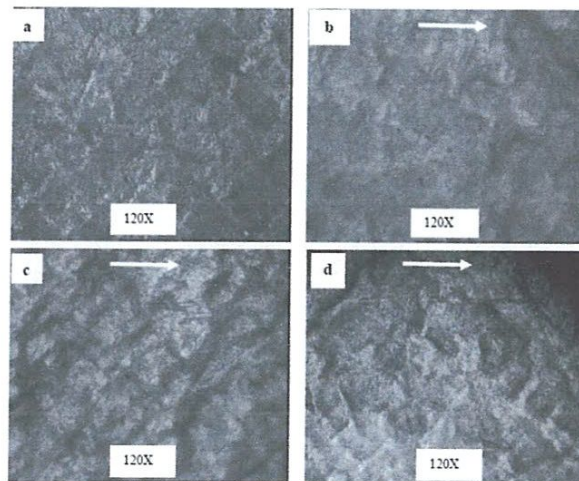


Figure.18 Structures du PEHD 80: (a)saine, (b) 1cycle, (c) 100 cycles et (d) 1000 cycles (Pour $N_{\text{chargement}} = 50\% \Delta L_{Se}$). [10]

Les (Figures.18d et 19h) montrent qu'à 1000 cycles la structure se réorganise en paquets de lamelles moins denses est bien orientés par comparativement à la structure non cyclée.

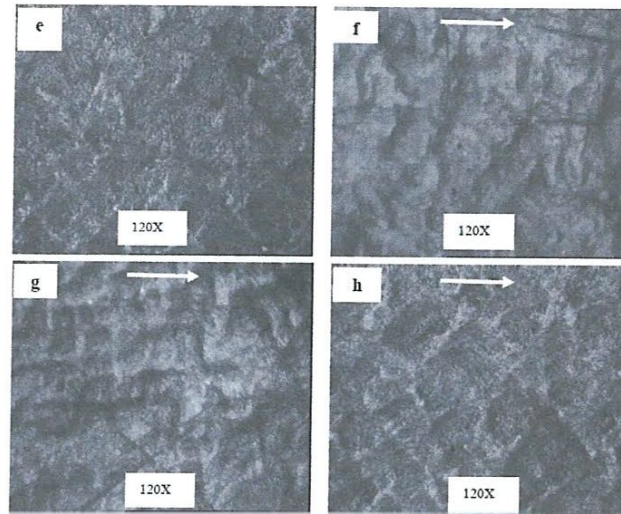


Figure.19 Structures du PEHD 80: (a)saine, (b) 1cycle, (c) 100 cycles et (d) 1000 cycles
(Pour $N_{\text{chargement}} = 70\% \Delta L_{Se}$). [10]

Le cyclage du PEHD80 a conduit à une augmentation considérable du module d'élasticité dès les premiers cycles, un adoucissement cyclique du matériau au moins pour les 1000 premiers cycles a été observé suivi d'une stabilité cyclique au-delà de ce nombre.

Les observations au microscope optique ont illustré une orientation des lamelles cristallines parallèlement à l'axe de l'étirement, dont le degré d'alignement est fonction du niveau de chargement néanmoins pour les 1000 cycles traités.

Références bibliographiques:

- [1] Bouregghda H. Etude de l'influence de la mise en forme sur la cristallisation et les propriétés physiques des polymères, Université Hadj Lakhdar- BATNA, Mémoire de Magister, 2006.
- [2] [<http://www.canalisation.org/sommaire/particularites/polyethylene?start=2>].
- [3] 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, INSA de Lyon, 2005.
- [4] Akermi F. Etude de la relation entre les propriétés mécaniques et l'hétérogénéité des tubes extrudés en HDPE-100 de gaz naturel par des essais de traction et d'impact mécanique, Mémoire de magister, Annaba 2005.
- [5] O. Darras, R. Séguéla, Surface free energy of the chain-folding crystal face of ethylene-butene random copolymers, *Polymer*, 1993, 34(14), P. 2946-2950.
- [6] R.C. Domszy, et al. The structure of copolymer crystals formed from dilute solution and in bulk, *Journal of Polymer Science, Polymer Physics Edition*, 1984, 22(10), p. 1727-1744.
- [7] Frank A., Pinter G., Lang R.W. Prediction of the remaining lifetime of polyethylene pipes after up to 30 years in use, *Polymer Testing* 28 (2009) 737-745.
- [8] Giroud T. mesure et calcul des contraintes résiduelles dans les pièces injectées en thermoplastiques avec et sans fibres de renfort, Thèse, Ecole des Mines de Paris, 2001.
- [9] Parant O. Etude expérimentale et calcul des contraintes résiduelles dans des tubes extrudés en polyéthylène, Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris, 2002.
- [10] Fatmi L., Rouili A., Hamlaoui N. Cyclic loading effect on the mechanical behavior and morphology of the high density polyethylene, ISSN 1392 - 1207. *MECHANIKA*. 2007. Nr.5(67)
- [11] MEYER R. W., PRUITT L. A. *The effect of cyclic true strain on the morphology, structure, and relaxation behavior of ultra-high molecular weight polyethylene*, *Polymer*, (2001), 42. 5293–5306.

Chapitre III

Propriétés Mécaniques

1. Introduction:

Les tubes en plastiques utilisés pour le transport d'eau et de gaz continuent à être le sujet de beaucoup d'études qui traitent divers aspects de comportement de matériaux. Des statistiques récentes indiquent que plus de 90 % des systèmes de distribution de gaz nouvellement installés dans le monde entier sont exclusivement construits en polyéthylène (PE) en raison de sa facilité d'installation et de coûts relativement bas.

Le choix du polyéthylène (PE) pour la fabrication des tubes de distribution du gaz découle des 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 dus 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 [1]. Dans ces conditions 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. Les tubes de PE possèdent également l'avantage majeur de pouvoir être assemblés par des techniques de fusion efficaces et faciles à mettre en œuvre [2].

Les technologies de préparation de ces tubes en polyéthylène, reposent sur le procédé d'extrusion à partir d'un flux de matière porté à la température de fusion. Le refroidissement de la géométrie obtenue se fait en général par des douches d'eau véhiculant de manière convective la chaleur. Cette situation génère un état de contraintes internes importantes qui se redistribuent de la surface externe jusqu'à l'enveloppe interne [3].

En même temps, des variations au niveau morphologique apparaissent et que l'on peut voir en terme de cristallinité. En conséquence, l'identification et la compréhension de l'évolution des propriétés mécaniques dans le tube lui-même nécessite des essais de traction. Ces derniers sont les seuls qui procurent un état de contrainte uniaxial et qui

n'exigent donc pas une interprétation par le calcul en méthode inverse. En premier lieu ils permettent de déterminer des caractéristiques normalisées des matériaux. En second lieu, on en déduit la relation rationnelle entre contrainte et déformation [4, 5]. Les propriétés mécaniques du tube en plastique sont également affectées par les variations morphologiques de la matière. La résistance mécanique des polymères dépend de la rigidité des chaînes et de la concentration des segments moléculaires intra et inter-cristallins qui fournissent la résistance globale du polymère aux charges externes. Cette résistance est fortement affectée par les températures de traitement et de service pendant le transport du gaz naturel pressurisé [6, 7].

La certification de des tubes en polyéthylène est donc en grande partie déterminée par leur capacité à supporter les diverses sollicitations en service. Cela pose avec acuité la problématique des méthodes de caractérisation du comportement mécanique de ces matériaux sous des sollicitations complexes.

Toute réflexion à caractère expérimental sur ce sujet se trouve donc en prise directe avec les sciences de l'ingénieur. La mécanique des matériaux occupe une place de choix dans cette problématique. Comme les autres classes de matériaux, les polymères peuvent être soumis à différents types d'essais mécaniques (traction, compression, cisaillement, torsion, ...). L'ensemble de ces méthodes, parfois difficile à mettre en œuvre, donne accès en principe au comportement mécanique généralisé en chargement multiaxial. Pour certains essais mécaniques sur polymères, les normes préconisent actuellement 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 coupe par enlèvement de matière à l'outil coupant. Selon la nature de cette découpe, des endommagements (dé laminages, dégradations thermiques,...) aux abords des chants de l'éprouvette peuvent être occasionnés. Il importe donc de s'assurer que les propriétés mécaniques mesurées ne soient pas affectées par ces endommagements dus à la coupe.

Ce problème demeure très peu traité dans la littérature concernant les essais mécaniques des polymères. 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 :

- _ évaluer l'interdépendance qui peut exister entre la préparation d'éprouvettes en polymère par usinage et leurs performances mécaniques ;
- _ analyser et comprendre cette interdépendance afin de clarifier les enjeux liés à la préparation des éprouvettes de caractérisation du comportement mécanique des polymères.

Pour ce faire, l'étude a été orientée essentiellement vers des essais mécaniques pour lesquels les éprouvettes présentent une géométrie simple dont la génération par dressage.

L'usinage des matériaux polymères, par enlèvement de copeaux, doit prendre en compte, les conditions de fabrication, les caractéristiques propres du matériau, le type de sollicitation et les conditions d'utilisation, ainsi que les interactions entre ces différents critères. [8] ont indiqué que les coefficients de dilatations thermiques volumiques des polymères sont grands par rapport à ceux des métaux ou des matériaux covalents à liaisons intenses (pour le polyéthylène $\alpha = 30 \times 10^{-5} K^{-1}$ à $40 \times 10^{-5} K^{-1}$ Pour les métaux $\alpha = 3 \times 10^{-5} K^{-1}$ à $7 \times 10^{-5} K^{-1}$ et pour le diamant $\alpha = 0.3 \times 10^{-5} K^{-1}$). 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. Les plastiques sont très souples par rapport aux aciers (modules compris entre 1000 et 2000 Mpa) 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.

2. Procédure Expérimental

2.1 Matériau étudié :

Le matériau considéré est le polyéthylène de haute densité tubulaire (PE 100), de diamètre extérieur 200mm destiné à la distribution de gaz naturel. Il est conçu pour des réseaux de 4 bars.

2.2 Éprouvettes d'essais

Les éprouvettes utilisées sont sous forme de elles sont prélevées d'un tube en PE100. Les essais de traction sont réalisés sur une machine d'essai universel de type ZWICK Roelle Z005, d'une capacité de 5 KN, pilotée par un ordinateur dont le traitement des résultats est effectué à l'aide du logiciel testxpert (**Figure.3**).



Figure.1 Banc d'essai.

2.3 Déroulement d'essais :

Des essais de traction sur 12 éprouvettes filament, issues de 4 couches uniformément réparties sur la paroi du tube (**Figures.2 et 3**), en été effectuer à température ambiante. Ces essais en été effectuer au laboratoire de Mécanique de de l'université de Annaba, à une vitesse de déformation constant 50 mm/min à la norme NFT51-075.



Figure.2 Préparation des filaments.

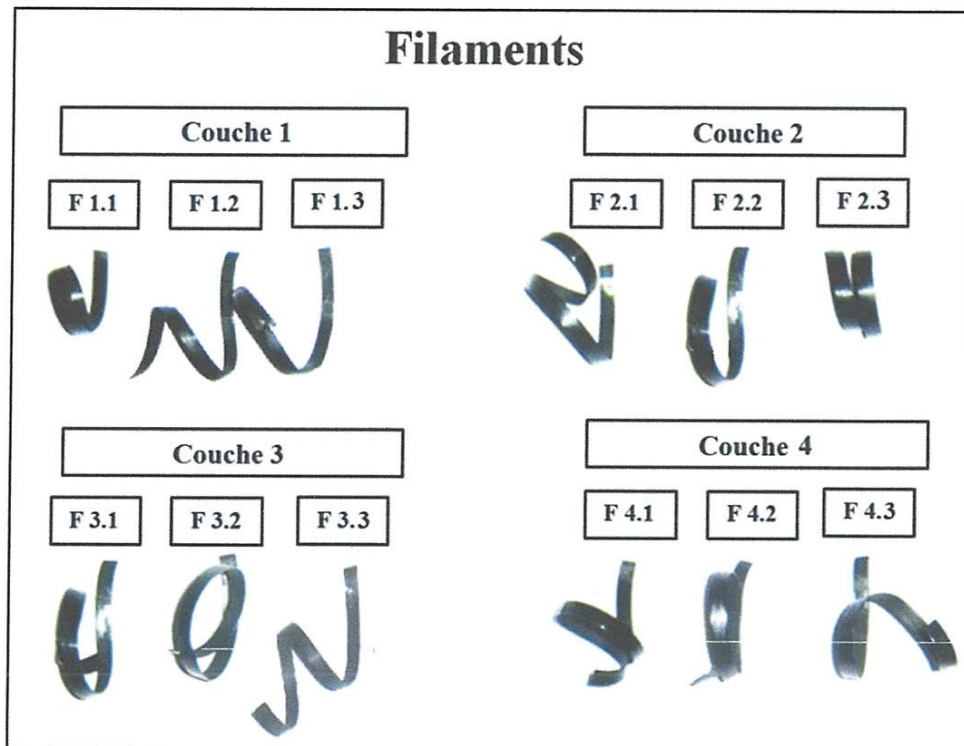


Figure.3 Filaments issus de différentes couches de la paroi du tube.

2.4 Résultats et discussion :

Les PV(s) de traction obtenus sont représentés de couche extérieure vers l'intérieur à travers la paroi sur les figures suivantes (**Figures.4 à 7**).

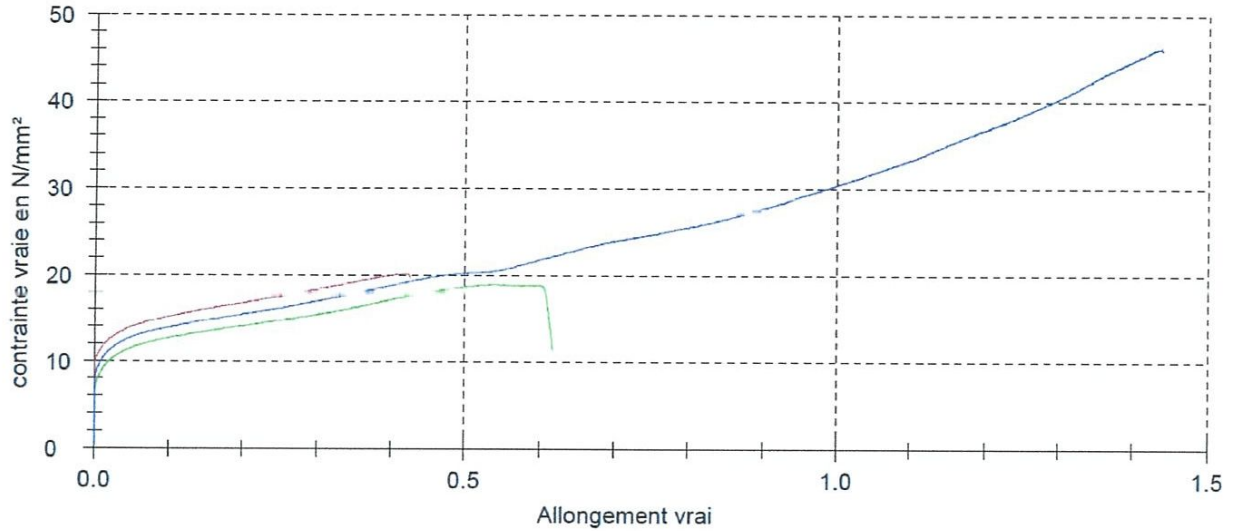


Figure.4 Courbes de comportement mécanique expérimental en traction PEHD 100
(Couche 1)

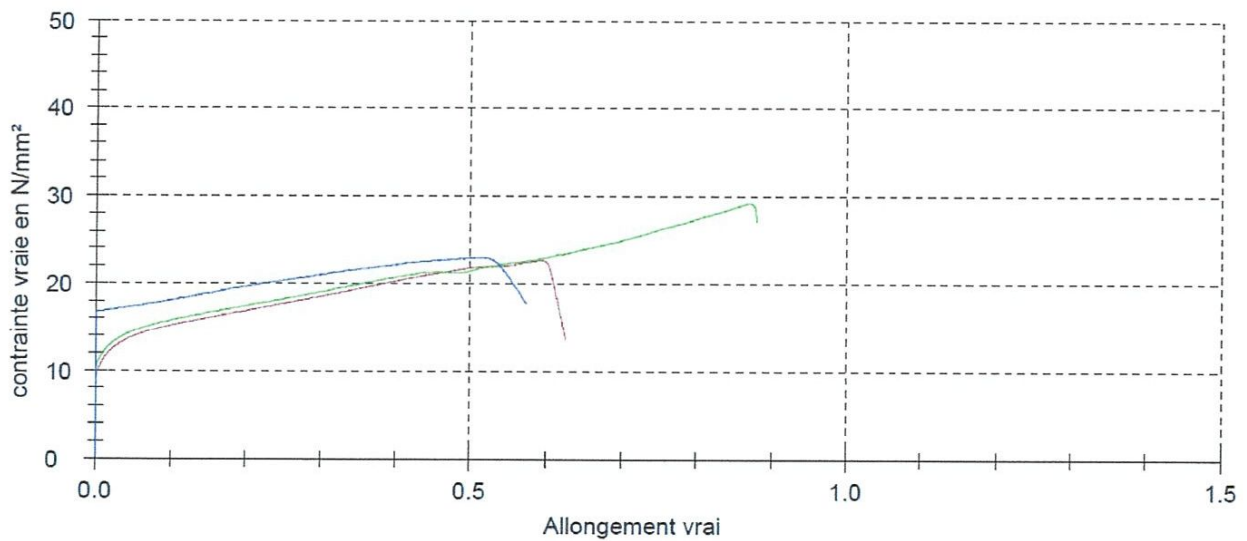


Figure.5 Courbes de comportement mécanique expérimental en traction PEHD 100 (Gaz).
(Couche 2)

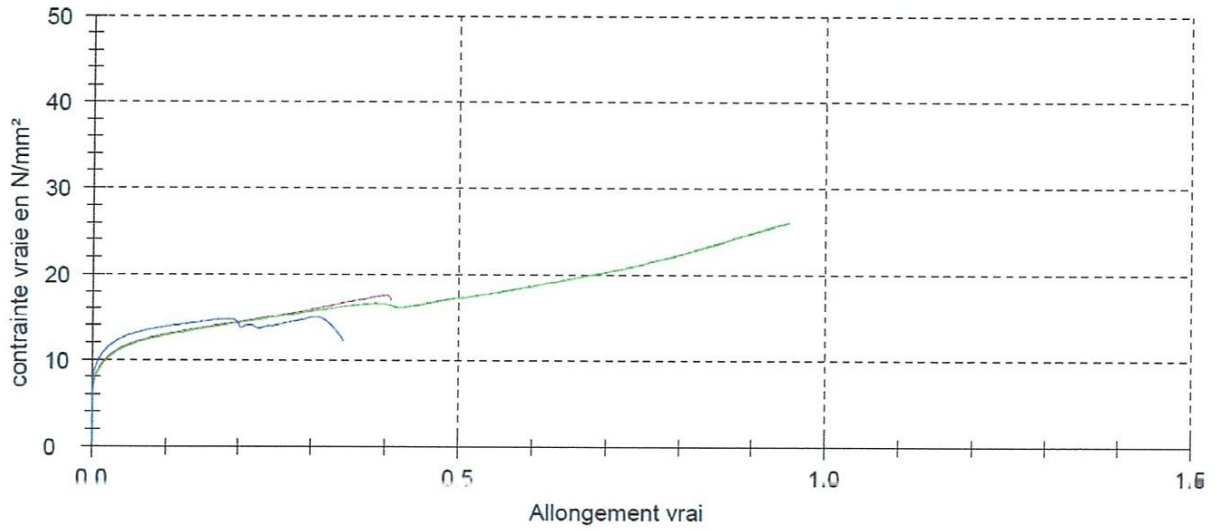


Figure.6 Courbes de comportement mécanique expérimental en traction PEHD 100 (Gaz).
(Couche 3)

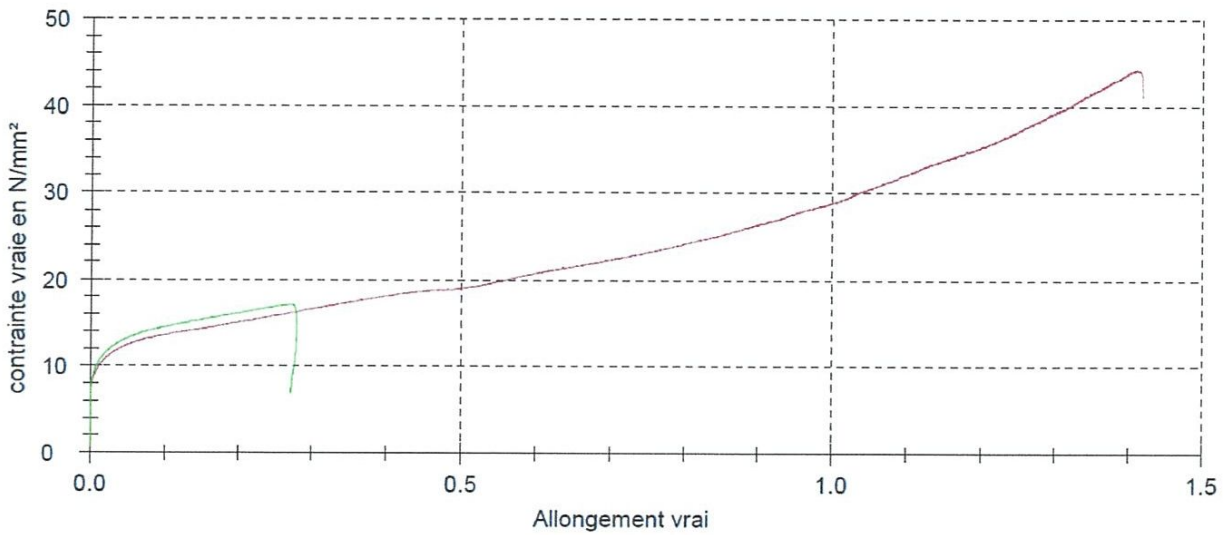


Figure.7 Courbes de comportement mécanique expérimental en traction PEHD 100 (Gaz).
(Couche 4)

Les résultats des essais sont regroupés dans les (Figures.8 à 10).

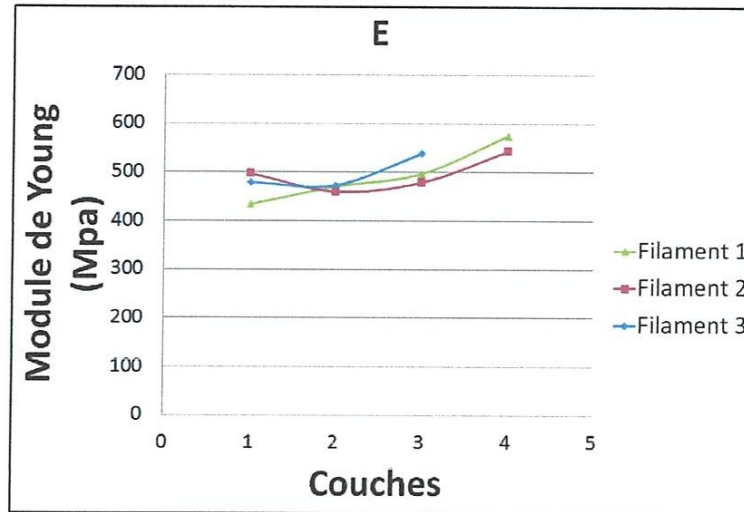


Figure.8 Module de Young.

Les courbes de la (Figure.8) montrent que le module de Young augmente de l'extérieur vers l'intérieur du tube en passant par une légère baisse dans la couche médiane de l'épaisseur du tube. Ces résultats sont retrouvés dans littératures réf. [9]. Ceci est dû au mode de fabrication de ce tube. La force maximale (Figure.9) et la force à la rupture (Figure.10) adoptent la même variation que le module de Young. On peut dire que les propriétés mécaniques du matériau sont meilleures sur la couche interne du tube.

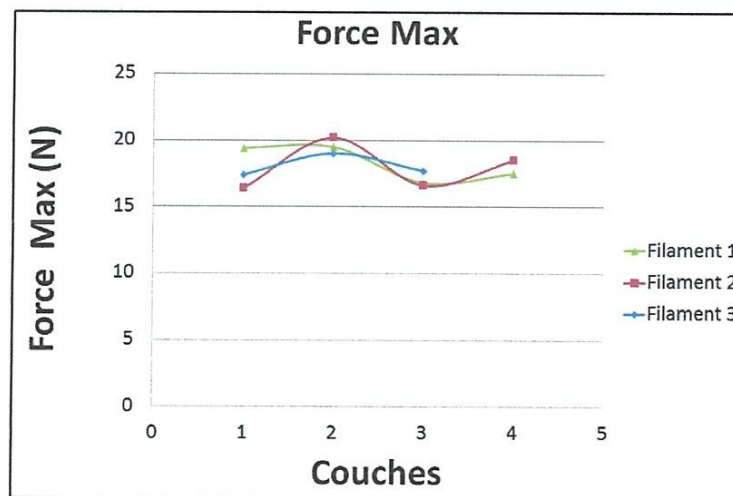


Figure.9 Force Max.

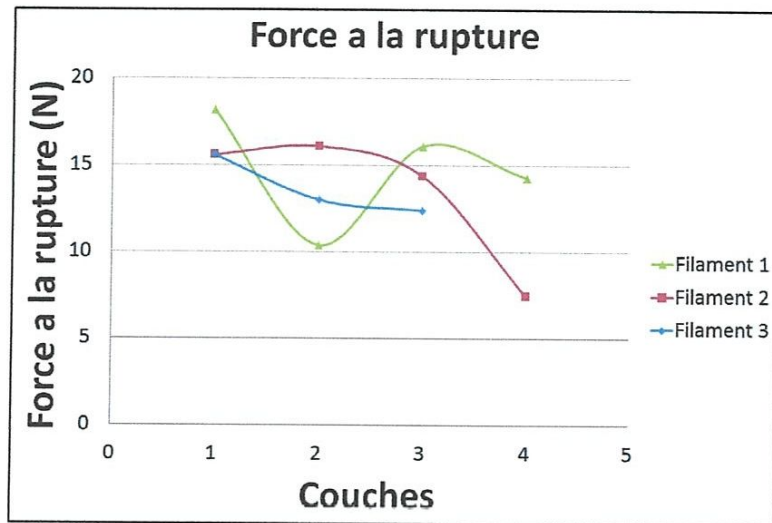


Figure.10 Force à la rupture.

Les résultats des études de Rehab [10] les spécimens utilisés sont sous forme de filaments de mêmes dimensions que ceux de notre étude. Les (Figures.11 et 12) montrent une variation du module de Young et de la contrainte à la rupture à travers la paroi du tube de PEHD-100, destiné à la distribution d'eau. On peut conclure que le module de Young a tendance à augmenter à travers la paroi du tube de PEHD-100/Eau de l'extérieur vers l'intérieur comme dans la cas du PEHD-100/Gaz bien que les deux tubes ont un SDR différents.

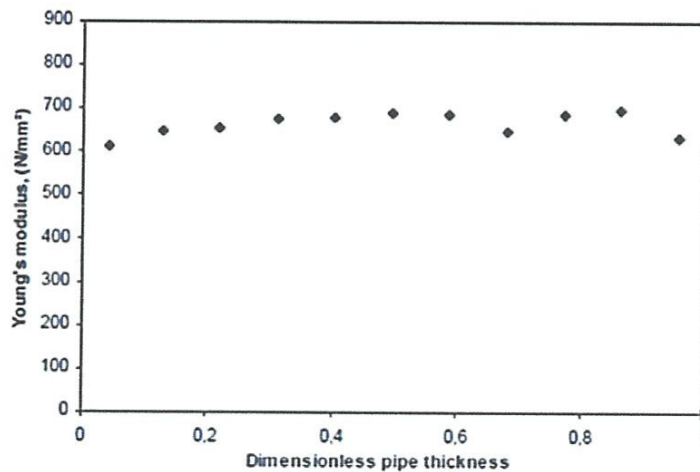


Figure.11 Module de Young en fonction de l'épaisseur du tube. [10]

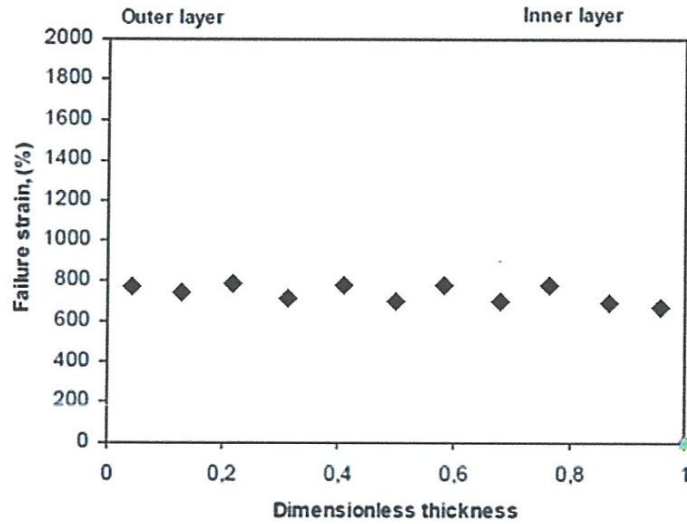


Figure.12 Contrainte à la rupture en fonction de l'épaisseur du tube. [10]

Dans l'étude de Alimi [11] les éprouvettes utilisées les éprouvettes utilisées ont été directement extraites à partir des enveloppes du HDPE-80. La découpe avec empreinte standard a été réalisée suivant la norme ASTM D 638 Type 4 dans le sens longitudinal.

La variation du module de Young a tendance à augmenter de l'intérieur vers l'extérieur du tube avec une légère diminution dans la couche médiane (**Figure.13**).

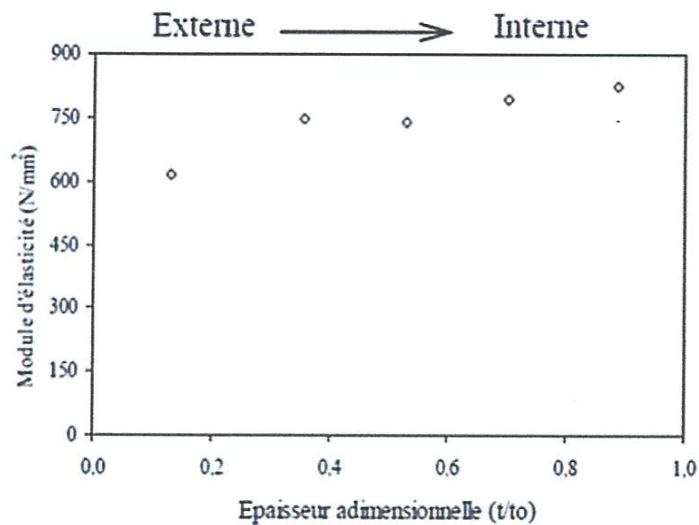


Figure.14 Module d'élasticité en fonction de l'épaisseur adimensionnelle. [11]

3. Conclusion :

Dans le but de caractériser quelques propriétés mécaniques du PEHD tubulaire des essais de traction sur des éprouvettes filaments ont été réalisés. On peut conclure que :

- Les essais réalisés sur des filaments donnent des résultats semblables à ceux standards.
- L'évolution des propriétés mécaniques, à travers les parois des tubes en PEHD 100 et PEHD 80, est similaire bien que les tubes ont un SDR différent et sont de résines différentes.
- L'évolution des propriétés mécaniques à travers la paroi du tube en PEHD ont tendance à augmenter de l'extérieur vers l'intérieur du tube.

Références bibliographiques:

- [1]. Rabia K., Zeghib N., Chateauneuf N., Chaoui K., Damage zone analysis and brittle cracking under cyclic loading in polyethylene gas pipes. *Mécanique & Industries* 8 3 (2007) 217-223
- [2]. HEHN.M. O., Analyse expérimentale et simulation thermomécanique du soudage bout à bout de tubes de polyéthylène. Thèse de doctorat. Ecole des Mines de Paris. (2006).
- [3]. Kiass N., Khelif R., Bounamous B., Amirat A., Chaoui K., Experimental study of mechanical and morphological properties in HDPE-80 gas pipe. *Mécanique & Industries* 7 4 (2006) 423-432.
- [4]. Kazakov A., An Automated Method for the Measurement of Residual Stress in Melt-Extruded Plastic Pipes. *Polymer Testing* 17 (1998) 443-450.
- [5]. Kazenav J., Sur le compromis rigidité/durabilité du Polyéthylène Haute Densité en relation avec la structure de chaîne, la microstructure et la topologie moléculaire issue de la cristallisation. Thèse INSA- Lyon, 2005.
- [6]. Leskovics K., A study of structure and mechanical properties of welded joints in polyethylene pipes. *Materials Science and Engineering A* 419 (2006) 138-143.
- [7]. Guillota S., Relationship between migration potential and structural parameters in crosslinked polyethylenes, *Polymer* 45 (2004) 7739-7746.
- [8]. Gombette P., Emoult I., 2005, Physique des polymères: II. Propriétés mécaniques, HERMANN EDITEURS. pp 428-431.
- [9] N. Kiass Thèse
- [10] Rehab S., Rehab-Bekkouche S., Ghabeche W., Kaddeche M., Kiass N., Chaoui K. Mechanical behaviour of machined polyethylene filaments subjected to aggressive chemical environments, *ISSN 1392 - 1207. MECHANIKA. 2009. Nr.3(77)*.
- [11] Alimi L., Ghabeche W., Kaddeche M., Rehab S., Kiass N., Chaoui K. Influence de quelques milieux agressifs sur la résistance longitudinale des tubes en polyéthylène de transport de gaz naturel, séminaire, EMP, Bordj El-Bahri, 2006.

Chapitre IV

Déformation et Contraintes Résiduelles

1.Introduction

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]

Tous les tubes en plastique contiennent des contraintes résiduelles dues aux processus de fabrication. La grandeur et la distribution de ces contraintes résiduelles varie de manière significative selon le processus de fabrication. Un des facteurs principaux causant des efforts de résiduel est le rétrécissement différentiel à travers le mur de tube pendant le processus de refroidissement (**Figure.1**). [2]

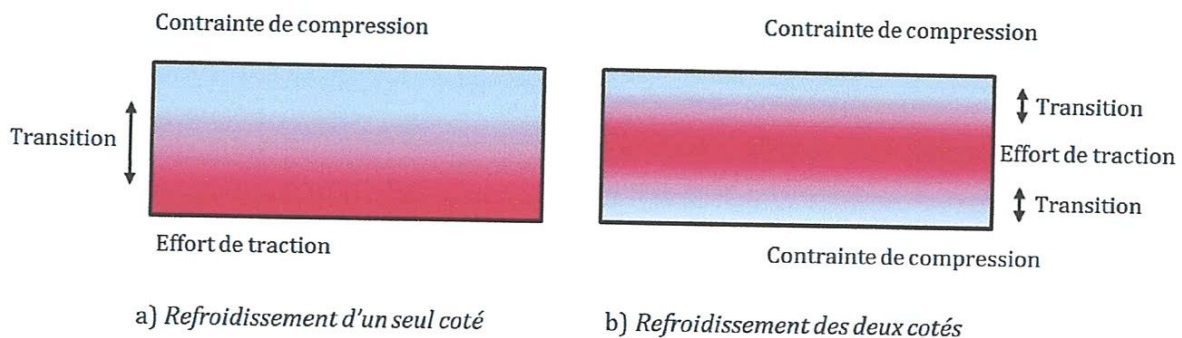


Figure.1 Distribution des contraintes résiduelles dues au refroidissement. [2]

Selon Maxwell [3], 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 refroidi et la contrainte résiduelle de traction est formée dans le côté opposé (**Figure. 1.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.1.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. [2]

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.

Différentes méthodes de découpage ont été mises au point afin de déterminer le profil des contraintes résiduelles, quelques exemples sont représentés (**Figure.2**)

a) et c) Anderson 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 découpent une bande pour permettre au reste du tube de s'enrouler librement. Ceci est nécessaire pour les tubes d'épaisseur importante.

d) Sachs utilisent la même méthode que Anderson, mais ils sectionnent le tube suivant les deux génératrices diamétralement opposées afin d'éviter les effets de bords. [1]

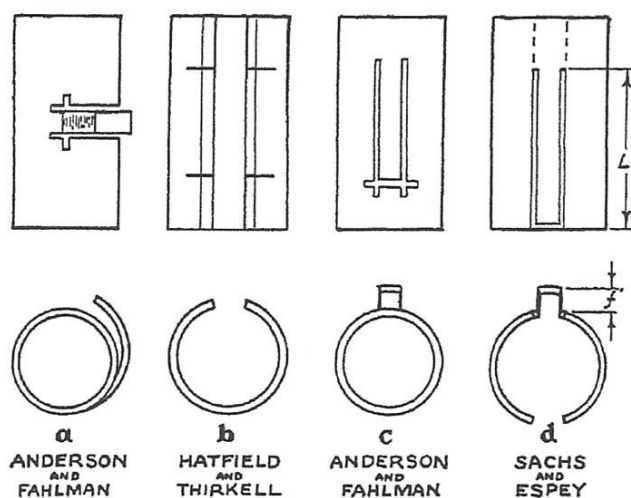


Figure.2 Différentes méthodes de découpage des tubes. [4]

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 [5] a été développée pour des plaques (**Figure.3**). 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.

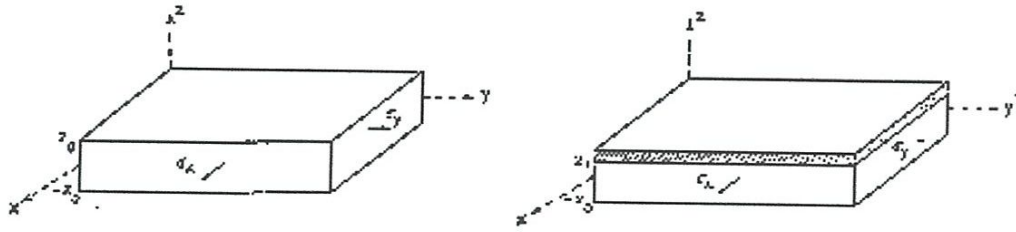


Figure.3 Pelage d'une épaisseur de plaque. [5]

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 [6] entre le moment de flexion et la courbure, Treuting et Read [5] ont obtenu les relations suivantes :

$$M_x(z_1) = \int_{-z_1}^{z_1} \sigma_x(z) \left[z \frac{z_0 - z_1}{2} \right] dz = \frac{-E}{12(1-\nu^2)} (z_0 + z_1)^3 \left(\varphi_x(z_1) + \nu \varphi_y(z_1) \right) \quad (1)$$

$$\sigma_x(z_1) = \frac{-E}{6(1-\nu^2)} \left\{ \begin{array}{l} (z_0 + z_1)^2 \left[\frac{d\varphi_x(z_1)}{dz_1} + \nu \frac{d\varphi_y(z_1)}{dz_1} \right] \\ + 4(z_0 + z_1) [\varphi_x(z_1) + \nu \varphi_y(z_1)] - 2 \int_{z_1}^{z_0} [\varphi_x(z_1) + \nu \varphi_y(z_1)] dz \end{array} \right\} \quad (2)$$

φ_x, φ_y courbure après pelage dans les directions x et y, ν 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 [7] 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.4**).

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

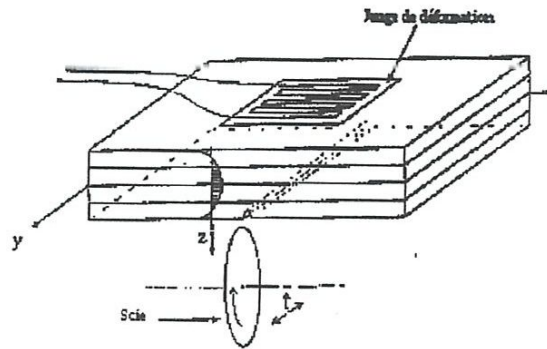


Figure.4 Mesure des déformations en surface en usinant une fissure. [7]

Le modèle de Williams [8], a été développé pour déterminer les contraintes internes dans les tubes (**Figure.5**). 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.

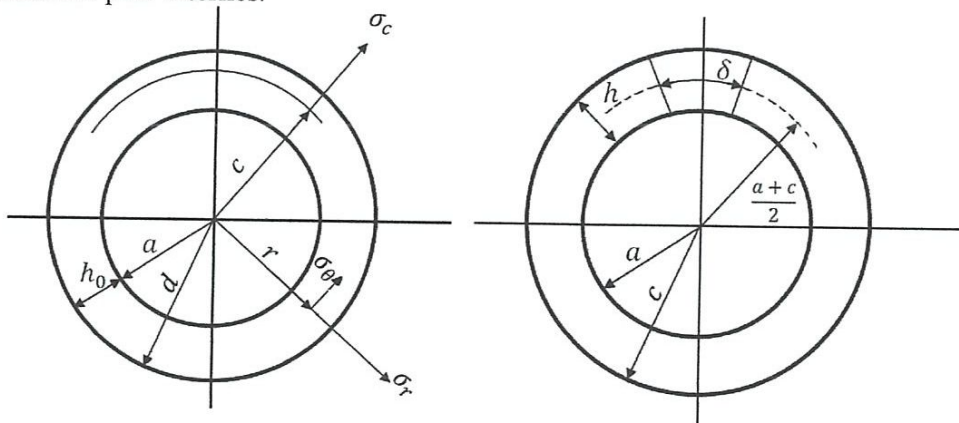


Figure.5 Pelage d'une épaisseur de tube. [8]

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

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 .

Dans la littérature nous ne trouvons pas d'expériences réalisées sur des tubes aussi minces que dans notre cas. Les études réalisées jusqu'à présent concernent au minimum des tubes de 8-10 mm d'épaisseur, alors que les nôtres ont une épaisseur de 0,5mm.

L'origine des contraintes résiduelles est due aux différences de température dans l'échantillon lors du refroidissement et les conditions aux limites mécaniques interviennent assez peu.

Tableau 1: Valeurs des contraintes résiduelles dès la bibliographie. [1]

Auteur	Diam./ép.(mm)/matière	σ Intérieure (MPa)	σ Extérieure(MPa)
[Williams, 1991 60]	90/10/PEhd	1	-3,5
[Beechm1978 65]	500/30/PEmd	1,5	-2

Le but de cette étude est de caractériser les déformations provoquées par les contraintes résiduelles en fonction du type des éprouvettes, des milieux, des épaisseurs des tubes et du temps impartis à la libre déformation dans des tubes en PEHD-100 extrudés et pigmentés.

2. Procédure expérimentale:

2.1 Matériaux étudiés:

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 effectifs.

2.2 Préparation des éprouvettes :

Les éprouvettes désignées à cette étude ont la forme de couronnes (Ring Specimen). 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.6**) 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.

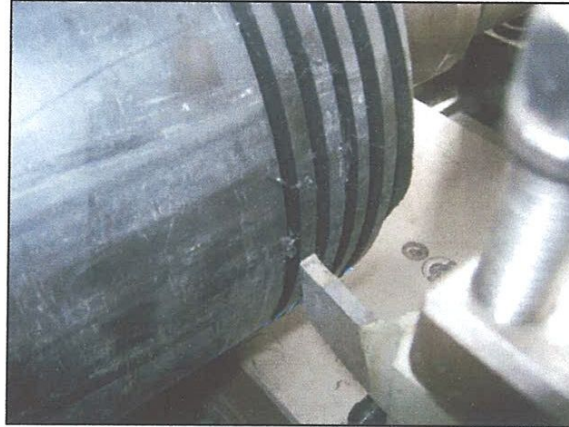


Figure.6 Préparation des éprouvettes.

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 (**Figure.7**).

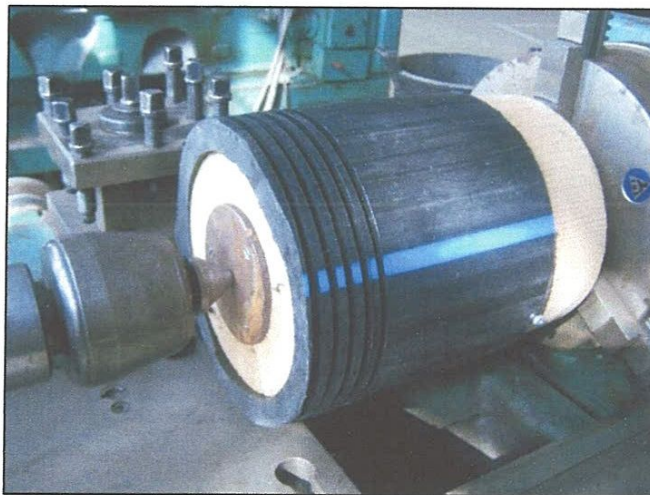


Figure.7 Montage du tube

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.2)

Tableau 2 : les spécimens utilisés dans l'étude.

Les anneaux de tube d'eau						
Nom	Milieu		Géométrie			
			Ø Int	Ø Ext	Largueur	Epaisseur
R.S 1	Air libre	Instantané	163.84	200.41	5.51	18.95
R.S 2		3eme jour	162.22	200.22	5.20	18.65
R.S 3		7eme 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 de 0°		161.87	199.89	4.93	18.88
R.S 8	Eau thermal à 40°		161.59	199	5.40	18.91
Les anneaux de tube de gaz naturel						
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		175.25	201.36	5.63	12.22
R.S 12	A température de 0°		173.66	199.83	4.92	12.51
R.S 13	Eau thermal à 40°		174.17	199.89	5.21	12.38

•) Les spécimens **R.S1, R.S2, R.S3** sont usinés à partir du tube de transport d'Eau, ils ont une largeur de 5mm le R.S1 a été sectionné instantanément après son usinage alors que le R.S2 et R.S3 ont été sectionnés après 3jours et 7jours respectivement.

••) Les spécimens **R.S4, R.S5, R.S6, R.S7, R.S8** sont usinés avec les 3 spécimens précédent mais avant le sectionnement on a mettre les 5 spécimens dans différents milieux pendant 20 jours.

•••) Les spécimens **R.S9, R.S10, R.S11, R.S12, R.S13** sont usinés à partir du tube de transport de Gaz, ils ont une largeur de 5mm, et comme les 5 spécimens d'eau on a mettre dans différents milieux pendant 20 jours.

Tableau 3 : la composition chimique de l'eau thermal (Hammam Debagh).

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

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.8**). La valeur de la déflexion résultante à la rétraction a été mesurée à l'aide d'un pied à coulisse numérique (**Figure.9**).

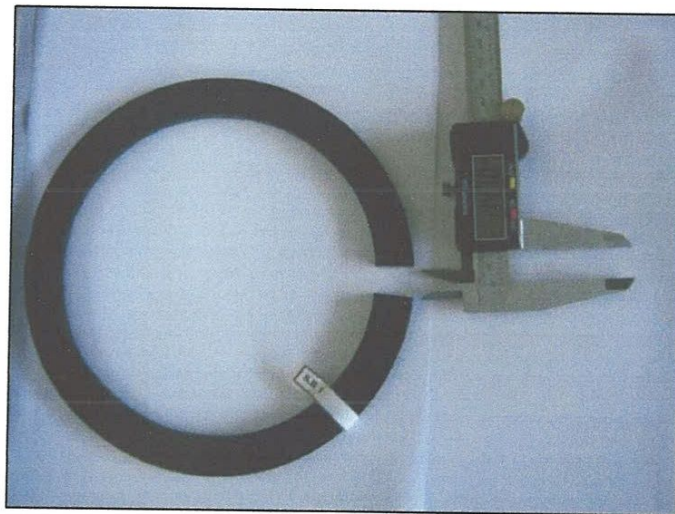
**Figure.8** Eprouvettes de diamètres 200mm.



Figure.9 Pied à coulisse numérique.

3. Résultats et discussions:

Après le sectionnement, les anneaux commencent à se rétracter et il en résulte une déflexion au cours du temps écoulé (**Figure.10**).

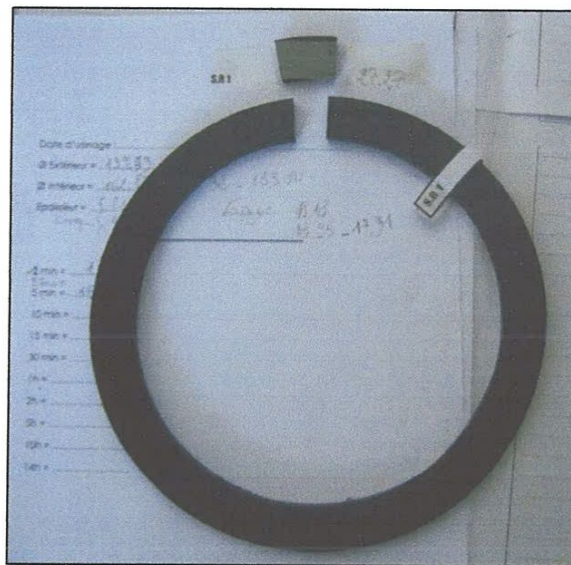


Figure.10 Déflexion du spécimen.

La valeur de la déflexion résultante à la rétraction a été mesurée à l'aide d'un pied à coulisse numérique à la précision de (10μ) (**Figure.9**). 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 $t = t_i$ est donnée selon la relation suivante :

$$\varepsilon_{ti} = \frac{D_{t0} - D_{ti}}{D_0} \quad (4)$$

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

$$\delta_{ti} = (D_{t0} - D_{ti}) \cdot \pi \quad (5)$$

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

$$\varepsilon_{ti} = \frac{\delta_{ti}}{\pi \cdot D_{t0}} \quad (6)$$

Les résultats obtenus sont représentés dans ce qui suit:

4. Déformations résiduelles :

4.1 Déformations résiduelles et temps de sectionnement :

Les déformations des spécimens soumis à l'air libre pour différents temps de sectionnements sont regroupées dans la (Figure.11).

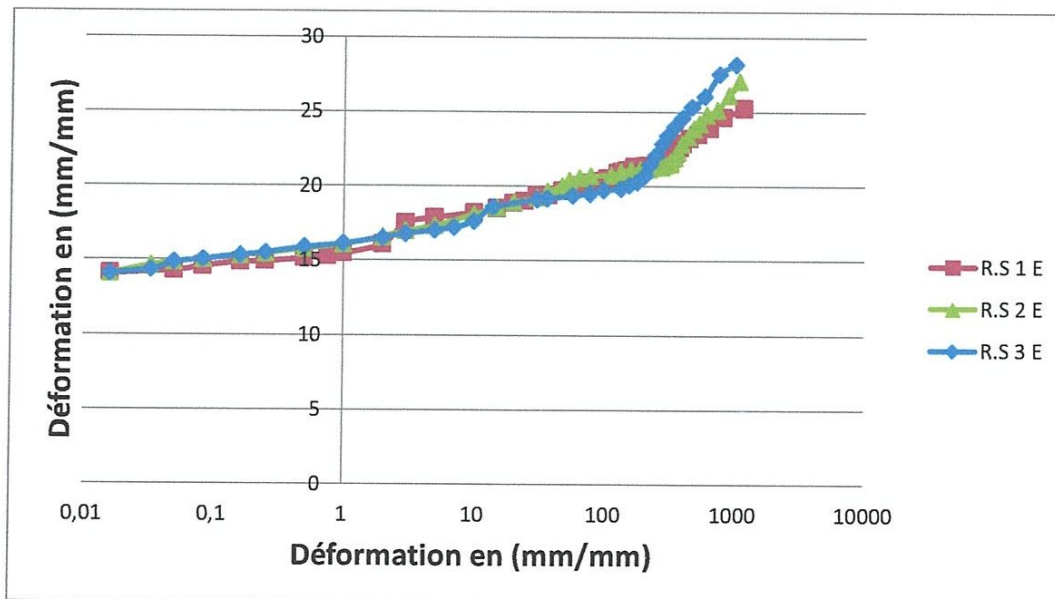


Figure.11 Déformation des spécimens en fonction du temps a l'air libre.

Les 3 spécimens sont 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 sont sectionnement.

4.2 Déformations résiduelles et environnements d'enfouissement:

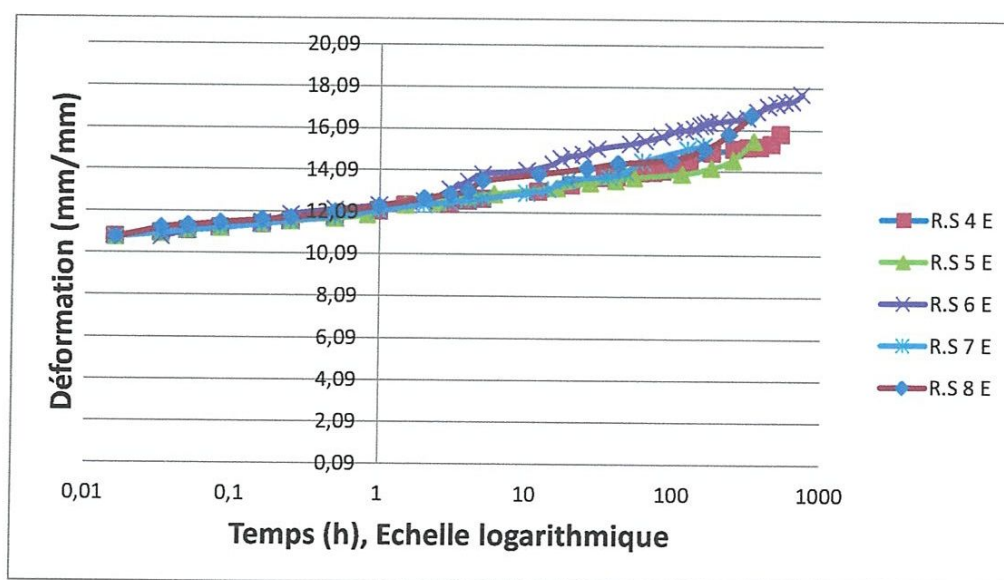


Figure.12 Déformation des anneaux usinés à partir d'un tube en PE-100 (Eau), dans différents Milieux en fonction du temps.

*) 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.

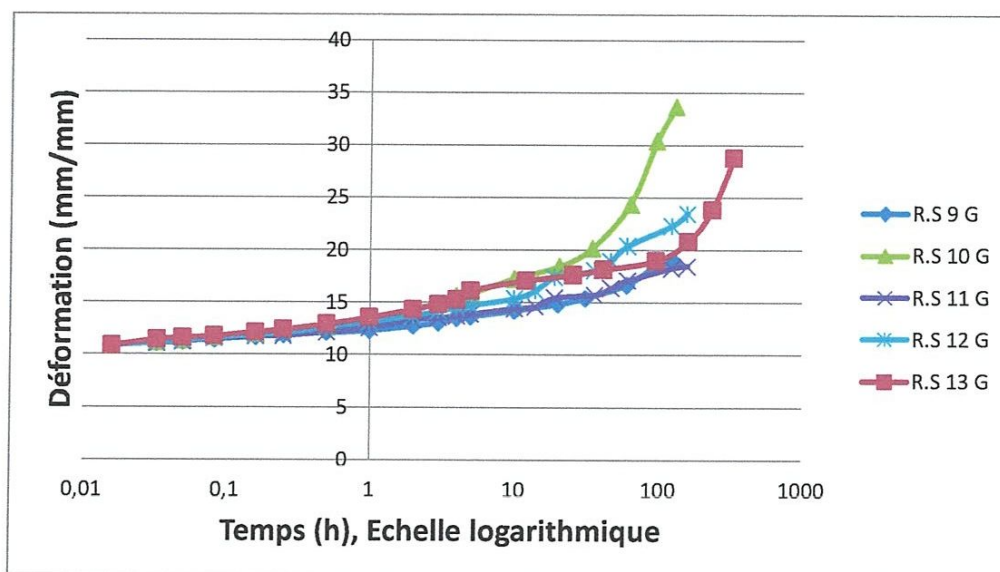


Figure.13 Déformation des anneaux usinés à partir d'un tube en PE-100 (Gaz), dans différents Milieux en fonction du temps.

Les résultats de la (Figure.13) montrent que dès sectionnement des spécimens, ils se déforment tous de la même manière jusqu'à environ 4 heures, 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, suivre par ceux refroidis et ceux trempés dans l'eau thermale. Les deux autres ont des déformations très proches.

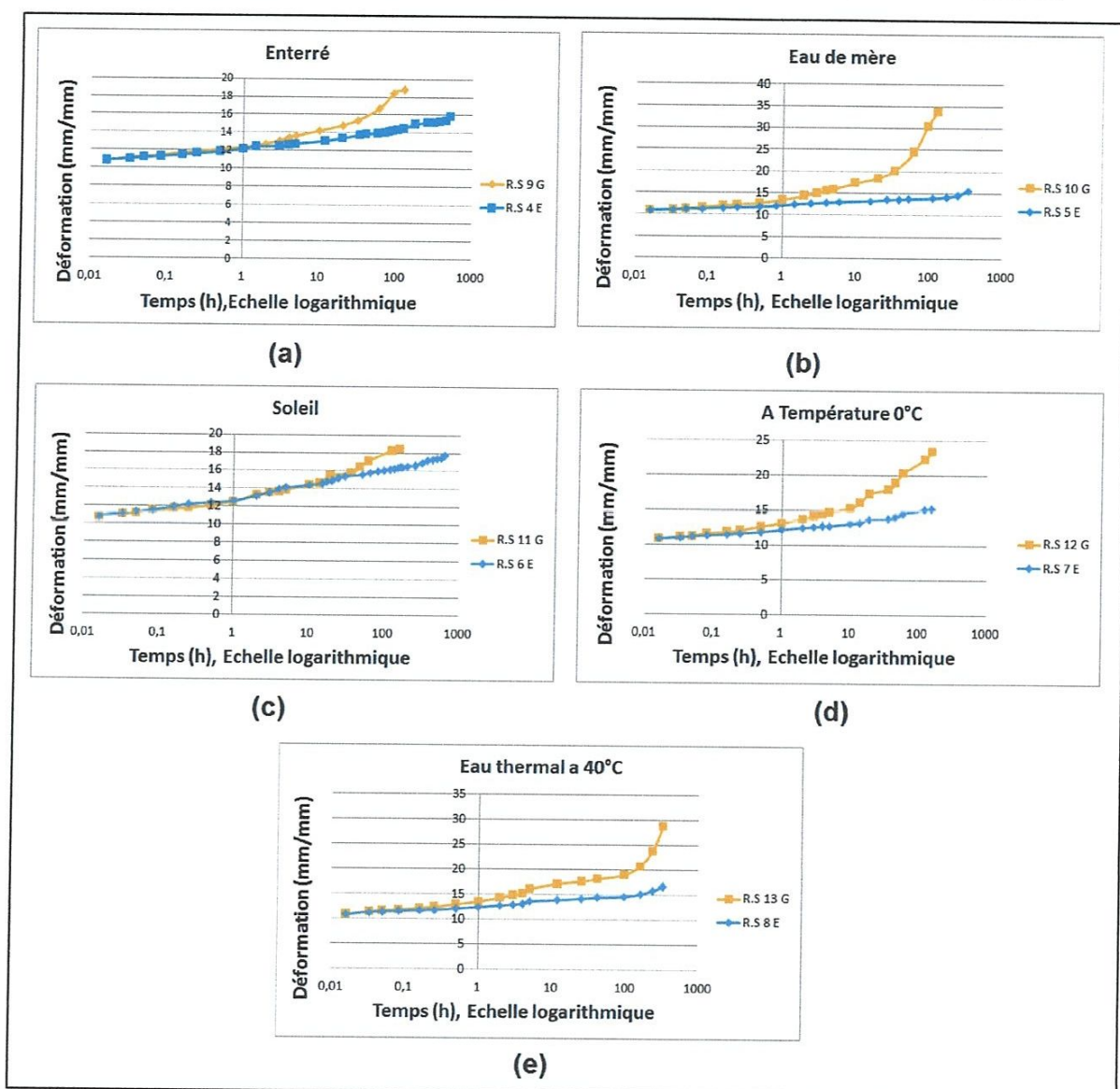


Figure.14 Déformation pour chaque 2 anneau (Eau et Gaz), dans différents Milieux en fonction du temps.

Dans les courbes de la (Figure.14) on peut remarquer que les déformations des éprouvettes s'accroissent au-delà de 150 heures. En vérifiant les archives des températures ambiantes de la période qui coïncide avec cette augmentation on a trouvé que dans cette période il y a bien eu une hausse brusque de température. En effet, sur la (Figure 14.e), 95h de déformation coïncident avec la date du 17/04/2012 ou la température été de 12°C, 160h coïncident avec le 20/04/2012 ou la température été de 21°C et 327h de déformation coïncident avec le 27/04/2012 ou la température été de 31°C (voir Tableau.14). [9]

Tableau 14 : Archive de température de mois d'Avril : [9]

Date	Température quotidienne maximum (°C)	Date	Température quotidienne maximum (°C)	Date	Température quotidienne maximum (°C)
01/04/2012	26	11/04/2012	20.8	21/04/2012	24.5
02/04/2012	22.6	12/04/2012	22	22/04/2012	24.5
03/04/2012	20.3	13/04/2012	18	23/04/2012	23..2
04/04/2012	23.4	14/04/2012	18.8	24/04/2012	25.5
05/04/2012	21.5	15/04/2012	17	25/04/2012	28..2
06/04/2012	21..2	16/04/2012	15.7	26/04/2012	33.4
07/04/2012	20.3	17/04/2012	12..2	27/04/2012	30.7
08/04/2012	19.7	18/04/2012	22.6	28/04/2012	34.5
09/04/2012	21	19/04/2012	19	29/04/2012	24..2
10/04/2012	28.7	20/04/2012	21.5	30/04/2012	17.7

5. Taux de déformation :

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.

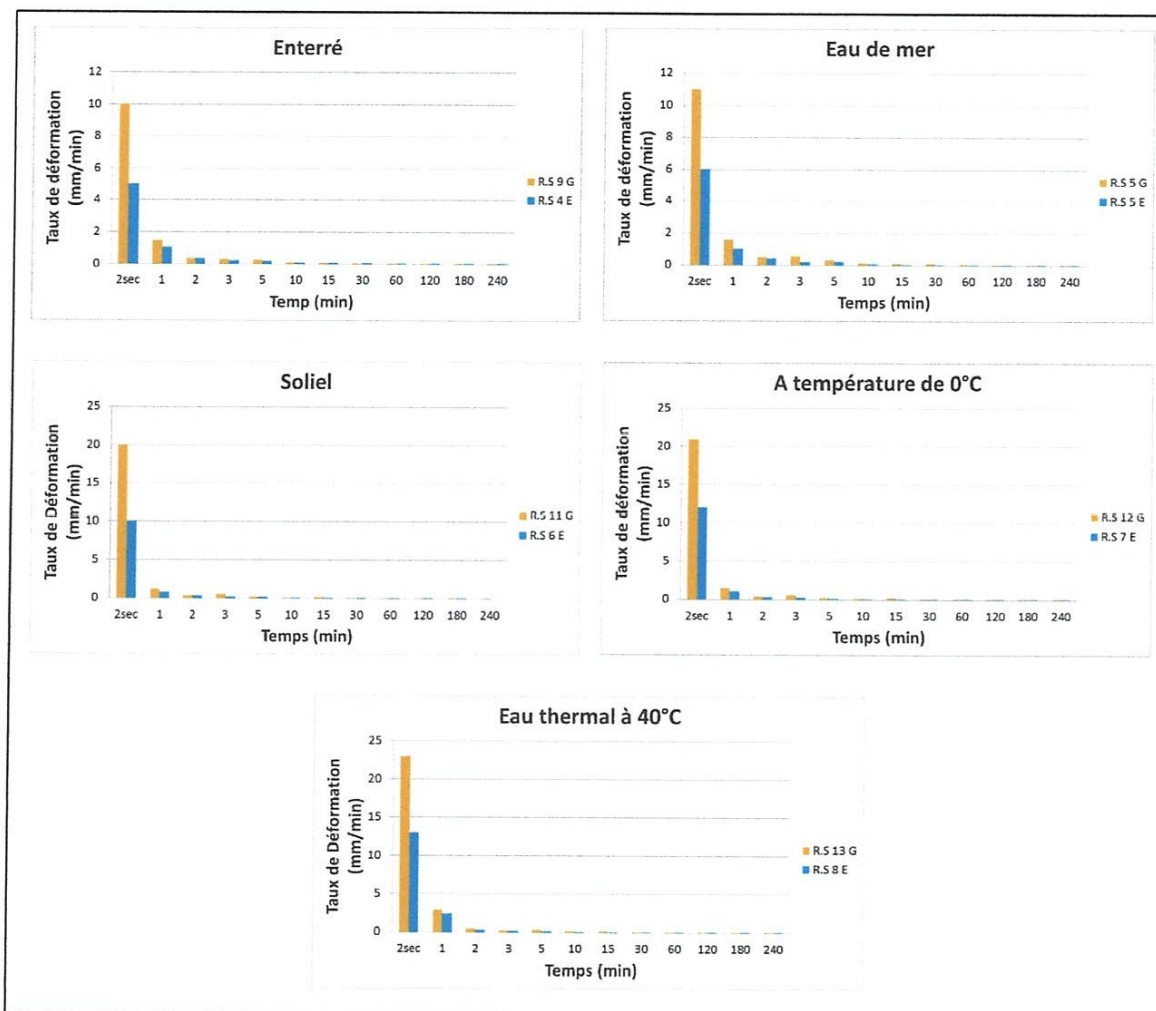


Figure.15 Comparaison de Taux de déformation entre (Eau & Gaz) ; à partir de 2 premiers seconds

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 énorme comparer au seconde suivre. Pour une meilleure lecture des histogrammes la (Figure.15) montrent les taux de déformation des spécimens à partir de 1min.

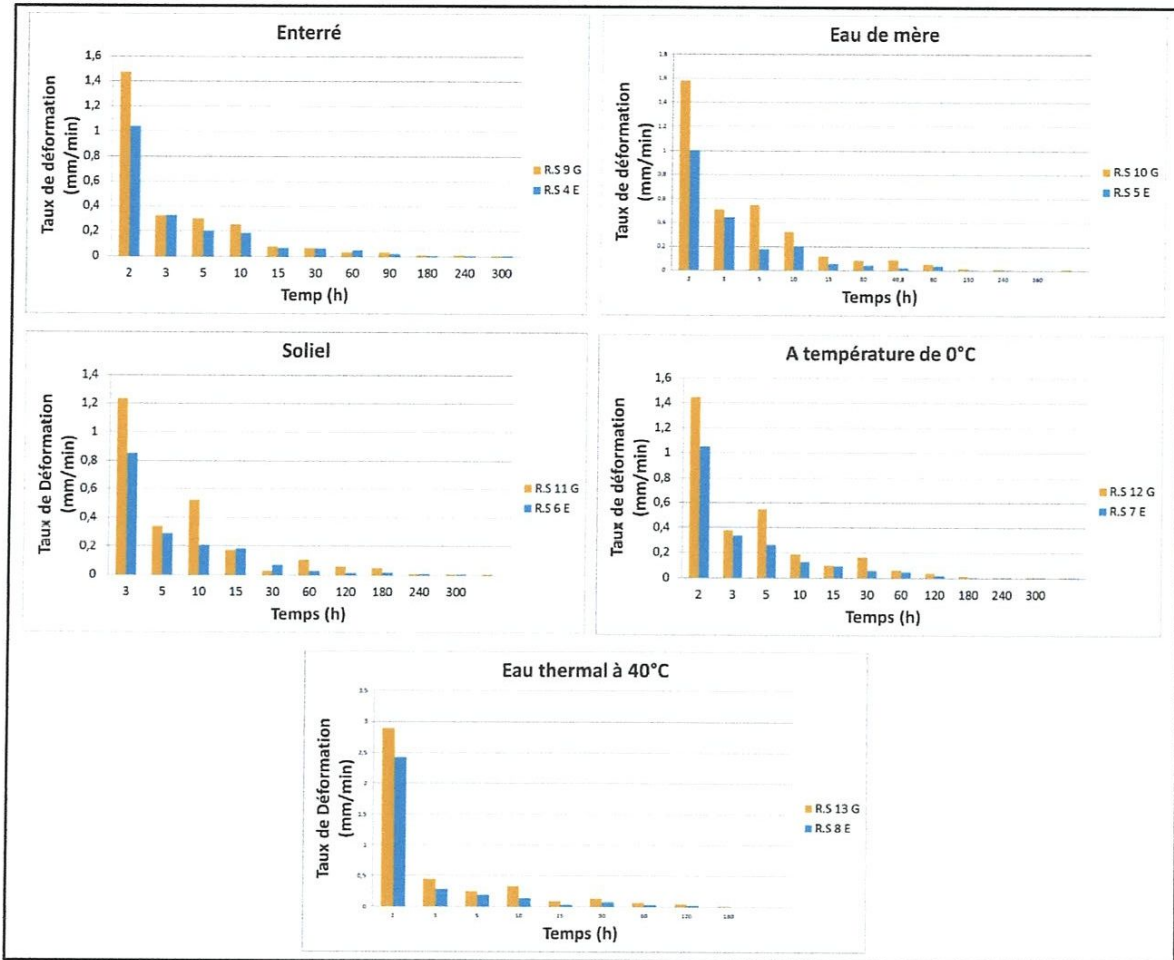


Figure.16 Comparaison de Taux de déformation entre (Eau & Gaz) ; à partir de 1min.

6. Contraintes résiduelles :

Pour le calcul des contraintes résiduelles on a utilisé le modèle de Williams :

$$\sigma_{\theta\theta}(h) = \frac{E}{12\pi a^2} \left[4h\delta + h^2 \frac{d\delta}{dh} + 2 \int_a^h \delta dh \right] + \sigma_0 \quad (7)$$

6.1 Contraintes résiduelles et temps de sectionnement :

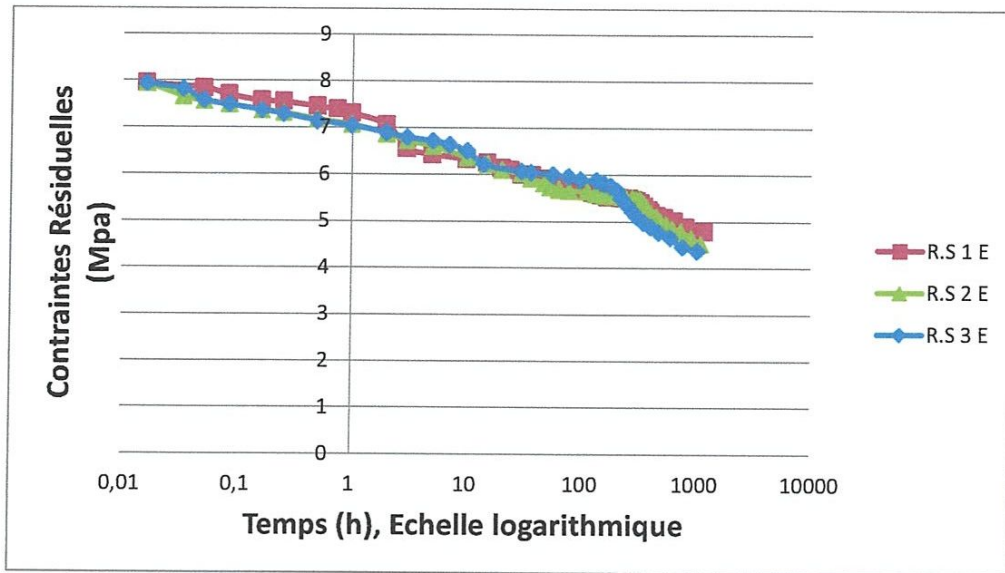


Figure.17 Contraintes résiduelles des spécimens en fonction du temps a l'air libre.

Sur La (Figure.17) les contraintes résiduelles 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.

6.2 Contraintes résiduelles et environnements d'enfouissement:

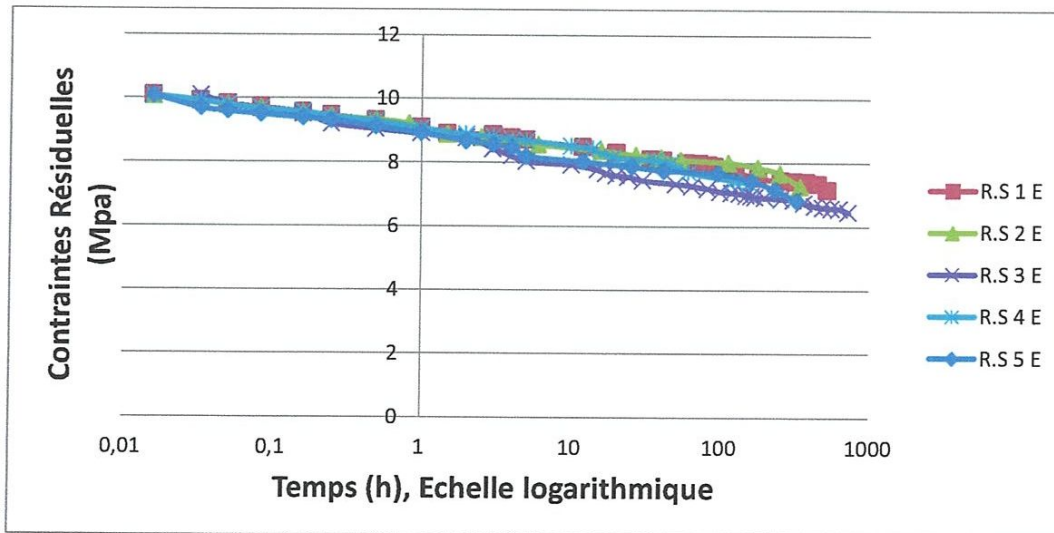


Figure.18 Contraintes résiduelles des anneaux usinés à partir d'un tube en PE-100 (Eau), dans différents Milieux en fonction du temps.

Tous les spécimens de la (Figure.18) se déforment à la même échelle. Ceux trempés dans l'eau thermique 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.

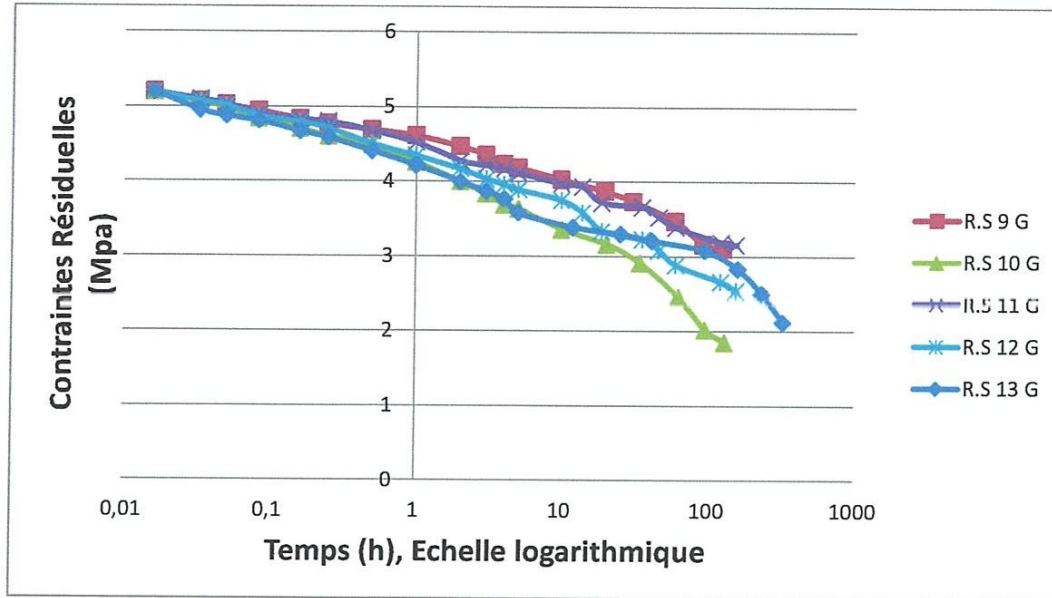


Figure.19 Contraintes résiduelles des anneaux usinés à partir d'un tube en PE-100 (Gaz), dans différents Milieux en fonction du temps.

Les contraintes représentées dans la (Figure.19) 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.

7. 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 trempés 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.

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] J. Zhang, Experimental Study of Stress Cracking in High Density Polyethylene Pipes, Thèse de Doctorat, Université de Drexel, 2005.
- [3] A.S. Maxwell, Practical guide for designers and manufacturers of moldings to reduce the risk of environment stress cracking, NPL Report MATC (A) 05.
- [4] G. Sachs, G. Espey, A New Method for Determination of Stress Distribution in Thin-walled Tubing
- [5] R. G. Treuting et W. T. Read, "A mechanical determination of biaxial residual stress in sheet materials", *Journal of applied physics*, vol.22, pp. 130-134 (1951).
- [6] S. P. Timoshenko et S. Woinowsky-Krieger, *Theory of plates and shells*, Mc Graw-Hill, N. Y. (1959).
- [7] J. A. Manson, L. Boogh et P. Sunderland, "Tailoring and characterisation of residual stresses induced during processing of heterogeneous materials", ESAFORM 98 (1998).
- [8] J. G. Williams, J. M. Hodgkinson et A. Gray, "The determination of residual stresses in plastic pipe and their role in fracture", *Polymer Engineering and Science*, vol. 21, pp. 822 .828 (1991).
- [9] <http://freemeteo.com/default.asp?pid=155&la=6&gid=2495662&monthFrom=4&yearFrom=2012&sid=604030>

Conclusion Générale

Conclusion générale :

Dans le but de caractériser quelques propriétés mécaniques du PEHD tubulaire des essais de traction sur des éprouvettes filaments ont été réalisés. On peut conclure que :

- Les essais réalisés sur des filaments donnent des résultats semblables à ceux standards.
- L'évolution des propriétés mécaniques, à travers les parois des tubes en PEHD 100 et PEHD 80, est similaire bien que les tubes ont un SDR différent et sont de résines différentes.
- L'évolution des propriétés mécaniques à travers la paroi du tube en PEHD ont tendance à augmenter de l'extérieur vers l'intérieur du tube.

Les résultats expérimentaux de ce chapitre 4 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.S1 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 trempés 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.

