

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DES MINES ET METALLURGIE

ENSMM-Annaba-



DÉPARTEMENT SCIENCE ET GÉNIE DES MATÉRIAUX

Mémoire de fin d'études

INGENIEUR

Etude thermomécanique et contrôle qualité
des pipelines en PEHD pour le transport de
l'eau et du gaz

Présenté par : - LARBI Abdeldjaoued

Encadrés par : - MENAIL Younès.
- BOULKRA Mohamed.

Membres du jury :

- Pr. RETIMA Mohamed
- Dr. BELHANI Mehdi

ENSMM ANNABA.
ENSMM ANNABA.

Juin 2018

Dédicace

Je dédie ce modeste travail à

- *Mes précieux parents qui ont su toujours me réconforter et me soutenir, qui m'ont guidé vers le droit chemin pour que je devienne un jour ce que je suis et qui m'ont couvert d'estime et d'amour tout au long de mon existence.*
- *Mes frères Amine, Abdelhak, Nour El-islem et Mohamed.*
- *Mes amis*
- *Je dédie ce travail à tous les enseignants et les étudiants de la promotion.*

Remerciements

Je remercie tout d'abord Dieu tout puissant de m'avoir donné la force pour survivre, ainsi que l'audace pour dépasser toutes les difficultés.

*Je remercie en premier lieu, mes encadreurs **Mr. MENAIL Younès** et **Mr. BOULKRA Mohamed**, pour avoir accepté de diriger ce travail, pour leurs encouragements et leurs conseils judicieux, tout au long de la réalisation de ce mémoire.*

*Je remercie infiniment **Mr. DAHOUN Abdesselam** directeur du département de Sciences et ingénierie des matériaux à l'Ecole des Mines Nancy, ainsi que **Mr. TAHRAOUI Tarek** de tout, en leur exprimant mon profond respect pour avoir accepté d'examiner ce travail.*

*Je tiens à adresser mes vifs remerciements et mon profond respect à mon ingénieur-encadreur **Mr. AYOUNI Abdalilah** chef du laboratoire de contrôle qualité et responsable recherche et développement de SARL TUBEX, au **Pr. BOUZIT** vice doyen de l'université de Mohamed Boudiaf Oran, ainsi que **Pr. YOUSFI** chef du département de génie mécanique option énergétique à l'université de Mohamed Boudiaf Oran.*

*J'exprime aussi ma gratitude à tous les membres de l'équipe de TUBEX, **Mrs Moustapha, Abdelkrim** et **kouaki** ainsi qu'à l'équipe d'ITP ainsi qu'à la chef du laboratoire **M^{elle} LARBAOUI** et son équipe : **Mr. Ahmed** et **M^{elle} Naima** pour leurs soutiens et leurs explications.*

*Je voudrais vivement remercier Messieurs les professeurs **RETIMA M** qui m'a fait l'honneur d'être président du jury de thèse, et **BELHANI M** pour avoir accepté d'en être l'examineur.*

Sommaire

Introduction générale.....	1
----------------------------	---

Chapitre I : Les matériaux polymères thermoplastiques

I .1.Généralités sur les matériaux polymères.....	2
I .2.Historique.....	2
I .3.Classification des polymères organique.....	4
I.3.1 Selon leur origine.....	4
I.3. 2. Selon leur domaine d'application.....	5
I.3.3. Selon leur structure.....	5
I.3.4. Structures moléculaires.....	7
I .4.Le matériau polyéthylène.....	8
I.4.1. Structure et propriétés.....	8
I.4.2. Types de polyéthylène.....	9
I .5.Classification des tubes en PE.....	11
I.5.1. Structure et propriétés.....	11
I.5.2. Types de polyéthylène.....	12
I.5.3. Mise en œuvre du PE.....	13
I.6. Classification des tubes en PE.....	14
I .7.Procédés de fabrication des tubes en matières plastiques.....	15
I.7.1 Application des plastiques en tuyauterie.....	15

Chapitre II : Matière première et ces essais

II.1. Description de la matière première.....	18
II.2. Essais de conformité matière première.....	19
II.2.1-Indice de fluidité à chaud en masse MFR.....	19
II.2.2-Masse volumique.....	21
II.2.3-Temps d'induction à l'oxydation (TIO isotherme).....	22
II.2.4-La dispersion du pigment et du noir de carbone dans les tubes.....	24
II.2.5-Détermination de la Teneur en Noire de Carbone par calcination et pyrolyse.....	26

II.3-Résultats des essais de la matière première.....	27
--	-----------

Chapitre III : Etude thermomécanique en traction.

III.1. Introduction.....	28
III.2. Différents essais mécaniques.....	28
III.3. Détermination des caractéristiques en traction.....	28
III.4 Expression des résultats.....	35
III.5 la traction d'un polymère semi-cristallin.....	36
III.6. Influence de la vitesse de déformation et de la température sur le PEHD.....	38
III.7. Essais expérimentaux.....	41
III.7.1. Essais à plusieurs températures.....	41
III.7.2.Résultats sous l'influence de la température.....	42
III.7.3.Résultats sous l'influence de la vitesse de déformation.....	55
III.7.4.Résultat statistique de changement des forces mécaniques.....	58

Chapitre IV : Dépouillement et analyse des résultats expérimentaux

IV.1. Introduction.....	61
IV.2. Explication des résultats obtenus de la matière première du PEHD.....	61
IV.3. Explication de l'effet de la température et de la vitesse de déformation sur le comportement mécanique du PEHD.....	61

Conclusion.....	64
------------------------	-----------

Annexe.

RÉSUMÉ

L'étude que nous avons menée sur la thermomécanique des pipelines en PEHD produits par l'entreprise TUBEX d'Oran, dans le cadre de la préparation du diplôme d'ingénieur en science et génie des matériaux, au sein de l'Ecole National Supérieure des Mines et Métallurgie d'Annaba, nous a permis de découvrir le monde du travail, d'améliorer nos connaissances théoriques et d'affiner nos connaissances pratiques.

L'élaboration du sujet a été faite en commun accord avec les responsables de l'entreprise, suite à des réclamations faites par un client qui avait des craquelures de surface sur ses tuyaux, utilisés dans des zones chaudes.

Le but de notre travail consistait à chercher l'origine de ses problèmes et de savoir si c'est un problème de fabrication ou un défaut d'utilisation.

A cet effet nous avons confectionné des éprouvettes en PEHD à partir des tuyaux qui servent pour le transport des gaz et de l'eau. Suite à quoi nous avons mené des essais de traction après avoir soumis les éprouvettes à de hautes températures. Nous avons comparé les résultats de nos essais entre eux puis à ceux donnés par la bibliographie. Nous avons constatés que les résultats des courbes contrainte-déformation en fonction de température sont conformes aux normes, ce qui confirme que les tuyaux en PEHD sont de bonnes qualités. Cela prouve que les défauts apparus en surface des tuyaux ont d'autres origines, qu'il faut chercher ailleurs.

Abstract

The study we conducted on the thermomechanics of HDPE pipelines produced by the TUBEX Company in Oran, as part of the preparation for the engineering degree in materials science and engineering at the national superior school of mines and Metallurgy in Annaba, allowed us to discover the working world, improve our theoretical knowledge and refine our practical knowledge.

The subject was elaborated in common agreement with the company's managers, following complaints made by a customer who had surface cracks on his pipes which were used in hot areas.

The purpose of our work was to investigate the origin of his problems and whether it was a manufacturing problem or a defect in use.

For this purpose, we have made HDPE test tubes from the pipes used to transport gas and water. Following this, we conducted tensile tests after subjecting the specimens to high

temperatures. We compared the results of our trials with each other and with those given by the bibliography. We found that the results of the strain-stress curves as a function of temperature conform to the standards, which confirms that HDPE pipes are of good quality. This proves that the defects on the surface of the pipes have other origins, which must be sought elsewhere.

ملخص

الدراسة التي أجريناها على الميكانيكا الحرارية لخطوط أنابيب HDPE التي تنتجها شركة TUBEX في وهران ، كجزء من إعداد شهادة مهندس في علوم وهندسة المواد ، في المدرسة الوطنية العليا للمناجم والتعدين في عنابة و التي مكنتنا من اكتشاف عالم العمل وتحسين معرفتنا النظرية وتحسين معرفتنا العملية. وقد تم تطوير هذا الموضوع بالاتفاق مع مسؤولي الشركة ، بعد الشكاوى التي قدمها عميل لديه تشققات سطح على الأنابيب الخاصة به ، وتستخدم في المناطق الساخنة. كان الغرض من عملنا هو البحث عن أصل المشاكل وما إذا كانت مشكلة في التصنيع أو نقص في الاستخدام. لهذا الغرض ، قمنا بعمل قطع اختبار HDPE من الأنابيب المستخدمة لنقل الغازات والمياه. بعد ذلك أجرينا اختبارات الشد بعد إخضاع العينات لدرجات حرارة عالية و منخفضة. قارنا نتائج اختبارنا مع بعضنا البعض ثم مع تلك الواردة في البيبليوغرافيا. وجدنا أن نتائج منحنيات الإجهاد مقابل درجة الحرارة تتفق مع المعايير ، مما يؤكد أن أنابيب HDPE ذات جودة عالية. وهذا يثبت أن العيوب التي تظهر على سطح الأنابيب لها أصول أخرى يجب البحث عنها في مكان آخر.

Tableau de figure:

Figure I.1 : Représentation de la chaîne d'un polymère linéaire.....	6
Figure I.2 : Représentation schématique d'un polymère Bidimensionnel : le carbone graphite.....	6
Figure I.3 : Représentation schématique d'un polymère Tridimensionnel.....	7
Figure I.4: Représentation schématique des différentes architectures macromoléculaires d'un polymère monodimensionnel: (a) Polymère linéaire, (b) polymère ramifié.....	8
Figure I.5: Représentation schématique d'une chaîne de macromolécules.....	9
Figure I.6: Schéma idéalisé de la structure cristalline orthorhombique du polyéthylène.....	10
Figure I.7: Représentation schématique d'un sphérolite et des lamelles le constituant.....	10
Figure I.8: Image des sphérolites : (a) d'un Polyéthylène à haute densité observé au microscope électronique à transmission (MET) – (b) d'un Polyamide 6 observé au microscope à balayage électronique (MEB).....	11
Figure I.9 : représente le modèle d'un segment macromoléculaire de polyéthylène de haute densité.....	12
Figure I.10 : Structure macromoléculaire du polyéthylène linéaire (PE-HD) [29].....	12
a) Schéma de la structure d'une chaîne et disposition spatiale des atomes,	
b) modèle d'un segment macromoléculaire.	
Figure I.11 : Représentation d'une machine d'extrusion des tubes.....	14
Figure II.1 : Appareillage type pour la détermination de l'indice de fluidité à chaud.....	20
Figure II.2 : les outils utilisés pour mesurer la masse volumique.....	22
Figure II.3 : Exemple de thermogramme pour un polyéthylène présentant une réaction endothermique.....	24
Figure II.4 : l'appareil de DNC.....	25
Figure III.1. Différents essais mécaniques.....	28
Figure III.2 : appareil de traction testometric M500-100N.....	29
Figure III.3: des mors d'un appareil de traction testometric.....	29
Figure III.4 : fraiseuse DUPLOMATIC-SAF10.....	31
Figure III.5 : Préparation des éprouvettes.....	32
Figure III.6 : découpage des pipes en PEHD.....	33

Figure III.7 : les composantes importantes de la fraiseuse.....	34
Figure III.8 : la pièce modifiée.....	35
Figure III.9 : dessin technique d'une éprouvette normalisée type 1.....	36
Figure III.10 : Courbe nominale contrainte-déformation d'un polymère semi- cristallin en traction uniaxiale étirée à vitesse d'allongement constante et représentation de changement schématique d'une éprouvette lors de traction.....	37
Figure III.11 : Différentes zones de traction uniaxiale d'un thermoplastique semi-cristallin avec la représentation schématique de l'éprouvette d'essai.....	38
Figure III.12 : Courbes contrainte-déformation vraies d'un Polyéthylène à Haute Densité (a) pour différentes vitesses de déformations $\dot{\epsilon}$ (b) pour différentes températures (G'SELL. 2003)	39
Figure III.13 : un four pour chauffer les éprouvettes.....	39
Figure III.14: éprouvette d'essai mise en place dans la machine de traction.....	40
Figure III.15: une courbe de traction Force-Extension.....	40
Figure III.16 : les trois courbes contrainte-Déformation à $T^{\circ} = 0^{\circ}\text{C}$	42
Figure III.17: un graphe Contrainte-Déformation correspondant à la variation des vitesses de déformation.....	43
Figure III.18: Les 03 courbes Contrainte-déformation à $T^{\circ}=10^{\circ}\text{C}$	44
Figure III.19: un graphe Contrainte-Déformation correspondant à la variation des vitesses de déformation $\dot{\epsilon}$	45
Figure III.20: Les 03 courbes Contrainte-déformation à $T^{\circ}=20^{\circ}\text{C}$	46
Figure III.21: un graphe Contrainte-Déformation correspondant à la variation des vitesses de déformation $\dot{\epsilon}$ à $T^{\circ}=20^{\circ}\text{C}$	47
Figure III.22: Les 03 courbes Contrainte-déformation à $T^{\circ}=30^{\circ}\text{C}$	48
Figure III.23: un graphe Contrainte-Déformation correspondant à la variation des vitesses de déformation $\dot{\epsilon}$ à $T^{\circ}=30^{\circ}\text{C}$	49
Figure III.24: Les 03 courbes Contrainte-déformation à $T^{\circ}=40^{\circ}\text{C}$	50
Figure III.25: un graphe Contrainte-Déformation correspondant à la variation des vitesses de déformation à $T^{\circ}=40^{\circ}\text{C}$	51
Figure III.26: Les 03 courbes Contrainte-déformation à $T^{\circ}=50^{\circ}\text{C}$	52
Figure III.27: un graphe Contrainte-Déformation correspondant à la variation des vitesses de déformation à $T^{\circ}=50^{\circ}\text{C}$	53
Figure III.28: Les 03 courbes Contrainte-déformation à $T^{\circ}=65^{\circ}\text{C}$	54

Figure III.29: un graphe Contrainte-Déformation correspondant à la variation des vitesses de déformation à $T^{\circ}=65^{\circ}\text{C}$	55
Figure III.30: Les 07 courbes Contrainte-déformation à $D= 4.35 \cdot 10^{-3} \cdot \text{S}^{-1}$	56
Figure III.31: un graphe Contrainte-Déformation correspondant à la variation des températures.....	57
Figure III.32: un graphe Contrainte-Déformation correspondant à la variation des températures.....	57
Figure III.33: un graphe Contrainte-Déformation correspondant à la variation des températures.....	58
Figure III.34: Graphe présente la variation de la CE en fonction de V et T°	58
Figure III.35: Graphe présente la variation de la CR en fonction de V et T°	59
Figure III.36: Graphe présente la variation du module de Young en fonction de V et T°	59

Table des tableaux :

Tableau I.1: les caractéristiques des différents polymères amorphes et cristallins.....	8
Tableau I.2 : Propriétés mécaniques et thermiques des polyéthylènes.....	13
Tableau I.3 : Propriétés des plastiques et des matériaux traditionnels employés en transport de fluides.....	17
Tableau II.1 : la fiche technique de la matière première en PEHD.....	18
Tableau II.2 : la masse volumique de PEHD.....	21
Tableau II.3 : Notes basées sur les plus grandes dimensions des particules et des agglomérats.....	26
Tableau II.4 : les résultats des essais de la matière première.....	27
Tableau III.1: Nombre recommandé d'éprouvettes.....	32
Tableau III.2 : Dimensions des éprouvettes de type 1.....	36
Tableau III. 3: Effet de la température T sur les paramètres de la loi de comportement en traction sous la vitesse de déformation de 5.10^{-3} s^{-1} (ADDIEGO.2006) [50].....	39
Tableau III.4 : différentes valeurs de longueurs initiales des éprouvettes lors des essais de traction pour des températures différentes.....	41
Tableau III.5 : différentes valeurs de vitesses de déformation $\dot{\epsilon}$ des éprouvettes lors des essais de traction.....	42

Introduction générale

Les matériaux plastiques jouent un rôle très important dans notre vie quotidienne, leurs applications sont de plus en plus vastes. La demande mondiale de ces matières augmente d'une année à une autre.

Même les premiers hommes les ont utilisés comme des plastiques naturels tels que : l'argile, l'ambre, la cellulose, l'écaille, le poil, la soie, le coton, le caoutchouc naturel, les résines végétales et la corne.

L'apparition des plastiques synthétiques est jeune, et a évolué avec le développement de la chimie organique. Les plus importants à l'échelle industrielle correspondent à 30 ou 40 types de plastiques différentes, proposés sous 25000 marques commerciales environs. Parmi ces derniers le polyéthylène à haute densité (PEHD) (HDPE en anglais pour High Density Polyethylene) a une grande importance. Le PEHD est utilisé divers domaines dont : emballage, revêtements de câbles et tuyauteries pour le transport de gaz et de liquides.

Vu ses larges champs d'applications, aussi bien sur le plan domestique qu'industriel et l'évolution de sa consommation dans le monde ; nous avons choisi le PEHD pour faire l'objet dans notre présente étude.

Cette étude consistera en des expériences de matières premières sur des grains en PEHD et de traction sur des éprouvettes en PEHD sous deux effets importants : la température et la vitesse de déformations.

L'objectif de ce travail est d'étudier le comportement thermomécanique des tubes produisent en TUBEX et ITP après une réclamation de la part d'un client qui utilise ce produit dans des endroits sous des températures.

Chapitre 1

Les matériaux polymères thermoplastiques

I.1.Généralités sur les matériaux polymères :

Le mot polymère vient de deux mots grecs, « polus » qui signifie plusieurs et « meros » qui signifie partie. Au sens propre et figuré, on peut désigner par le terme polymère tous les matériaux constitués de plusieurs enchaînements de macromolécules obtenus par synthèse ou par transformation de matériaux naturels. Par définition un polymère est donc un ensemble de macromolécules [10]. Une macromolécule est une très longue chaîne constituée de plusieurs milliers d'unités de base appelées monomères. Les monomères sont essentiellement constitués d'atomes de carbone. Le nombre d'unités monomères qui forment une macromolécule est appelé Degré de Polymérisation [11, 12] et il est proportionnel à la masse molaire du matériau polymère. Les liaisons atomiques le long d'une chaîne sont assurées par des liaisons covalentes, qualifiées de liaisons fortes de sorte qu'elles sont supposées ne pas se rompre sous l'action d'une contrainte mécanique.

Les polymères peuvent présenter plusieurs types de propriétés mécaniques bien spécifiques selon l'architecture des macromolécules et leur cohésion. C'est une des raisons qui explique leur utilisation dans un vaste domaine d'application, notamment dans la construction où ils remplacent les matériaux traditionnels tels que l'acier, le bois, la pierre, les verres, les céramiques, etc... Ils sont aussi utilisés dans des applications technologiques spécifiques telles que l'industrie automobile ou l'aéronautique.

I.2.Historique

Une étape importante avait été franchie avec la production industrielle des premiers polymères synthétiques (Bakélite, caoutchoucs synthétiques). Mais c'est à partir de la théorie proposée par STAUDINGER que leur variété s'est accrue de façon considérable. Il en fut le principal utilisateur et la plupart des polymères synthétiques vinyliques utilisés aujourd'hui sont issus de ses travaux.

Dès la décennie 1940-1950, on avait fait appel aux polymères pour qu'ils soient substitués à nombre de matériaux traditionnels. Cette opération n'a pas toujours été réalisée avec le sérieux qu'elle aurait mérité, ce qui a entraîné une réputation de médiocre qualité des objets fabriqués. Les recherches effectuées dans les laboratoires industriels et académiques ont conduit à pallier les principaux défauts des polymères, lesquels sont maintenant utilisés pour les applications les plus sophistiquées et les domaines les plus avancés de la technologie.

Les jurys du prix Nobel ont voulu honorer cette science encore jeune, en attribuant les prix de Chimie ou de Physique à nombre de ses représentants : STAUDINGER fut le premier récompensé

mais on peut aussi citer ZIEGLER et NATTA, FLORY, la triade Mc DIARMID, SHIRAKAWA, HEEGER ainsi que, plus récemment, une autre triade avec CHAUVIN, GRUBBS et SCHROCK. Pierre-Gilles de GENNES a aussi été honoré par le jury du prix Nobel ; les polymères n'ont été que l'un de ses centres d'intérêt mais son nom est connu de tous les scientifiques pour ses théories dans le domaine de la science des polymères.

En raison de son importance économique, l'industrie des polymères a généré une multitude de travaux de recherche et stimulé, en amont, une recherche académique de grande qualité. Celle-ci est fortement soutenue par les milieux industriels qui ont su avantageusement valoriser la recherche de base.

-Etape importantes de l'histoire des polymères

1838 : A. PAYEN identifie un composé de formule $(C_6H_{10}O_5)_n$ qu'il a extrait du bois et auquel il donne le nom de cellulose.

1844 : Ch. GOODYEAR réalise la vulcanisation du caoutchouc naturel au moyen du soufre.

1846 : C. SCHONBEIN prépare le premier polymère « artificiel », la nitrocellulose, par estérification de la cellulose au moyen d'un mélange sulfo-nitrique.

1866 : découverte du polystyrène par M. BERTHELOT.

1883 : la "soie artificielle" est obtenue par H. de CHARDONNET, par filage d'une solution concentrée de nitrocellulose.

1907 : premiers caoutchoucs synthétiques par polymérisation de diènes conjugués, par A. HOFMANN.

1910 : industrialisation du procédé de production du premier polymère synthétique, par L. BAEKELAND ; les résines phénol-formol sont produits sous le nom de "bakélite".

1919 : H. STAUDINGER propose sa théorie macromoléculaire, ouvrant ainsi la voie à la science et à la technologie des polymères.

1925 : confirmation de la théorie macromoléculaire par Th. SVEDBERG ; il réussit à mesurer la masse molaire d'un polymère, par ultracentrifugation.

1928 : K. MEYER et H. MARK établissent le lien entre structure moléculaire et structure cristallographique des polymères.

1933 : polymérisation radicalaire de l'éthylène sous haute pression, par E. FAWCETT et R. GIBSON (I.C.I.).

1938 : premiers polyamides synthétiques ("nylons") par W. CAROTHERS (Du Pont de Nemours).

1942 : P. FLORY et M. HUGGINS proposent la première théorie sur le comportement des polymères en solution.

1943 : la famille des polyuréthanes est découverte par O. BAYER.

1947 : T. Alfrey et C. Price proposent la théorie de la copolymérisation en chaîne.

1953 : F. CRICK et J. WATSON (Prix Nobel de médecine 1962) proposent la structure en double hélice de l'ADN.

1953 : K. ZIEGLER polymérise l'éthylène sous basse pression.

1954 : G. NATTA découvre le polypropène isotactique.

1955 : établissement d'une relation entre le temps de relaxation des chaînes et l'écart à la température de transition vitreuse par M. WILLIAMS, R. LANDEL et J. FERRY.

1956 : découverte de la polymérisation « vivante » par M. SZWARC.

1957 : premiers monocristaux polymères obtenus par A. KELLER.

1959 : mise au point de la chromatographie d'exclusion stérique par J. MOORE.

1960 : Découverte des élastomères thermoplastiques à partir des copolymères à blocs.

1970-1980 : formulation des lois d'échelle et notion de reptation des chaînes polymères à l'état fondu, par P-G. de GENNES.

1974 : Développement des polyamides aromatiques par la firme Du Pont de Nemours.

1980 : W. KAMINSKY et H. SINN utilisent la combinaison aluminosilanes/métalloènes, pour la polymérisation des oléfines.

1982 : T. OTSU introduit la notion de contrôle de la polymérisation radicalaire.

1986 : les premiers dendrimères sont synthétisés par D. TOMALIA.

1994 : la polymérisation radicalaire contrôlée par transfert d'atome, une méthode mise au point par M. SAWAMOTO et K MATYJASZEWSKI

2000 : H. SHIRAKAWA, A.J. HEEGER et A.G. Mc DIARMID obtiennent le Prix Nobel de Chimie pour leurs travaux sur les polymères conducteurs intrinsèques.

2005 : Prix Nobel de Chimie pour Y. CHAUVIN, R. GRUBBS et R. SCHROCK, pour leurs travaux sur la réaction de métathèse et son application aux polymères [13].

Un polymère est une macromolécule formée de l'enchaînement covalent d'un très grand nombre d'unités de répétition qui dérivent d'un ou de plusieurs monomères (qui sont également appelées motifs) et préparée à partir de molécules appelées monomère [14].

I.3. Classification des polymères organique

I.3.1 Selon leur origine: on peut les classer en trois catégories.

I.3.1.1. Les polymères naturels sont issus des règnes végétal ou animal, leur importance est considérable.

On peut cependant mentionner, dans cette catégorie, la famille des polysaccharides (cellulose, amidon...), celle des protéines (laine, soie....), le caoutchouc naturel, etc. [15]

I.3.1.2. Les polymères artificiels sont obtenus par modification chimique de polymères naturels, de façon à transformer certaines de leurs propriétés ; l'ester cellulosique (nitrocellulose, acétate de cellulose...) ont toujours connu une certaine importance économique.

I.3.1.3. Les polymères synthétiques, totalement issus du génie de l'homme, sont obtenus par polymérisation de molécules monomères. Leur variété est extrême et ce sont eux qui seront le plus souvent considérés par la suite.

I.3.2. Selon leur domaine d'application: il est difficile de proposer une classification exhaustive tant la variété des propriétés a multiplié les applications des polymères, comme matériaux en particulier. Il est cependant possible de regrouper les polymères en trois grandes catégories :

I.3.2.1. Les polymères de grande diffusion (encore appelés polymères de commodité), dont la production annuelle s'évalue par millions de tonnes, sont devenus d'un emploi quotidien pour tous. Le polyéthylène, le polystyrène, le poly (chlorure de vinyle) et quelques autres sont à classer dans cette catégorie d'une importance économique considérable [15].

I.3.2.2. Les polymères techniques ont des caractéristique qui leur permettent de se substituer, de plus en plus aux matériaux traditionnels (métaux, céramiques...) pour de nombreuses application ; les polyamides, les polyacétals....font partie de cette famille.

I.3.2.3. Les polymères spéciaux (ou polymères de fonction) présentent généralement une propriété qui induit leur utilisation pour une application particulière. C'est dans cette catégorie que se trouvent les polymères conducteurs, photoactifs, thermostables, adhésifs, etc. Tous les spécialistes ne donnent pas la même définition à chacune de ces catégories même s'ils s'accordent sur les termes.

I.3.3. Selon leur structure (dimensionnalité) les polymères peuvent encore être classés en trois catégories) [06] :

I.3.3.1. les polymères linéaires (ou monodimensionnels), pour lesquels chaque chaîne macromoléculaire est constituée d'un nombre (éventuellement) élevé mais fini d'unités monomères ; de tels systèmes correspondent à la polymérisation de monomères bivalents et une macromolécule linéaire peut être très schématiquement représentée par un trait continu divisé en intervalles figurant chacun une unité monomère (figure I.I).

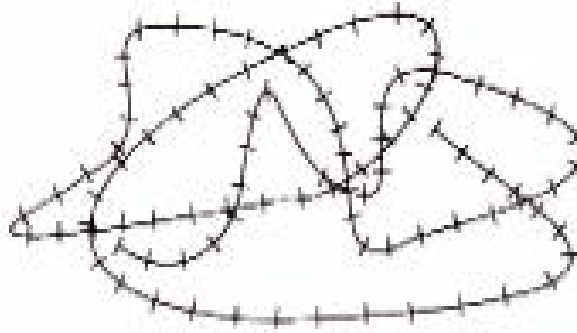


Figure I.1 : Représentation de la chaîne d'un polymère linéaire [16].

I.3.3.2. Celle des polymères bidimensionnels, dont certains peuvent être produits par la nature (carbone graphite, kératine...) ; dans le domaine des polymères synthétiques ce sont encore des curiosités de laboratoire. Ils se présentent sous la forme de feuillets bidimensionnels, d'épaisseur comparable à celle des molécules simples (figure I.2).

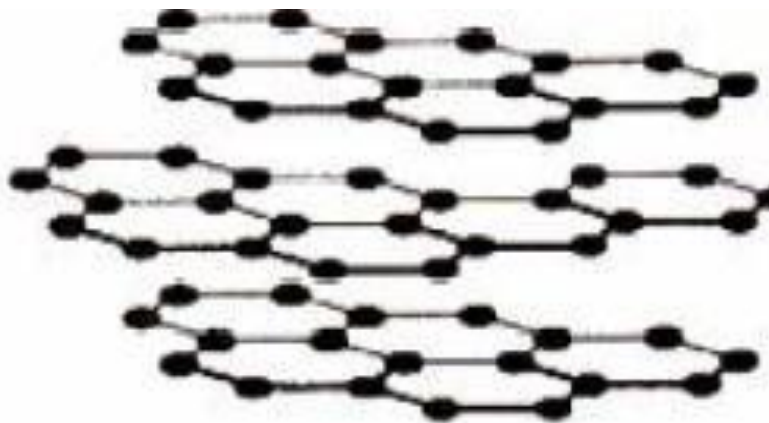


Figure I.2 : Représentation schématique d'un polymère Bidimensionnel : le carbone graphite [06].

I.3.3.3. Les polymères tridimensionnels, qui résultent de la polymérisation de monomères dont la valence moyenne est supérieure à deux ou encore de la réticulation (formation d'un réseau tridimensionnel), par voie physique ou chimique, de polymères linéaires. Leur dimension moléculaire peut être considérée comme infinie puisque toutes les unités monomères constitutives d'un objet sont liées de façon covalente pour former une seule macromolécule.

Les liaisons se développent dans les trois dimensions et un élément de volume d'un tel système peut être représenté sur la figure I.3.

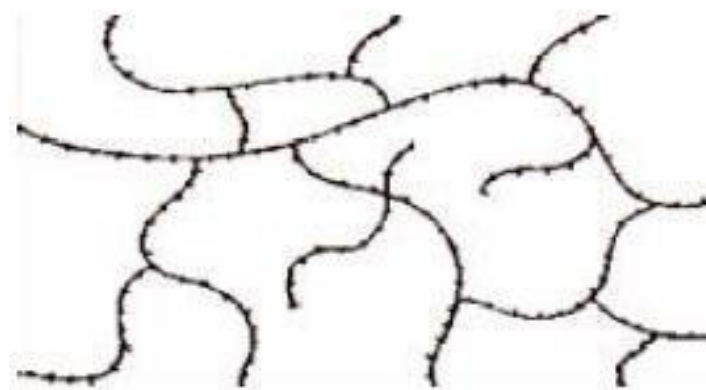


Figure I.3 : Représentation schématique d'un polymère Tridimensionnel [17].

I. 3.4. Structures moléculaires

D'une façon générale, les propriétés physiques d'une matière première sont données par l'intensité et l'ordonnement des groupements moléculaires (forces de liaison). Aussi, le matériau sera d'autant plus résistant que les chaînes seront longues et les points de raccordements nombreux. Les atomes extérieurs par contre, définissent les propriétés chimiques du matériau, Par conséquent :

- Les chaînes peuvent être linéaires et denses, conférant au produit une certaine rigidité ou ramifiée, moins dense et souple ;
- Les réseaux tridimensionnels sont en quelque sorte des chaînes réticulées par pontage donnant une meilleure tenue de la structure en température.

Il existe deux classes de polymères : les polymères amorphes et cristallins qui donnent également des caractéristiques différentes voir Tableau I.1.

Tableau I.1: les caractéristiques des différents polymères amorphes et cristallins.

polymère	Caractéristiques	molécule	Classe
PS –SAN ABS PMM PC PPO - PSU PPS PVC (état intermédiaire)	-Faible retrait, stabilité dimensionnelle, tenue au fluage et au choc -Résistance mécanique dépendante de la température -Difficile à étirer (peu de fibre ou de film) -Plage de ramollissement, grande fluidité -Cycle rapide	Inorganisées : chaînes très ramifiées, désordonnées ou pelotes	Amorphe
PEHD PP – PET PBT – PA POM - PFE	-Tenue chimique (en particulier aux hydrocarbures et solvants) -Résistance à la fatigue dynamique -Bonne propriétés d'écoulement (possibilité de fibre ou de film) -Point de fusion franc -Faible coefficient de friction -Moindre déformation sous température	Organisées : alignées, ordonnées, symétriques	Cristalline

I.4. Microstructure des polymères thermoplastiques :

Pour étudier la structure d'un polymère, il est nécessaire de définir deux échelles d'observation : la structure de la macromolécule individuelle et l'arrangement des macromolécules les unes par rapport aux autres. L'arrangement macromoléculaire peut se présenter comme une structure semi-cristalline ou totalement amorphe et par conséquent les propriétés mécaniques en dépendent.

I.4.1 Structure de la macromolécule

La structure macromoléculaire est constituée de plusieurs monomères identiques dont le squelette est souvent à base de carbone liés par des liaisons covalentes. Les macromolécules peuvent se présenter sous forme monodimensionnelle, c'est-à-dire l'assemblage des monomères se développe en une seule direction de l'espace (Figure I.4-a) et peut éventuellement posséder des ramifications à faible longueur (Figure I.4-b). Dans cette dernière catégorie se trouve la majorité des polymères thermoplastiques : le Polyéthylène (PE), le Polypropylène (PP), le Polychlorure de Vinyle (PVC), les Polyamides (PA6, PA 6.6, PA 12), le Polycarbonate (PC), le Poly-méthacrylate de Méthyle (PMMA)...

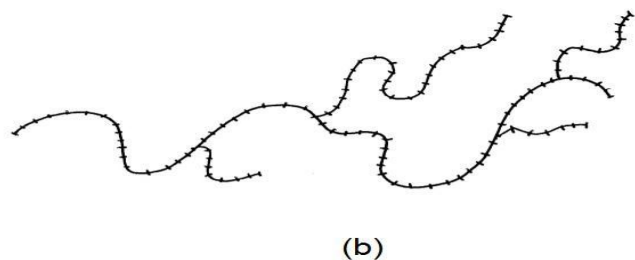
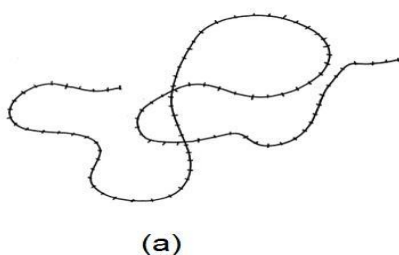


Figure I.4: Représentation schématique des différentes architectures macromoléculaires d'un polymère monodimensionnel: (a) Polymère linéaire, (b) polymère ramifié [18].

A titre d'information, les macromolécules peuvent aussi se présenter sous formes lamellaires ou bidimensionnelles, c'est-à-dire que les chaînes atomiques se développent dans deux directions de l'espace et sous forme réticulée ou tridimensionnelle. Dans cette dernière catégorie se trouvent les thermodurcissables et les élastomères.

I.4.2 Arrangement entre macromolécules :

Les liaisons entre les macromolécules sont de types Van-Der-Waals (Figure I.5), leurs énergies de liaisons sont très inférieures à celles des liaisons covalentes et ainsi ce sont ces liaisons qui se rompent en premier lorsque le polymère est sollicité mécaniquement. Cependant, la molécule de Carbone peut subir une rotation sur le cône de valence et c'est ce qui engendre les conformations de la chaîne de la macromolécule et plus loin une contribution à la déformation des polymères.

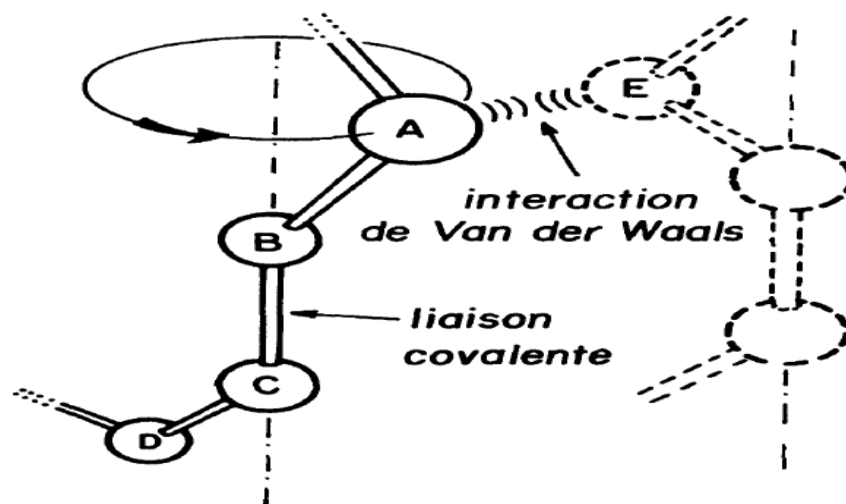


Figure I.5: Représentation schématique d'une chaîne de macromolécules [19]

I.4.2.1 Polymères amorphes

L'arrangement spatial des chaînes de macromolécules peut être totalement désordonné. C'est le cas des polymères amorphes. Autrement dit, la distance entre les chaînes de macromolécules constituant la matière n'est pas constante. Les chaînes sont disposées et orientées de manière aléatoire pour avoir une configuration enchevêtrée en pelote statistique [20].

Lors de son refroidissement le polymère tend à minimiser son énergie interne et la matière a tendance à se densifier. Cependant la densification n'est jamais parfaite, il reste des espaces libres distribués régulièrement dans la matière qui permettront le déplacement des atomes et par conséquent la déformation de la matière. Ce volume n'est autre que le volume libre. La proportion

de ces volumes libres dépend de la cinétique de refroidissement du polymère et donc la microstructure des polymères amorphes en dépend aussi. Ce volume libre est la principale cause de l'existence d'un crochet de contrainte au niveau de la courbe contrainte-déformation.

I.4.2.2 Polymères semi-cristallins

Pour certains thermoplastiques, il peut y avoir une certaine régularité dans la disposition des atomes mais la cristallisation ne peut jamais être totale, d'où l'appellation polymère semi cristallin.

Lorsque les chaînes de macromolécules sont disposées les unes parallèles aux autres, alors la régularité de la structure moléculaire peut exister [22, 23].

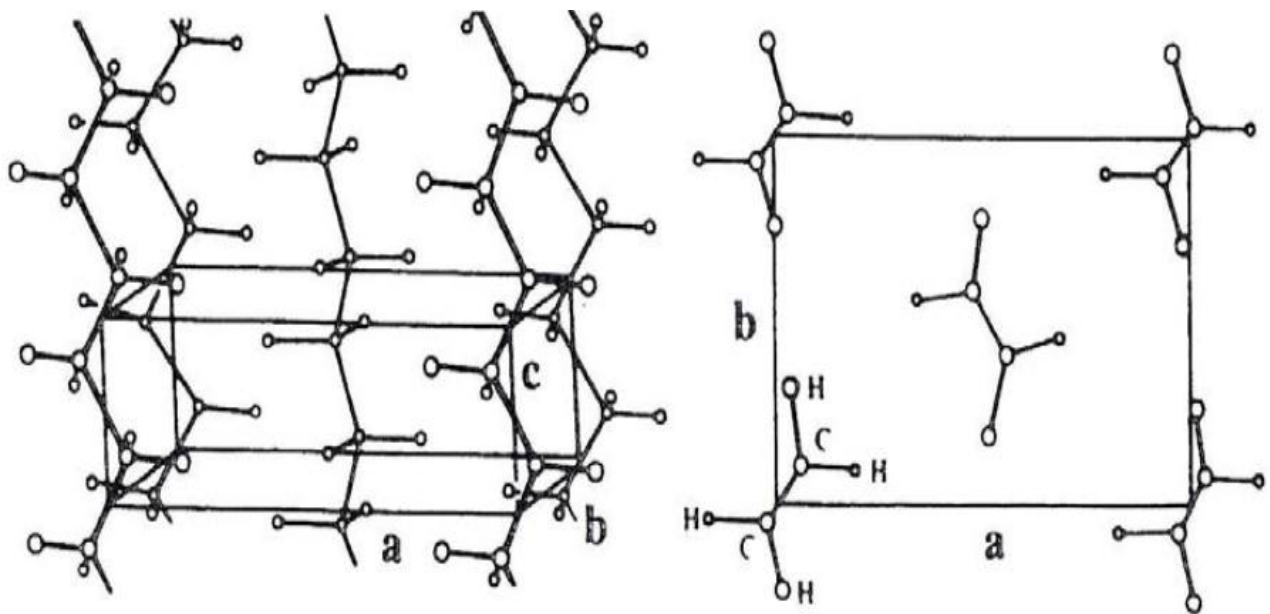


Figure I.6: Schéma idéalisé de la structure cristalline orthorhombique du polyéthylène [24]

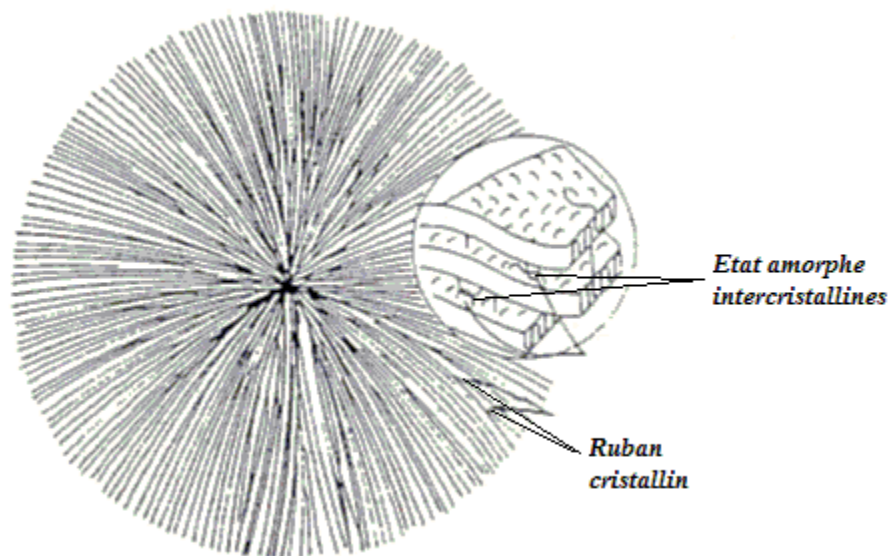


Figure I.7 : Représentation schématisée d'un sphérolite et des lamelles le constituant [25].

L'assemblage de ces régularités forme alors une morphologie cristalline qui est essentiellement lamellaire. L'épaisseur des lamelles est souvent de l'ordre de quelque dizaine de nanomètres [26]. A une échelle un peu plus importante, ces lamelles cristallines et l'état amorphe dans les zones interlamellaires s'organisent en un arrangement polycristallin appelé sphérolites (Figure I.8). La taille des sphérolites varie d'un micromètre à plusieurs dizaines de millimètres.

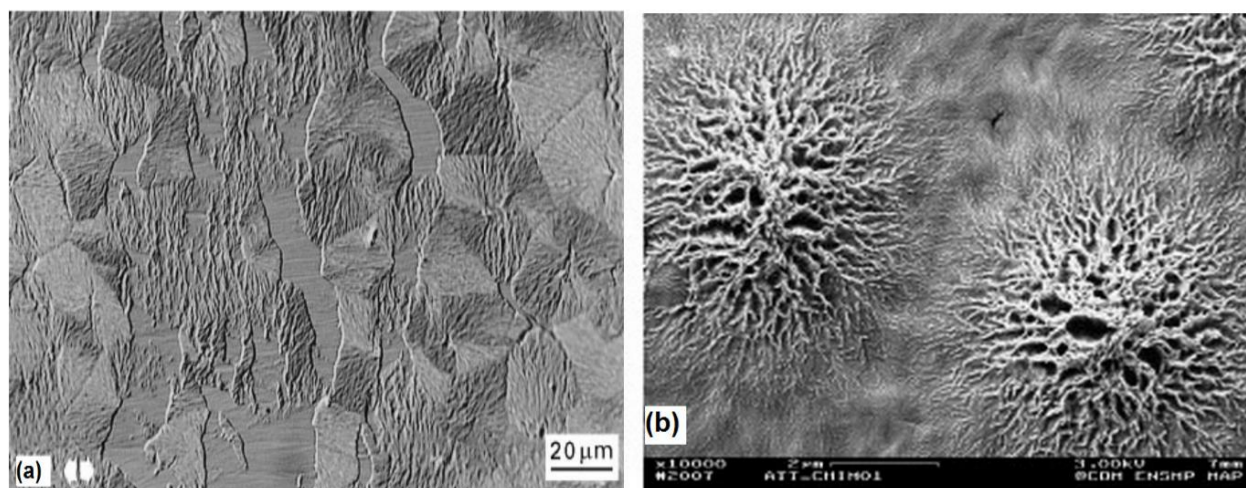


Figure I.8: Image des sphérolites : (a) d'un Polyéthylène à haute densité observé au microscope électronique à transmission (MET) [27] – (b) d'un Polyamide 6 observé au microscope à balayage électronique (MEB) [28]

I.5. Le matériau polyéthylène

I.5.1. Structure et propriétés

Les polyéthylènes (PE) possèdent l'une des structures chimiques les plus simples de tous les polymères. Ce sont des matériaux thermoplastiques semi cristallins qui représentent un enchaînement de groupe ($-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$) [30]. Ils sont obtenus par polymérisation d'éthylène gazeux. Ce dernier est polymérisé en présence d'un comonomère (butène, pentène, hexène, octène ...etc.). Divers procédés sont utilisables pour cette polymérisation, au nombre desquelles nous citerons : la déshydratation de l'alcool éthylique sur l'alumine, l'hydrogénation de l'acétylène et le cracking des hydrocarbures aliphatiques se trouvant dans le naphta (pétrole brut) et les gaz naturels. Cette dernière s'effectue à haute température, vers 800°C . L'éthylène doit être soigneusement purifié, pour le débarrasser de diverses impuretés gazeuses comme : CO , CO_2 , N_2 , NH_3 , S ...qui pourraient jouer le rôle d'inhibiteurs de polymérisation, en rompant les chaînes de polymère, au fur et à mesure de leur formation [33, 34].

D'après la norme ASTM D-1248, les polyéthylènes sont classés comme suit : les PE qui ont les densités comprises entre 0.910 g cm^{-3} et 0.925 g cm^{-3} sont de type I; polyéthylène à basse densité

(LDPE). La rangée de 0.926 à 0.940 est le type II, polyéthylène moyenne densité (MDPE). Les rangées de 0.941 à 0.959 sont classifiées sous le type III et +0.960 comme type IV, sont appelées polyéthylène haute densité (HDPE) [35]. Cette classification est devenue fondamentale dans l'industrie des tubes. Dans ce thème, nous sommes intéressés par les polyéthylènes de haute densité. Ces polyéthylènes (PEHD) sont des polymères non ou très peu branchés, courts ou longs, fabriqués surtout à basse et moyenne pressions par amorçage ionique. Ils sont représentés par la formule chimique suivante [36].

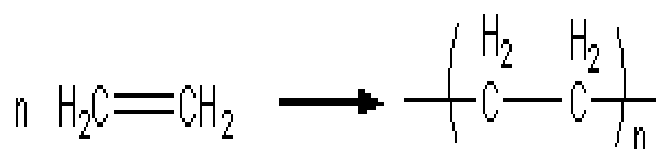


Figure I.9 : Modèle d'un segment macromoléculaire de polyéthylène de haute densité.

La chaîne est dans la réalité environ dix fois plus longue. Les atomes d'hydrogène (petits cercles) sont liés latéralement aux atomes de carbone (grands cercles), ce qui confère une allure en zigzag à la macromolécule [29].

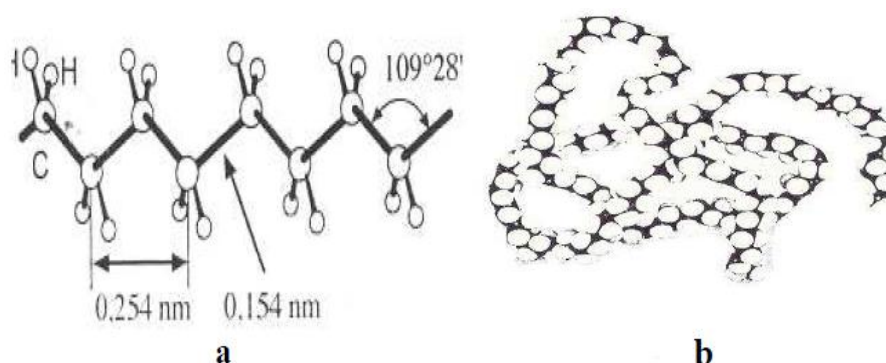


Figure I.10 : Structure macromoléculaire du polyéthylène linéaire (PE-HD) [29] ;

a) Schéma de la structure d'une chaîne et disposition spatiale des atomes,

b) modèle d'un segment macromoléculaire.

En l'absence de contraintes, le polyéthylène haut densité peut supporter une température de 110 à 120°C, stérilisation par exemple, cette température décroît sous charge et augmente avec la réticulation. Le passage de la température de transition vitreuse est d'autant moins sensible que le polyéthylène est plus cristallin. La fusion des polyéthylènes est étalée car la température de fusion augmente avec la masse volumique. Les PE brûlent avec une flamme bleutée et ils « gouttent ». La sensibilité dimensionnelle est indépendante de la reprise d'humidité très faible <0.2% [37].

I.5.2. Types de polyéthylène

Suivant les procédés de polymérisation d'éthylène, on obtient deux types distincts de polyéthylène:

- ❖ Les procédés à haute pression : fournissant le polyéthylène à basse densité (PEBD)
- ❖ Les procédés à basse pression : fournissant un polymère légèrement plus dense, le polyéthylène à haute densité (HDPE).

Les propriétés les plus importantes de ces types sont rassemblées dans le Tableau I.2.

Tableau I.2 : Propriétés mécaniques et thermiques des polyéthylènes [34].

Propriété	PEBD	PEHD
Masse volumique (g/cm^3)	0.91–0.94	0.95–0.98
Module de Young (20°C, 100s) (GPa)	0.15–0.24	0.55–1.00
Résistance à la traction (MPa)	7-17	20-30
Ténacité (20°C) ($\text{MPa m}^{1/2}$)	1-2	2-5
Température de transition vitreuse T_g (°K)	270	300
Température de ramollissement T_s (°K)	355	390
Chaleur massique ($\text{J Kg}^{-1} \text{K}^{-1}$)	2250	2100
Conductivité thermique ($\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$)	0.35	0.52
Coefficient de dilatation thermique (M K^{-1})	160-190	150-300

Les propriétés des polyéthylènes dépendent des paramètres structuraux comme la cristallinité, la masse volumique et la distribution des masses molaires, de la conception de la pièce et des conditions d'utilisation comme la durée des charges appliquées, la nature des contraintes de sollicitation et la température. L'introduction de branchements courts dans la chaîne carbonée, favorisant l'encombrement stérique, abaisse la masse volumique du HDPE et sa cristallinité.

I.5.3. Mise en œuvre du PE

Pendant la mise en œuvre, le polymère est mélangé à différents produits (stabilisants, lubrifiants, plastifiants, charges...) pour élaborer une formulation qui se présente le plus souvent sous forme de poudre ou de granulés. Cette formulation est ensuite fondue (cas des polymères semi-cristallins ou plastifiés (cas des polymères amorphes), à la fois par conduction thermique depuis les parois de l'outillage de mise en forme et par dissipation d'énergie mécanique. Cette matière thermoplastique très visqueuse est ensuite forcée dans un outillage qui va donner une première forme au produit (tube, film...), elle est ensuite mise en forme et alors refroidie, dans certain cas étirée ou bi-étirée, pour obtenir le produit final. De ce processus de mise en forme, des paramètres d'étirage et de refroidissement vont dépendre la structure cristalline du polymère et de l'orientation de la phase

amorphe. Etant donné leur faible conductivité thermique et leur viscosité élevée, les matériaux polymères ne se laissent pas mettre en œuvre comme des matériaux traditionnels. Il faut en effet provoquer leur fusion, puis les mettre sous une pression suffisante pour pouvoir les forcer au travers des outillages de mise en forme.

L'extrudeuse est une machine à vis d'Archimède qui fait avancer les granulés ou la poudre de polymère, les chauffe tout en les mettant sous pression afin d'obtenir une pâte homogène de polyéthylène en fusion. Le travail mécanique apporté par la vis constitue l'essentiel de l'énergie nécessaire pour faire fondre le polymère. L'extrudeuse se compose d'une trémie de chargement qui l'alimente en granulés, et d'une vis placée dans un fourreau fixe transformant la matière solide en un flux de polymère fondu. Une grande partie de la chaleur est générée par le cisaillement mécanique du polymère. Cependant, la température de fusion peut être contrôlée à l'aide d'éléments de chauffage et de refroidissement fixés le long de la filière. La tête d'extrusion assure ensuite le transfert de la matière en fusion de l'extrudeuse vers le poinçon filière qui règle la forme et l'épaisseur de la paraison. La forme désirée de la pièce à fabriquer est découpée dans un moule. La paraison est gonflée par injection d'air contre les parois du moule. Des canaux de refroidissement dans lesquels circule un fluide caloporteur évacuent la chaleur du plastique pour solidifier la pièce. [38]

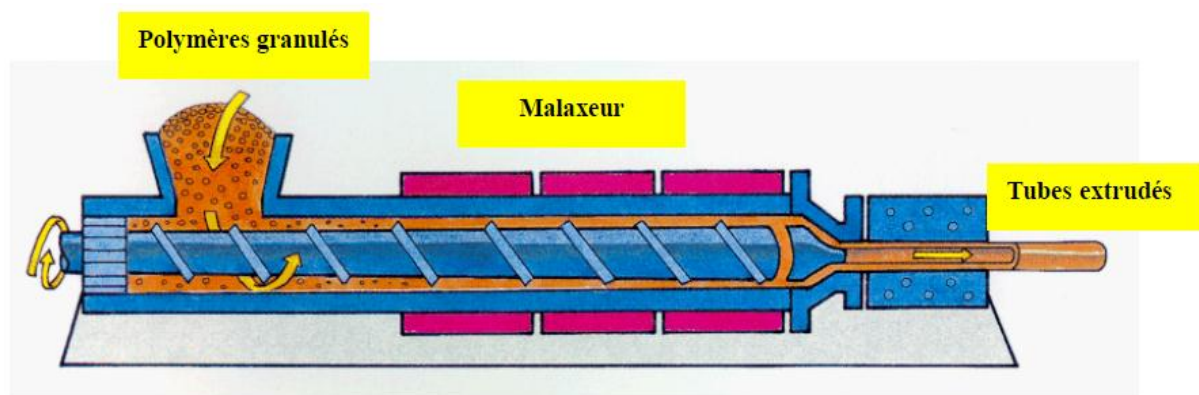


Figure I.11 : Représentation d'une machine d'extrusion des tubes.

Le PEHD peut être transformé par d'autres techniques :

- * Extrusion de films par technique "Chill – Roll";
- * Production de fils et de fibres à partir de film extrudé – soufflés (fibrillation) ;
- * Production de fils par filage.

I.6. Classification des tubes en PE

Tous les tubes plastiques ont une classification qui dicte les propriétés primaires du matériau à base de sa résine. Selon la norme ASTM D-3350, les tubes sont classés suivant leur densité, indice de fusion, module de flexion, résistance à la traction au seuil de l'écoulement plastique, résistance à la

fissuration sous contrainte, résistance hydrostatique à 23°C, stabilisateurs de pigments et stabilité aux rayons ultraviolets. L'essai hydrostatique de design (HDB) est une évaluation de la plus importante propriété. Cet essai renseigne sur les propriétés à long terme du matériau. En référence aux normes ISO, le polyéthylène est défini par la MRS, (Minimum Required Strength) : qui est la résistance minimale que le polyéthylène doit garantir après 50 ans de service à une température de 20°C (Tableau I.5). Celle-ci s'appelle aussi résistance hydrostatique à long terme à 20°C. Les tubes sont caractérisés aussi par le rapport dimensionnel standardisé SDR (Standard Dimension Ratio) qui est le nombre arrondi exprimant le rapport du diamètre extérieur minimal à l'épaisseur nominale moyenne mesurée directement sur le tube [43].

I.7. Procédés de fabrication des tubes en matières plastiques

-Tubes stratifiés : Leur fabrication s'effectue à partir d'une feuille de papier, d'une étoffe textile, ou d'un tissu de verre, préalablement imprégnés d'une solution de matière plastique, par trempage ou projection au pistolet. L'enroulement sous tension de la feuille autour d'un mandrin donne naissance à un rouleau dont l'épaisseur varie avec le nombre de tours. Ce rouleau est ensuite polymérisé et aggloméré par passage dans une étuve, ou mieux par moulage dans un moule approprié, serré entre les plateaux chauffants d'une presse hydraulique. Des tubes stratifiés peuvent être fabriqués à froid avec certaines matières plastiques liquides dont la prise est obtenue par mélange avec un catalyseur.

-Tubes coulés: Ce procédé de fabrication est peu employé. La matière plastique, se présentant sous forme liquide (solution, émulsion, polymérisation incomplète), est versée dans un moule adéquat dans lequel elle se refroidit, soit à froid grâce à un catalyseur convenable, soit à chaud par introduction du moule dans une étuve, soit par les deux moyens combinés.

-Tubes centrifugés: Ce procédé est utilisé avec les polyméthacrylates. La matière est projetée par centrifugation contre un moule cylindrique chauffé, animé d'un mouvement de rotation. Le tube est retiré après refroidissement.

Divers autres moyens de fabrication de tubes en matières plastiques ont été proposés et sont même parfois en essai semi-industriel. Une autre tendance exploite les armatures tissées en forme de tubes, dont la résistance mécanique est considérable et qui sont noyées ensuite dans le plastique, pour obtenir l'étanchéité, la rigidité, la résistance à la corrosion [39].

I.7.1 Application des plastiques en tuyauterie

La discipline du développement technologique des canalisations de gaz exige l'amélioration continue sur plusieurs fronts. Les chercheurs prévoient un futur où les systèmes de gaz sont plus fiables, et plus économiques que ceux d'aujourd'hui. Afin de réduire le coût et d'améliorer l'efficacité du contrôle de fuite de gaz naturel, GRI (Gas Research Institute) a étudié l'utilisation de

capteurs sensibles à distance, et des techniques de formation d'image de fuite par laser qui tirent profit des propriétés spectrales infrarouges d'absorption du gaz naturel. Des systèmes prototypes ont été établis et ont montré l'efficacité de ce procédé. D'autres chercheurs ont réussi de fabriquer un matériau magnétique pour des tubes de PE. Cette technologie facilite la localisation ainsi que l'installation des canalisations. En ce qui concerne le contrôle des réseaux, plusieurs méthodes de détection ont été développées parmi lesquelles on cite brièvement : techniques basées sur l'emploi de satellite afin de détecter les éboulements potentiels qui sont dangereux ; appareillage de contrôle de pression qui fournit une méthode simple et beaucoup plus rapide pour surveiller et enregistrer l'évolution de la pression, le temps et la température dans un tronçon de canalisation. Pour la préparation en "direct" des lignes de gaz à l'intérieur du tube, un système robotique automatisé est développé et manipulé à distance économisant le temps et assurant la sécurité des personnes [40].

Le polyéthylène de basse densité (LDPE) est souvent transformé par extrusion en profilés et en tubes. Les tuyaux en LDPE ont des diamètres rarement supérieurs à 100 mm et sont très appréciés en agriculture, car n'ayant pas la rigidité du PVC et ils peuvent être réceptionnés sur les lieux d'utilisation sous forme de rouleaux. Ils sont déroulés en tranchée sur de grandes longueurs. Le polyéthylène est en général coloré en noir de carbone fortement dispersé, ceci afin d'éviter un vieillissement prématuré. Il est extrudé sur monovis 15 ou 20 D, avec un taux de compression de 3 et une température entre 150°C (entrée) et 200°C (filière).

Le HDPE donne des produits plus rigides. On peut, par mélange avec le LDPE, obtenir des tubes de rigidités intermédiaires entre les rigidités des deux qualités de PE. Le mélange des granulés se fait en toutes proportions et l'extrusion ne donne pas lieu à des difficultés particulières [41].

L'extrusion des granulés sur monovis 20 à 25 D est faite à un taux de compression de 3-3.5 et une température d'extrusion de 200° (entrée) à 240°C (filière). Les PE de moyenne densité sont aussi sollicités comme le HDPE dans des conditions similaires. Les applications sont nombreuses et intéressantes parmi lesquelles, il y a :

- ❖ Conduites de transport de pétrole, fuel, gaz, eau salée;
- ❖ Conduite de transport de pâtes cellulosiques;
- ❖ Conduites de ventilation et de dépoussiérage; Irrigation et drainage dans les cultures;
- ❖ Tubes de protection des câbles téléphonique.

Le Tableau I.3 donne les propriétés des plastiques et des matériaux traditionnels employés en tuyauterie.

Tableau I.3 : Propriétés des plastiques et des matériaux traditionnels employés en transport de fluides [42].

Matériau	Masse volumique (g/cm ³)	Coefficient de dilatation thermique, (10 ⁻⁶ /°C)	Conductivité thermique, (W·m ⁻¹ ·°C ⁻¹)	Résistance à la traction MPa (ASTM D 638)	Module d'élasticité (GPa) (ASTM D 638)
Thermoplastiques	0,09-1,80	50-180	0,14-0,5	23-50	1,0-3,1
Thermodurcissables	1,30-2,00	22-31	0,19-0,26	62	0,90-19
Aluminium	2,70	23	220	76	69
Laiton	8,50	19	120	500	100
Cuivre	8,75	17	390	220	120
Métaux ferreux (Fonte et aciers divers)	7,20-7,85	12-16	33-52	160-1400	90-270
Plomb	11,35	30	35	17	14
Béton	1,80-2,50	11	-	1,4-3,4	14-34

Chapitre II

Matière première et ces essais

Chapitre II : Matière première et ces essais

Dans le but de vérifier la réclamation d'un client, on va suivre le processus de production dès la matière première jusqu'à le produit fini. Dans ce cadre on va utiliser plusieurs essais sous différentes conditions; on commence par la matière première :

II.1. Description de la matière première :

La matière première est importée de l'Arabie saoudite (SARL Sabic) sous forme des granulées référencées par P6006 dans des sacs de 25 Kg. P6006 est un composant noir de haute densité (class MRS 10 - PE100) qui assure des caractéristiques très élevées.

Applications typiques :

Conduite sous pression pour l'eau potable, l'irrigation, la distribution de gaz et les conduites d'eaux usées. Il est également recommandé pour la fabrication de doublures chimiques et de récipients.

Fiche technique :

Tableau II.1 : la fiche technique de la matière première en PEHD.

Propriétés	Unités	valeurs	méthodes de test
Débit de fusion:	g/10 min		ISO 1133
à 190 °C et 5 Kg de charge		0,23	
à 190 °C et 21,6 Kg de charge		6,2	
noire de carbone	%	2,25	ISO 6965
densité à 23°C	kg/m3	959	ISO 1183
Propriétés mécaniques			
Résistance à la traction au rendement	Mpa	23	ISO 527-2
Allongement à la traction au rendement	%	9	
module de traction	MPa	850	
Impact Charpy entaillé:			
à 23°C	Kj/m²	26	Iso 179
à -30°C		13	
Dureté		63	ISO 868
propriétés thermiques			
Vicat point de ramollissement à 50N	°C	74	ISO 306
OIT (210°C)	Min	>20	EN 728

Les conditions de traitement pour P6006 :

Température de fusion : 190-220 °C.

II.2. Essais de conformité matière première :

II.2.1-Indice de fluidité à chaud en masse MFR :

II.2.1.1-Principe

L'indice de fluidité à chaud en masse (MFR) est déterminé par extrusion d'un matériau fondu dans le cylindre d'un plastomère dans des conditions prédéfinies de température et de charge. Pour l'indice de fluidité à chaud en masse, des segments de matière extrudée sont pesés à intervalles de temps définis pour calculer et enregistrer la vitesse d'extrusion en g/10 min [iso].

II. 2.1.2-Appareillage

Plastomère d'extrusion

L'appareillage de base se compose principalement d'un plastomère d'extrusion opérant à température fixe. Sa forme générale est représentée à la Figure 1. Le matériau thermoplastique, contenu dans un cylindre vertical, est extrudé à travers une filière au moyen d'un piston chargé d'une masse connue. L'appareillage comporte les parties principales suivantes.

Cylindre : Le cylindre doit être constitué d'un matériau résistant à l'usure et à la corrosion jusqu'à la température maximale du système de chauffage. Le fini, les propriétés ou les dimensions de surface ne doivent pas être affectés par la matière soumise à essai. Pour certaines matières, il peut être nécessaire d'effectuer les mesurages à des températures allant jusqu'à 450 °C. Le cylindre doit être usiné sur une longueur comprise entre 115 mm et 180 mm et un diamètre intérieur de $9,550 \text{ mm} \pm 0,025 \text{ mm}$. La base du cylindre doit être thermiquement isolée de façon que l'aire de la surface métallique exposée soit inférieure à 4 cm^2 et il est recommandé d'utiliser un produit isolant tel que des fibres de céramique, de l' Al_2O_3 ou tout autre matériau convenable pour éviter l'adhérence des produits extrudés.

Piston : Le piston doit être fabriqué avec un matériau résistant à l'usure et à la corrosion jusqu'à la température maximale du système de chauffage et ses propriétés et dimensions ne doivent pas être affectées par la matière soumise à essai. Le piston doit avoir une tête de $6,35 \text{ mm} \pm 0,10 \text{ mm}$ de longueur. Le diamètre de la tête doit être inférieur de $0,075 \text{ mm} \pm 0,010 \text{ mm}$ au diamètre intérieur du cylindre.

Pour assurer un bon fonctionnement de l'appareillage, le cylindre et le piston doivent être faits de matériaux de dureté différente. Il est pratique pour faciliter la maintenance et le remplacement que le cylindre soit fait du matériau le plus dur.

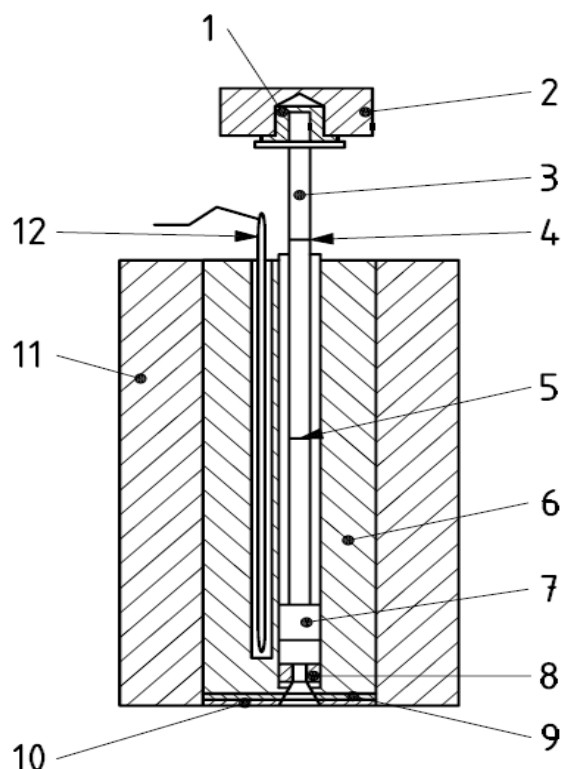


Figure II.1 : Appareillage type pour la détermination de l'indice de fluidité à chaud.

Légende

1-Isolant thermique

2-Charge amovible

3-Piston

4-Repère supérieur

5-Repère inférieur

6-Cylindre

7- Tête de piston

8- Filière

9- Plaque soutenant la filière

10-Plaque isolante

11-Isolant thermique

12-Capteur de température

Expression des résultats

L'indice de fluidité à chaud en masse (MFR), exprimé en grammes pour 10 min, est donné par l'équation:

$$\text{MFR}(T, m_{\text{nom}}) = \frac{600 m}{t}$$

Où

T est la température d'essai, en degrés Celsius;

m_{nom} est la charge nominale, en kilogrammes;

m est la masse moyenne des extrudats, en grammes;

t est l'intervalle entre deux coupes, en secondes;

600 est le facteur utilisé pour convertir les grammes par seconde en grammes pour 10 min (600 s).

II.2.2- Masse volumique :

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 472 et les suivants s'appliquent.

Masse : quantité de matière contenue dans un corps

NOTE : Elle est exprimée en kilogrammes (kg) ou en grammes (g).

Masse apparente : masse d'un corps obtenue par la mesure de son poids en utilisant une balance étalonnée appropriée

NOTE : Elle est exprimée en kilogrammes (kg) ou en grammes (g).

Masse volumique : quotient de la masse m d'un échantillon par son volume V (à la température t), exprimée en kg/m^3 , en kg/dm^3 , (g/cm^3) ou en kg/l (g/ml).

Tableau II.2 : la masse volumique de PEHD.

Terme	Symbole	Formule	Unité
Masse volumique	ρ	m/V	Kg/m^3 Kg/dm^3 (g/cm^3) Kg/l (g/ml)

II.2.2.1-Méthode du pycnomètre avec utilisation d'un liquide

- **Appareillage**

1.1 Balance, précise à 0,1 mg.

1.2 Support fixe.

1.3 Pycnomètre.

1.4 Bain liquide.

1.5 Dessiccateur, relié à un dispositif de mise sous vide.

- **Liquide d'immersion**

- **Échantillons**

Les échantillons de poudres, de granulés ou d'écailles doivent être mesurés sous la forme dans laquelle ils se présentent. La masse de l'échantillon doit être comprise entre 1 g et 5 g.

- **Mode opératoire**

Peser le pycnomètre vide et sec. Peser une quantité convenable de matière plastique dans le pycnomètre. Couvrir l'échantillon pour essai avec le liquide d'immersion et éliminer tout l'air en appliquant le vide au pycnomètre placé dans un dessiccateur. Arrêter la mise sous vide et remplir presque complètement le pycnomètre avec le liquide d'immersion. Porter

l'ensemble à température constante [23 °C ± 0,5 °C (ou 27 °C ± 0,5 °C)] dans le bain liquide et remplir le pycnomètre exactement à la limite de sa capacité.

Essuyer à sec et peser le pycnomètre avec l'échantillon et le liquide d'immersion.

- Vider et nettoyer le pycnomètre, le remplir avec de l'eau distillée ou déionisée, désaérer en éliminant tout air restant comme indiqué ci-dessus, et déterminer la masse du pycnomètre et de son contenu à la température d'essai.
- Calculer la masse volumique, en grammes par centimètre cube, de l'échantillon à 23 °C (ou 27 °C), d'après l'équation suivante:

$$\rho_S = \frac{m_S \times \rho_{IL}}{m_1 - m_2}$$

Où

- m_S est la masse apparente, en grammes, de l'échantillon;
- m_1 est la masse apparente, en grammes, de liquide nécessaire pour remplir le pycnomètre vide;
- m_2 est la masse apparente, en grammes, de liquide nécessaire pour remplir le pycnomètre contenant l'échantillon;
- ρ_{IL} est la masse volumique, en grammes par centimètre cube, du liquide d'immersion à 23 °C (ou à 27 °C), déclarée par le fournisseur.



Figure II.2 : les outils utilisés pour mesurer la masse volumique.

II.2.3-Temps d'induction à l'oxydation : (TIO isotherme)

Mesure relative de la résistance d'un matériau stabilisé à la décomposition par oxydation, par le mesurage calorimétrique de l'intervalle de temps du début de l'oxydation exothermique du matériau sous oxygène ou sous air, à une température spécifiée, sous pression atmosphérique.

Note : Il est exprimé en minutes (min).

Principe

On admet qu'une résine de polyoléfine utilisée pour la fabrication de tube et/ou de raccords doit contenir des additifs comprenant un ou plusieurs antioxydants et d'autres stabilisants.

L'essai mesure le temps pendant lequel l'additif, constitué d'antioxydant, de stabilisants et d'autres produits contenus dans une éprouvette, inhibe l'oxydation lorsque l'éprouvette est maintenue isothermiquement à une température spécifiée dans un courant d'oxygène.

Le progrès de l'oxydation est surveillé en mesurant la différence de flux de chaleur (D_Q°) ou la différence de température (dT) entre la cellule contenant l'éprouvette et la cellule de référence d'un analyseur thermique et en enregistrant cette différence par rapport au temps écoulé.

Le temps d'induction à l'oxydation est ensuite déduit à partir de cet enregistrement comme la durée pendant laquelle la différence de flux de chaleur ou de température reste constante entre la cellule de l'éprouvette et la cellule de référence.

Cette durée peut donner une indication sur le niveau d'antioxydant efficace résiduel et sur le temps pendant lequel l'éprouvette peut être exposée dans de l'oxygène pur à la température de l'essai avant le déclenchement de la dégradation thermique. Dans des conditions atmosphériques normales, cette durée sera plus longue.

Appareillage

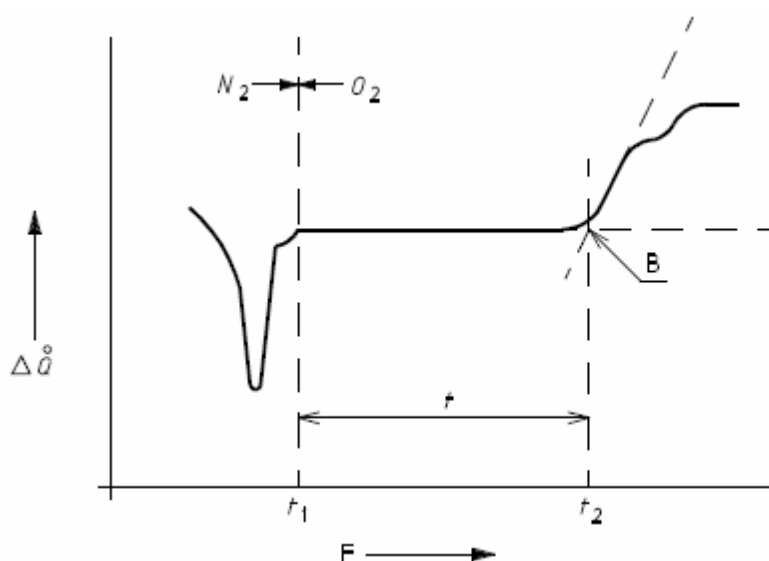
❖ **Calorimètre différentiel d'analyse (DSC) ou analyseur thermique différentiel (DTA),** capable :

- a) d'enregistrer la différence de flux de chaleur, ΔQ° , ou de température, ΔT , entre la cellule de l'éprouvette et la cellule de référence, en fonction du temps écoulé;
- b) d'exposer une éprouvette dans une coupelle en aluminium, ouverte ou ventilée, à un flux de 50 ml/min $\pm$ 10 % d'azote puis de 50 ml/min $\pm$ 10 % d'oxygène, de telle sorte que chaque changement de gaz soit effectué en moins de 1 min.
- c) d'augmenter la température de la cellule de l'éprouvette dans une plage comprise entre 140 °C et 250 °C à une vitesse de $(1 \pm 0,1)$ °C/min lorsque la chambre contient soit un appareil d'étalonnage de la température, soit un métal de référence;
- d) d'augmenter la température de la cellule de l'éprouvette, T , dans la gamme de 50 °C jusqu'à la température d'essai, à la vitesse de (20 ± 2) °C/min;
- e) de stabiliser la température à $(T \pm 0,3)$ °C dans les 3 min où $(T \pm 0,3)$ °C est atteint pour la première fois ;
- f) de maintenir la température d'essai, T , dans les limites de $\pm 0,3$ °C pendant la durée de l'essai.

- ❖ **Appareil de mesure de la température**, capable de contrôler continuellement la température de la coupelle de l'éprouvette avec une résolution de 0,1 °C.
- ❖ **Balance analytique**, capable de peser une éprouvette avec une marge d'erreur de 0,1 mg.
- ❖ **Dispositifs de contrôle et de mesure du flux de gaz**, capables de fournir le débit demandé.
- ❖ **Minuteur**, comprenant un chronomètre ou équivalent.

Calcul du temps d'induction de l'oxydation :

Le temps d'induction à l'oxydation, t , de chaque éprouvette est le temps qui s'écoule entre l'alimentation en oxygène, t_1 , et le temps, t_2 , correspondant à l'intersection du prolongement de la ligne de base et du prolongement de la tangente, tracée sur l'exotherme, au point où la courbe présente une pente maximale, comme en B dans la figure 2.



ΔQ° Différence de flux de chaleur

B Point du commencement de la dégradation

t Temps d'induction de l'oxydation

F Temps

Figure II.3 : Exemple de thermogramme pour un polyéthylène présentant une réaction endothermique.

II.2.4-La dispersion du pigment et du noir de carbone dans les tubes:

Principe

Des petits échantillons de matière sont prélevés dans un tube, dans un raccord ou dans le granulé de matière première, puis chauffés et écrasés entre des lames de verre pour microscope. Comme alternative, il est possible de découper des pellicules au microtome.

Les éprouvettes obtenues sont examinées au microscope; la taille des particules et des agglomérats est mesurée, notée et classée en comparaison avec un système de notation mis sous forme d'un tableau (voir Tableau II.3).

La note relative à la taille des particules et des agglomérats est obtenue à partir de la moyenne des notes obtenues sur six échantillons. L'estimation de la dispersion est déterminée par comparaison avec des microphotographies, si exigée.

Appareillage

Microscope, à même de donner un grossissement approprié, équipé d'un chariot à déplacement orthogonal, d'une mire micrométrique pour mesurer la taille des agglomérats et des particules, ainsi que d'un éclairage convenable, afin d'éviter les effets d'optique.

Lames de verre porte-objet pour microscope: une épaisseur de 1 mm convient.

Appareillage spécifique au mode opératoire par compression (voir 4.1.1)

1. **Four ou plaque chauffante ou dispositif chauffant thermorégulé**, à même de donner des températures comprises entre 150 °C et 210 °C.
2. **Scalpel**, pour le découpage des éprouvettes.
3. **Presse, poids ou pinces à ressort**, pour exercer la pression.

Notation des particules et des agglomérats

En utilisant le Tableau A.1, déterminé pour chaque éprouvette la valeur la plus élevée de la taille des particules et des agglomérats. Calculer la moyenne arithmétique des six valeurs obtenues, et exprimer le résultat avec une seule décimale, arrondie à la valeur supérieure.

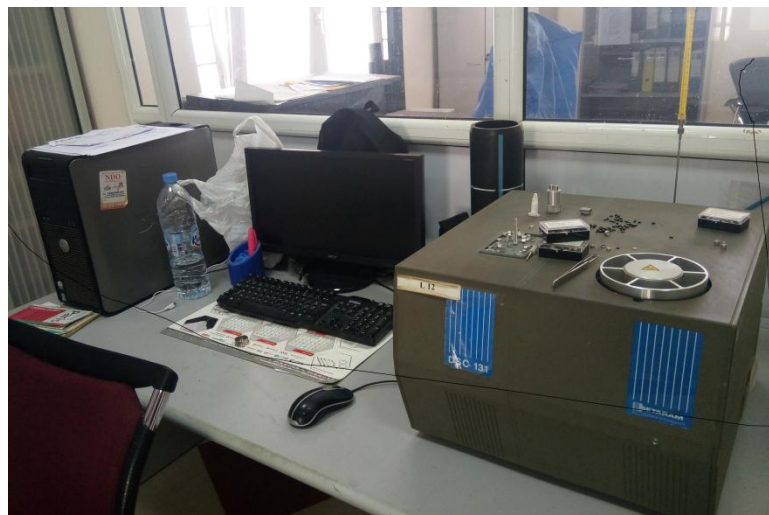


Figure II.4 : l'appareil de DNC

Tableau II.3 : Notes basées sur les plus grandes dimensions des particules et des agglomérats.

Note	Dimensions														
	5 à 10	11 à 20	21 à 30	31 à 40	41 à 50	51 à 60	61 à 70	71 à 80	81 à 90	91 à 100	101 à 110	111 à 120	121 à 130	131 à 140	> 140
	Nombre maximal de particules et agglomérats														
0															
0,5	1														
1	3	1													
1,5	6	3	1												
2	12	6	3	1											
2,5		12	6	3	1										
3			12	6	3	1									
3,5				12	6	3	1								
4					12	6	3	1							
4,5						12	6	3	1						
5							12	6	6	1					
5,5								12	3	3	1				
6									12	6	3	1			
6,5										12	6	3	1		
7											12	6	3	1	

NOTE 1 7 µm correspondent à 0,7 mm sous un grossissement de × 100, et à 0,49 mm sous un grossissement de × 70. De même 60 µm correspondent à 6 mm sous un grossissement de × 100.

NOTE 2 Toutes les cases vides en haut du tableau à droite signifient qu'aucune particule de la série de dimensions n'est acceptable pour la note correspondante à la ligne.

NOTE 3 Toutes les cases vides en bas du tableau à gauche signifient qu'il n'y a pas de limite au nombre de particules dans la série de dimensions.

Spécification de base La limite suivante est recommandée: moyenne <3,0.

II.2.5- Détermination de la Teneur en Noire de Carbone par calcination et pyrolyse :

Principe :

Pyrolyse à $550 \pm 50^\circ\text{C}$ dans un courant d'azote, durant 45 min dans une quantité spécifiée de mélange, suivi d'une calcination à $900 \pm 50^\circ\text{C}$.

Calcule de la teneur en noire de carbone à partir de la différence des masses avant et après la calcination et pyrolyse.

Note : si, à coté du noire de carbone, la composition contient des éléments qui se décomposent à 900°C , par exemple des charges comme le carbonate de calcium, le calcul peut conduire à une surestimation de la teneur en noire de carbone.

Calculs et expression des résultats :

Calculer la teneur en noire de carbone, exprimée en pourcentage en masse, à l'aide de la formule :

$$\frac{m_2 - m_3}{m_1} \times 100$$

Où

m_1 est la masse, en gramme, de la prise d'essai ;

m_2 est la masse en gramme, de la nacelle avec la prise d'essai, après pyrolyse à 500°C ;

m_3 est la masse en gramme, de la nacelle après calcination en 900°C, éventuellement avec les cendres.

Calculer la moyenne arithmétique, de la teneur en noire de carbone, déterminer sur les trois prises d'essai et exprimer le résultats avec deux chiffres significatifs.

Noire de carbone :

Quand elle est déterminée conformément à la norme, la teneur en noire de carbone doit être égale à $2,5 \pm 0,5\%$ (m/m). [33]

II.3-Résultats des essais de la matière première :

Tableau II.4 : les résultats des essais de la matière première.

Essai	Unité de mesure	exigences	Valeur mesurée	Valeur fournisseur	Méthode d'essai
MFR	gr/10min	0,2-1,4	0,24	0,25	EN ISO 1133
La masse volumique	gr/cm ³	$\geq 0,930$	0,954	0,959	EN ISO 1183
TIO	min	>20	50	50	ISO 11357-6
DNC	note	$<3,0$	2	1,9	ISO 18553
TNC	%	2-2,5	2	2,1	ISO 6964

Chapitre III

Etude thermomécanique en Traction

III.1. INTRODUCTION :

Ce deuxième chapitre est une suite de l'étude bibliographique (chapitre I) et de travail réalisé (chapitre II), le but est d'avoir une vue générale sur l'essai de traction ; aussi connaître le comportement de PEHD, polymère étudié dans ce mémoire sous les effets de la température T et de la vitesse de déformation lors de traction.

III.2. DIFFERENTS ESSAIS MECANQUES :

Connaître les caractéristiques d'un matériau est essentielle pour bien l'utiliser. Certaines caractéristiques peuvent être déterminées par des essais mécaniques dont : la flexion, la compression, le fluage, le cisaillement, la torsion et la traction (figure III.1).

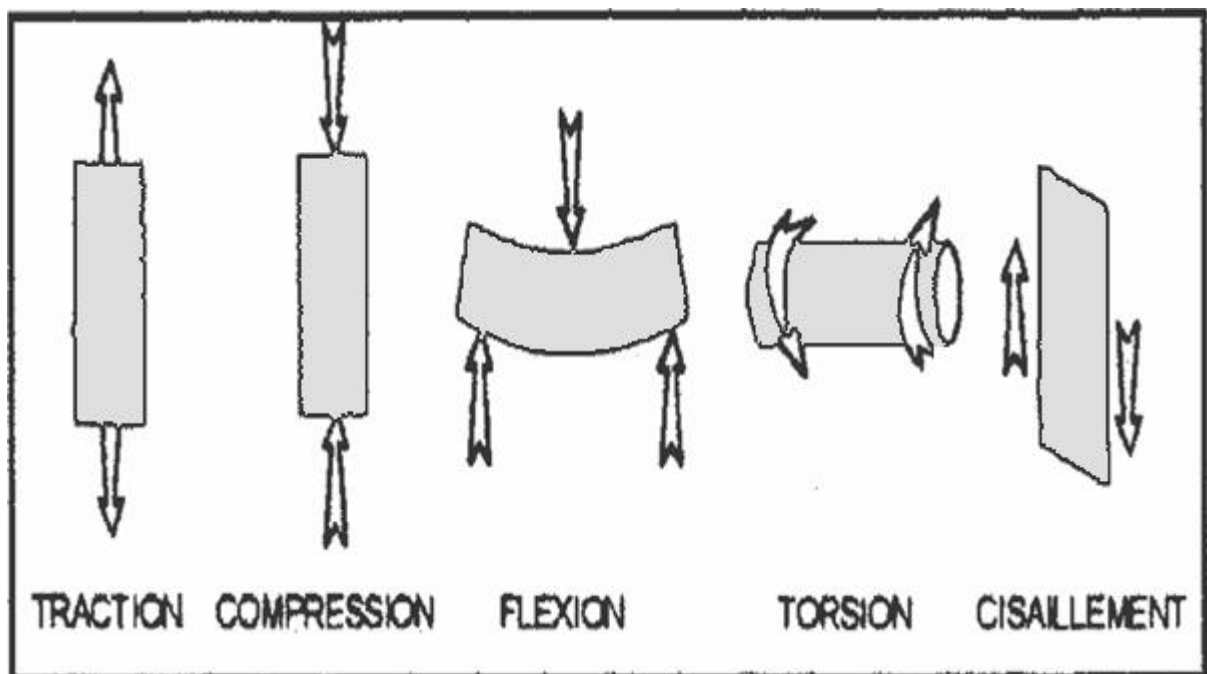


Figure III.1. Différents essais mécaniques.

III.3. Détermination des caractéristiques en traction :

III.3.1 Principe

Des éprouvettes, de forme et de dimensions données, sont prélevées dans un tube en matière thermoplastique dans le sens longitudinal, par découpage ou par usinage.

Les caractéristiques en traction sont mesurées à l'aide d'une machine d'essai, dans des conditions spécifiées.

III.3.2 Appareillage

III.3.2.1. Machine d'essai de traction, conforme à l'ISO 5893 et satisfaisant aux spécifications données (Figure III.2).



Figure III.2 : appareil de traction testometric M500-100N.

Cet appareil de traction testometric est de 1m de longueur entre les mors, elle a maintenant 10 ans de travail.

III.3.2.2. Mors, pour tenir les éprouvettes, devant être fixés à la machine de telle sorte que l'axe principal de ces éprouvettes coïncide avec la direction de l'effort dans la ligne centrale de l'ensemble. Cela peut être obtenu, par exemple, à l'aide des dispositifs de centrage des mors.

L'éprouvette doit être maintenue de telle manière que le glissement dans les mors soit évité autant que possible, ce qui est obtenu de préférence avec des types de mors qui maintiennent ou augmentent la pression sur l'éprouvette quand la force appliquée sur celle-ci augmente.

Le système de serrage ne doit pas provoquer de rupture prématurée au niveau des mors (Figure III.3).



Figure III.3: des mors d'un appareil de traction testometric.

III.3.2.3. Indicateur de force, devant comporter un mécanisme capable d'indiquer la force de traction totale supportée par l'éprouvette maintenue dans les mors. Le mécanisme doit être tout à fait exempt d'inertie aux vitesses spécifiées et doit indiquer la force avec une précision de $\pm 1 \%$ de la valeur réelle. Une attention particulière doit être portée à l'ISO 5893.

III.3.2.4. Extensomètre, convenable pour la détermination de la longueur entre repères de l'éprouvette à tout moment de l'essai.

L'instrument doit être tout à fait exempt d'inertie aux vitesses d'essai spécifiées et doit pouvoir mesurer la déformation avec une précision de $\pm 1 \%$. Dans le cas de l'utilisation d'un extensomètre mécanique, celui-ci doit être fixé à l'éprouvette de manière que celle-ci subisse des déformations et dommages minimaux, et qu'aucun glissement ne puisse se produire entre l'éprouvette et l'extensomètre.

La mesure de l'allongement de l'éprouvette à partir du mouvement des mors manque de précision et doit être évitée dans la mesure du possible.

NOTE — Il est souhaitable, mais non essentiel, que cet instrument enregistre automatiquement cette distance, ou toute variation de celle-ci, en fonction de la contrainte dans l'éprouvette.

III.3.2.5. Micromètre ou son équivalent, permettant des lectures à 0,01 mm ou moins, destiné à mesurer l'épaisseur et la largeur des éprouvettes.

III.3.2.6. Emporte-pièce, ayant le profil donné dans l'ISO 6259-2 ou l'ISO 6259-3, selon le cas.

III.3.2.7. Fraiseuse et fraise, permettant d'obtenir l'éprouvette spécifiée dans l'ISO 6259-2 ou l'ISO 6259-3, selon le cas.

La fraiseuse est de la marque italienne DUPLOMATIC-SAF10, elle a plus de 10 ans de travail (**Figure III.4**).



Figure III.4 : fraiseuse DUPLOMATIC-SAF10.

III.3.2.8.Éprouvettes

III.3.2.8.1 Nature des éprouvettes

Les éprouvettes doivent être conformes aux types spécifiés dans l'ISO 6259-2 ou l'ISO 6259-3, selon le cas.

III.3.2.8.2 Préparation des éprouvettes

- **Prélèvement dans le tube**

Prélever des bandes dans le tube tel quel, c'est-à-dire sans chauffage ni aplatissement de celui-ci, de telle manière que leurs axes soient parallèles à l'axe du tube et que leurs emplacements soient conformes, selon le cas, à a) ou b).

a) Tubes de diamètre extérieur nominal inférieur ou égal à 63 mm

Utiliser des tronçons de tube d'environ 150 mm de longueur.

Prélever des bandes dans ces différents tronçons en les répartissant le long de la circonférence à partir d'une génératrice prise comme ligne de référence.

b) Tubes de diamètre extérieur nominal supérieur à 63 mm

Utiliser un tronçon de tube d'environ 150 mm de longueur.

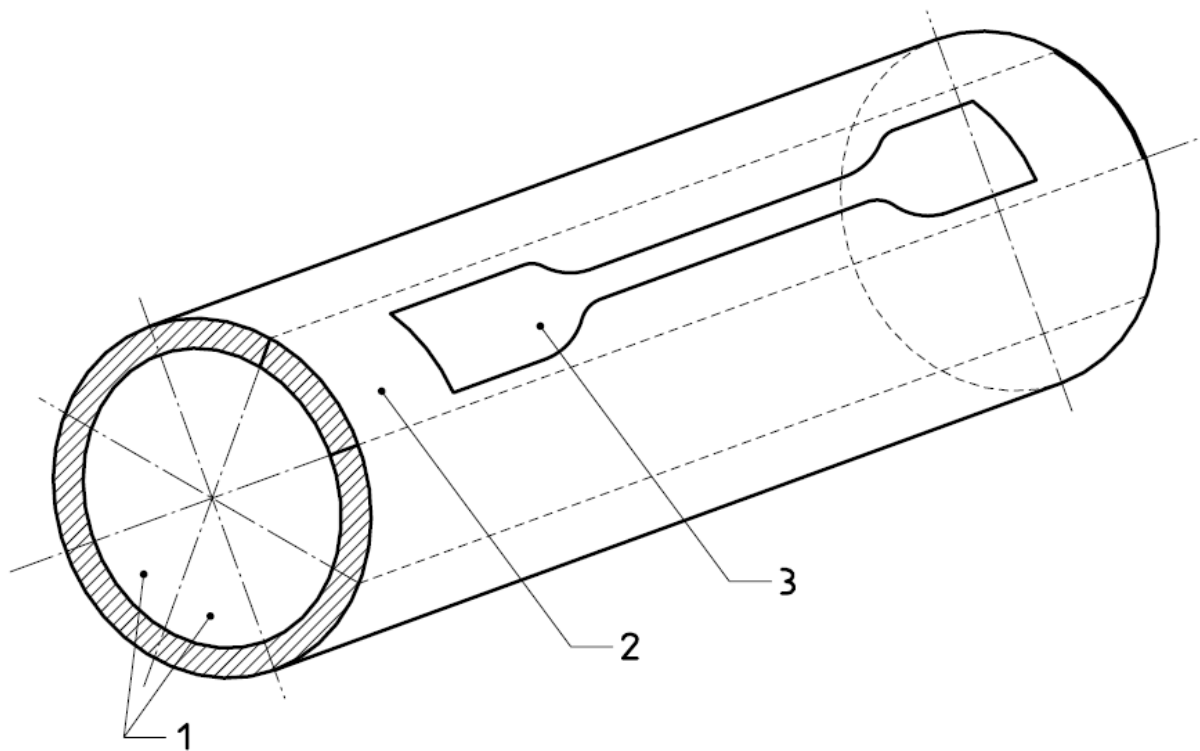
Prélever des bandes dans le tronçon de telle manière qu'elles soient régulièrement réparties le long de la circonférence du tube comme le montre la figure III.5.

Sauf spécifications particulières, diviser la circonférence du tronçon de tube en un certain nombre de secteurs, en fonction du diamètre extérieur nominal du tube, comme l'indique le tableau III.1.

Découper une éprouvette par bande.

Tableau III.1: Nombre recommandé d'éprouvettes

Diamètre extérieur nominal, d_n (mm)	$15 < d_n < 75$	$75 < d_n < 280$	$280 < d_n < 450$	$d_n > 450$
Nombre de secteur ou de bandes	3	5	5	8



Légende :

- 1- Secteurs
- 2- Bande
- 3- Epreuve

Figure III.5 : Préparation des éprouvettes.

- **Choix des éprouvettes**
 - **Sélection**

Prélever les éprouvettes au milieu des bandes découpées dans le tronçon du tube soit par découpage, soit par usinage, en conformité avec les renseignements relatifs à la matière indiqués dans la norme de produit ou la partie concernée.

- **Méthode de découpage**

Utiliser l'emporte-pièce ayant des arêtes coupantes nettes, exemptes d'entailles, dont le profil est représenté dans l'ISO 6259-2 ou l'ISO 6259-3, selon le cas.



Figure III.6 : découpage des pipes en PEHD.

- **Méthode d'usinage**

Réaliser l'éprouvette par fraisage, en utilisant si nécessaire un gabarit de fraisage.

La forme de la fraise et les conditions d'usinage (vitesse de rotation et avance) sont laissées à l'initiative de l'opérateur. Il faut, toutefois, qu'elles soient choisies de manière à éviter tout

échauffement de l'éprouvette et détérioration de sa surface telle que fentes, éraflures, autres imperfections visibles.



Figure III.7 : les composantes importantes de la fraiseuse.

Cette fraiseuse était à l'arrêt depuis le mois de janvier. Les fabricants ont construit la pièce porte gabarit (Figure III.8) en aluminium et les vis de fixation 1 et 2 en acier. Après plusieurs heures de travail, le taraudage des trous A et B a foiré. J'ai percé avec le chef de laboratoire la barre en aluminium jusqu'à la plaque en acier en dessous et de créer des nouveaux taraudages au sein de la plaque d'acier afin de supprimer le problème de cisaillement.

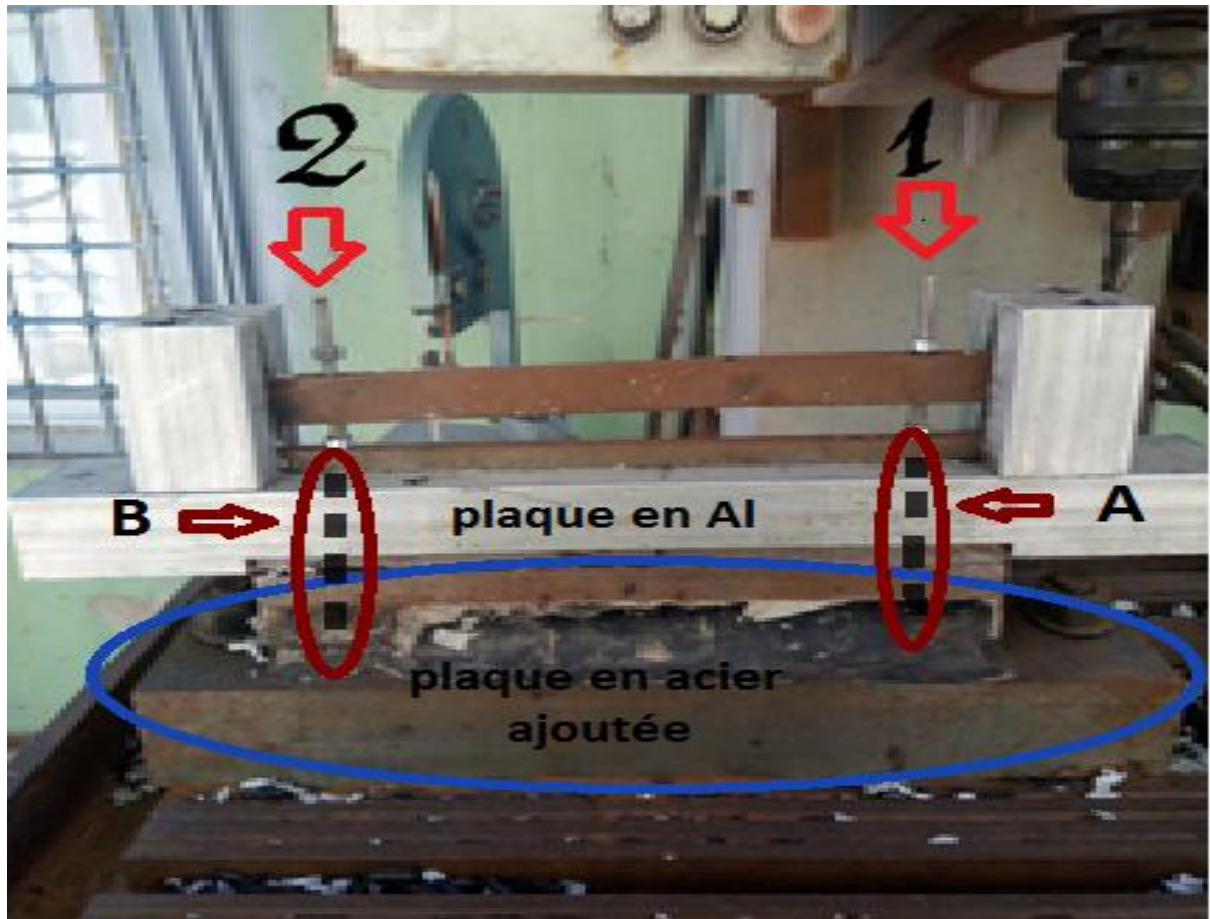


Figure III.8 : la pièce modifiée

III.4. Expression des résultats

III.4.1. Contrainte au seuil d'écoulement

Pour chaque éprouvette, calculer la contrainte en traction au seuil d'écoulement à partir de l'aire de la section initiale de l'éprouvette, en utilisant l'équation suivante:

$$\sigma = \frac{F}{A}$$

Où

σ est la contrainte en traction au seuil d'écoulement, exprimée en méga pascals ;

F est la force au seuil d'écoulement, exprimée en newtons;

A est l'aire de la section transversale initiale de l'éprouvette, exprimée en millimètres carrés.

III.4.2. Allongement à la rupture

Pour chaque éprouvette, calculer l'allongement à la rupture à l'aide de la formule suivante:

$$\varepsilon = \frac{l - l_0}{l_0} \times 100$$

Où

ε est l'allongement à la rupture, exprimé en pourcentage;

l est la longueur entre repères après rupture, exprimée en millimètres;

l_0 est la longueur initiale entre repères, exprimée en millimètres.

III.4.3. Éprouvettes :

- **Préparation des éprouvettes**

Les éprouvettes de type 1 sont de forme et de dimensions indiquées à la figure 1 et dans le tableau III.2. L'éprouvette de type 1 est de l'ISO 527-2:1993.

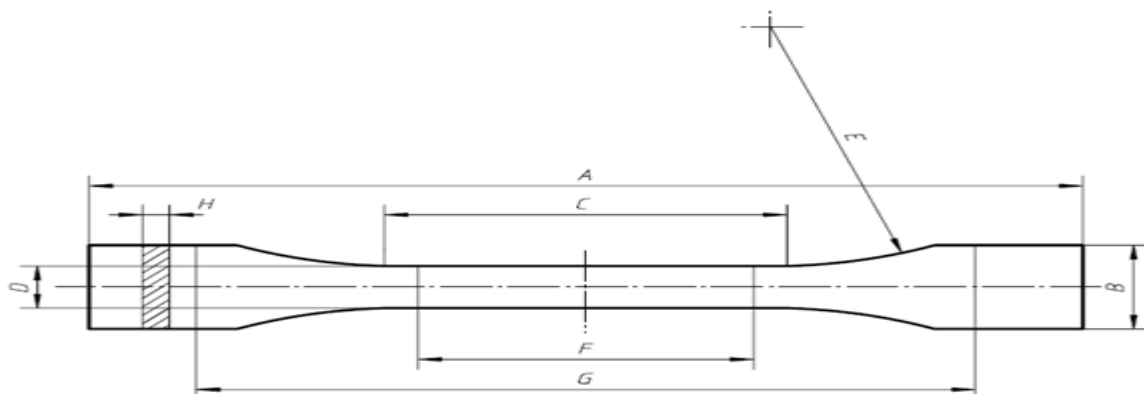


Figure III.9 : dessin technique d'une éprouvette normalisée type 1.

Tableau III.2 : Dimensions des éprouvettes de type 1.

Symboles	Description	Dimensions (mm)
A	Longueur totale minimale	150
B	Largeur aux extrémités	$20 \pm 0,2$
C	Longueur de la partie calibrée	$60 \pm 0,5$
D	Largeur de la partie calibrée	$10 \pm 0,2$
E	Rayon	60
F	Longueur entre repères	$50 \pm 0,5$
G	Distance initiale entre les mors	115 ± 5
H	Épaisseur	Celle du tube

III.5 LA TRACTION D'UN POLYMERE SEMI-CRISTALLIN :

Une des caractéristiques les plus remarquables pour les thermoplastiques semi- cristallins (cas du PEHD) est leur faculté à subir une grande déformation plastique avant la rupture à température ambiante. Ce phénomène provient en partie du fait que leur température de transition vitreuse (-125°C pour le PEHD) est située bien au-dessous de la température ambiante [9, 10].

Pour les semi-cristallins, la déformation plastique intervient de façon macroscopique et non homogène dans des tests de traction uniaxiale, ce phénomène de déformation plastique appelé striction ou instabilité plastique [9, 12].

La figure III.10 montre l'allure typique de la courbe contrainte-déformation nominale en traction uniaxiale et l'évolution du profil de l'éprouvette tandis que celle-ci est étirée à vitesse d'allongement constante :

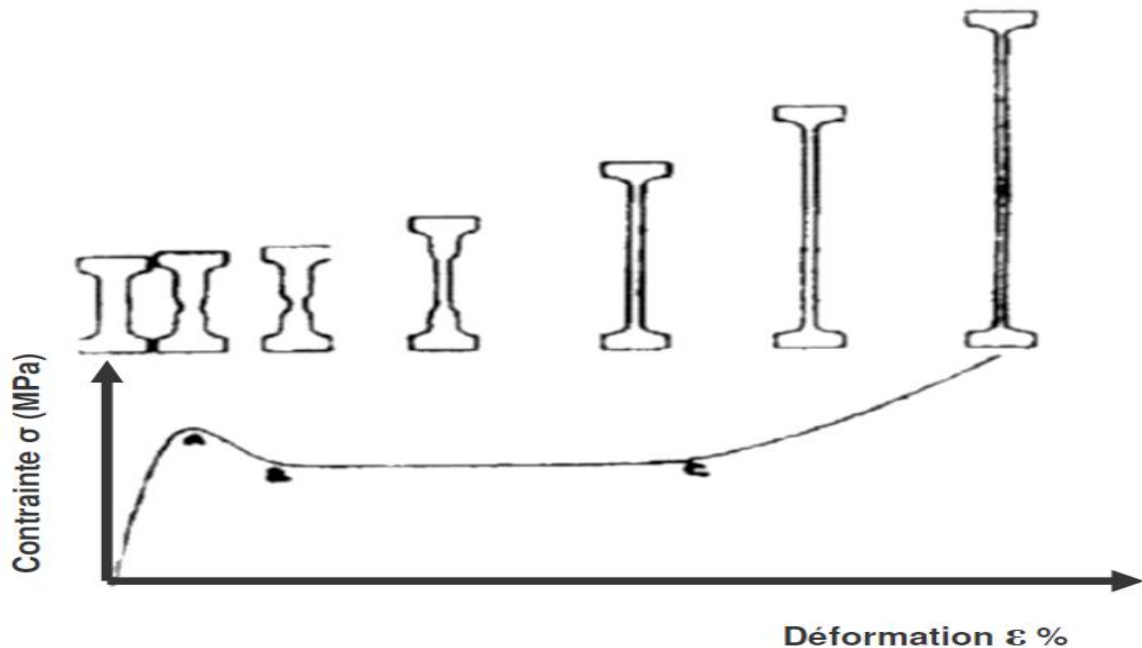


Figure III.10 : Courbe nominale contrainte-déformation d'un polymère semi- cristallin en traction uniaxiale étirée à vitesse d'allongement constante et représentation de changement schématique d'une éprouvette lors de traction.

A partir de cette courbe, on peut décrire les différents types de déformations :

- ❖ De 0 à A il s'agit de la déformation élastique réversible du matériau due à la phase amorphe, du fait que le module de cette phase est beaucoup plus faible que celui de phase cristalline [45,46]. La courbe initialement linéaire, fait apparaître un certain non linéarité juste avant le point A, par suite des effets viscoélastiques [45,47].
- ❖ Au point A commencé la striction qui correspond à une déformation hétérogène du matériau qui s'amorce sur un défaut au niveau de l'éprouvette (des défauts structuraux tels que des dislocations, des structures en bloc, les frontières intercristallines dans le cristal, des structures globulaires ou fibrillaires ou des couches amorphes dans les polymères peuvent tous conduire à une distribution non uniforme de la contrainte)
- ❖ De A à B la striction se forme jusqu'à stabilisation.
- ❖ De B à C la striction se propage le long de l'échantillon jusqu'au taux naturel de déformation.

- ❖ Au-delà de C, la déformation redevient homogène grâce à un durcissement structural lié à l'orientation des chaînes macromoléculaires dans le sens de l'étirage et l'augmentation de la fraction fibrillaire du matériau [45,47].

Ces différentes étapes peuvent être représentées comme suit (figure III.11) :

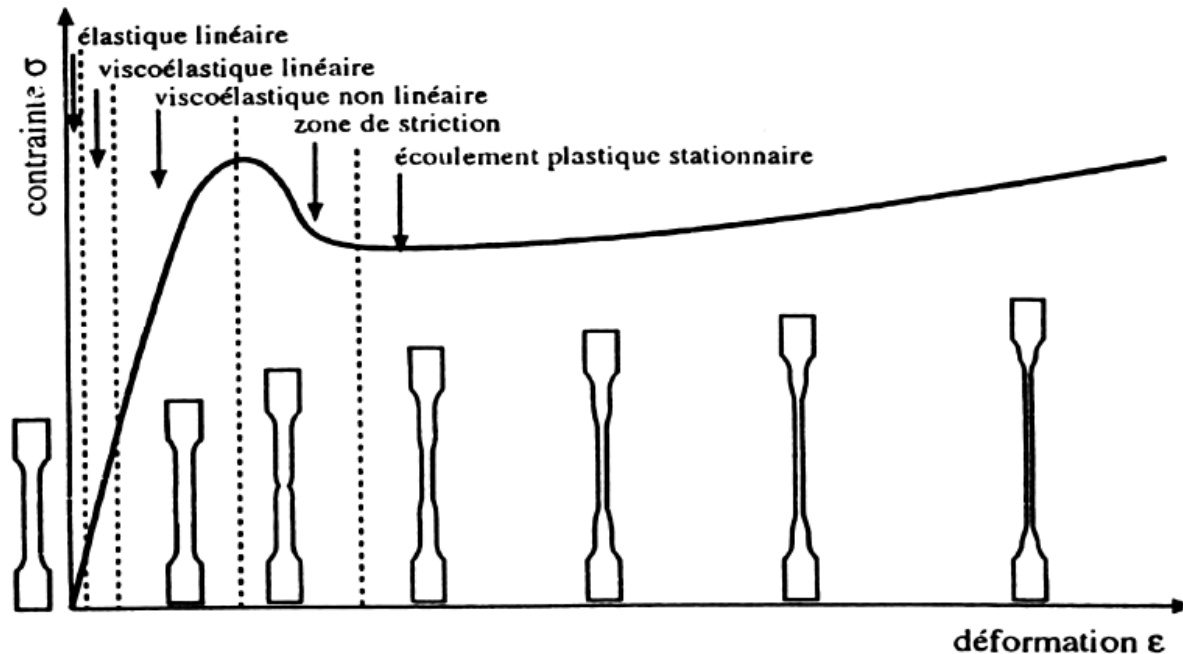


Figure III.11 : Différentes zones de traction uniaxiale d'un thermoplastique semi-cristallin avec la représentation schématique de l'éprouvette d'essai [48]

III.6. Influence de la vitesse de déformation et de la température sur le PEHD :

Les propriétés des matériaux polymères sont très sensibles que celles des métaux aux influences extérieures [48]. On va s'intéresser aux effets de la vitesse de déformation et de la température sur le comportement mécanique du PEHD.

Les figures III.12 (a) et II (b) représentent respectivement des courbes réelles (contrainte déformation) d'un PEHD soumis à des essais de traction sous l'influence de la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ et de la température T . Les propriétés du matériau utilisé sont :

Une densité $\rho = 0,962 \text{ g/cm}^3$, température de transition vitreuse $T_g = -125 \text{ }^\circ\text{C}$, température de fusion $T_f = 135 \text{ }^\circ\text{C}$ et un taux de cristallinité $\chi = 75\%$ (G'sell 2004) [49] :

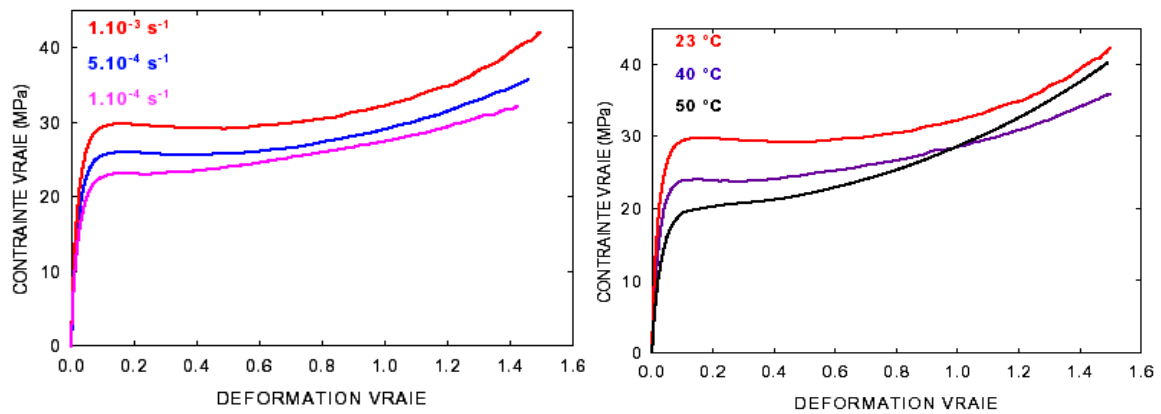


Figure III.12 : Courbes contrainte-déformation vraies d'un Polyéthylène à Haute Densité
(a) pour différentes vitesses de déformations $\dot{\epsilon}$.
(b) pour différentes températures.
(G'SELL. 2003) [49]

Le Tableau III. 1 représente la variation des limites élastique ainsi que la vitesse de déformation et le module de Young.

Tableau III. 1: Effet de la température T sur les paramètres de la loi de comportement en traction sous la vitesse de déformation de 5.10^{-3} s^{-1} (ADDIEGO.2006) [50].

PE			
$T (^{\circ}\text{C})$	$\sigma_{33}^y \text{ (MPa)}$	ϵ_{33}^y	$E \text{ (MPa)}$
23	27,10	0,020	1 355
40	20,90	0,022	950
80	9,50	0,028	339

Etapes d'essai :

Les étapes du test sont les suivantes :

- Il faut d'abord introduire les données relatives de l'éprouvette à tester, dont : la surface S_0 , longueur initiale L_0 et sa forme (plane dans notre étude [figure.III.09])
- Conditionner la température d'éprouvette et la salle pour que le gradient de température soit minimal, en utilisant un four chauffant "Mettler" et un climatiseur pour la salle.



Figure III.13 : un four pour chauffer les éprouvettes.

c) Placer l'éprouvette dans la machine d'essai, (figure.III.02).



Figure III.14: éprouvette d'essai mise en place dans la machine de traction.

d) Introduire les conditions de l'expérience (la vitesse de déformation ou la température d'essai),

e) démarrer la machine et la courbe s'affiche progressivement sur l'écran.

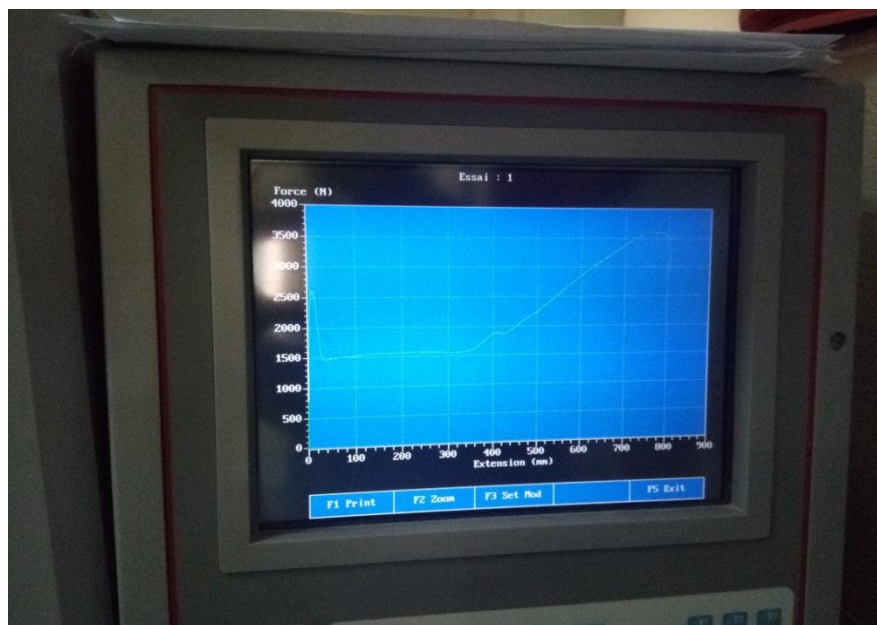


Figure III.15: une courbe de traction Force-Extension.

Résultats des essais :

Les courbes obtenues sont nominales. Suivant nos choix, on peut obtenir sur écran différentes courbes (Force-Extension,...), et on peut ensuite calculer plusieurs données de

paramètres mécaniques (module d'Young E, la contrainte d'écoulement, résistance à la traction R_m, résistance à la rupture R_p,...), vu que la machine de traction sur laquelle on a testé nos éprouvettes nous donne que des résultats sur papiers alors on était obligé de les transformer on fichiers data à l'aide de deux logiciels Excel et OriginePro.

III.7. ESSAIS EXPERIMENTAUX:

Pour une vitesse d'étirage choisie lors de l'essai, il est possible de calculer la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ suivant la relation : $\dot{\epsilon} = v / L_0$ (v est la vitesse d'étirage, L₀ est la longueur initiale de l'éprouvette).

III.7.1 Essais à plusieurs températures :

La traction a été exercée sur 105 éprouvettes de PEHD de surfaces initiales identiques (S₀ = 123 mm²), de longueurs initiales légèrement différentes à des températures des essais différentes entre 0°C à 65°C.

Durant les essais, les éprouvettes ont été mises sous l'influence des vitesses d'étirage différentes. Pour calculer la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$, nous avons estimé la longueur moyenne L_{moy} des six éprouvettes : $L_{\text{moy}} = (\sum l_i / 6)$; i = 1,6.

$$L_{0 \text{ MOY}} = 114,91 \quad \text{mm}$$

Tableau III.3 : différentes valeurs de longueurs initiales des éprouvettes lors des essais de traction pour des températures différentes.

Numéro d'éprouvette	longueur initial L ₀ mm	Température d'essai T°
1	113,2	0°
2	113,8	10°
3	114,8	20°
4	115,1	30°
5	115,4	40°
6	115,9	50°
7	116,2	65°

Tableau III.4 : différentes valeurs de vitesses de déformation $\dot{\epsilon}$ des éprouvettes lors des essais de traction.

Vitesse d'essais mm/mi	vitesse de Déformation
30	0,00435
50	0,00725
70	0,01015

III.7.2.Résultats sous l'influence de la température :

On a appliqué trois vitesses d'essais équivalentes aux trois vitesses de déformation $\dot{\epsilon}$ sur nos éprouvettes, les sept courbes (contrainte - déformation) pour des vitesses de déformation $\dot{\epsilon}$ différentes sont présentées comme suit :

On commence par $T^{\circ} = 0^{\circ}\text{C}$:

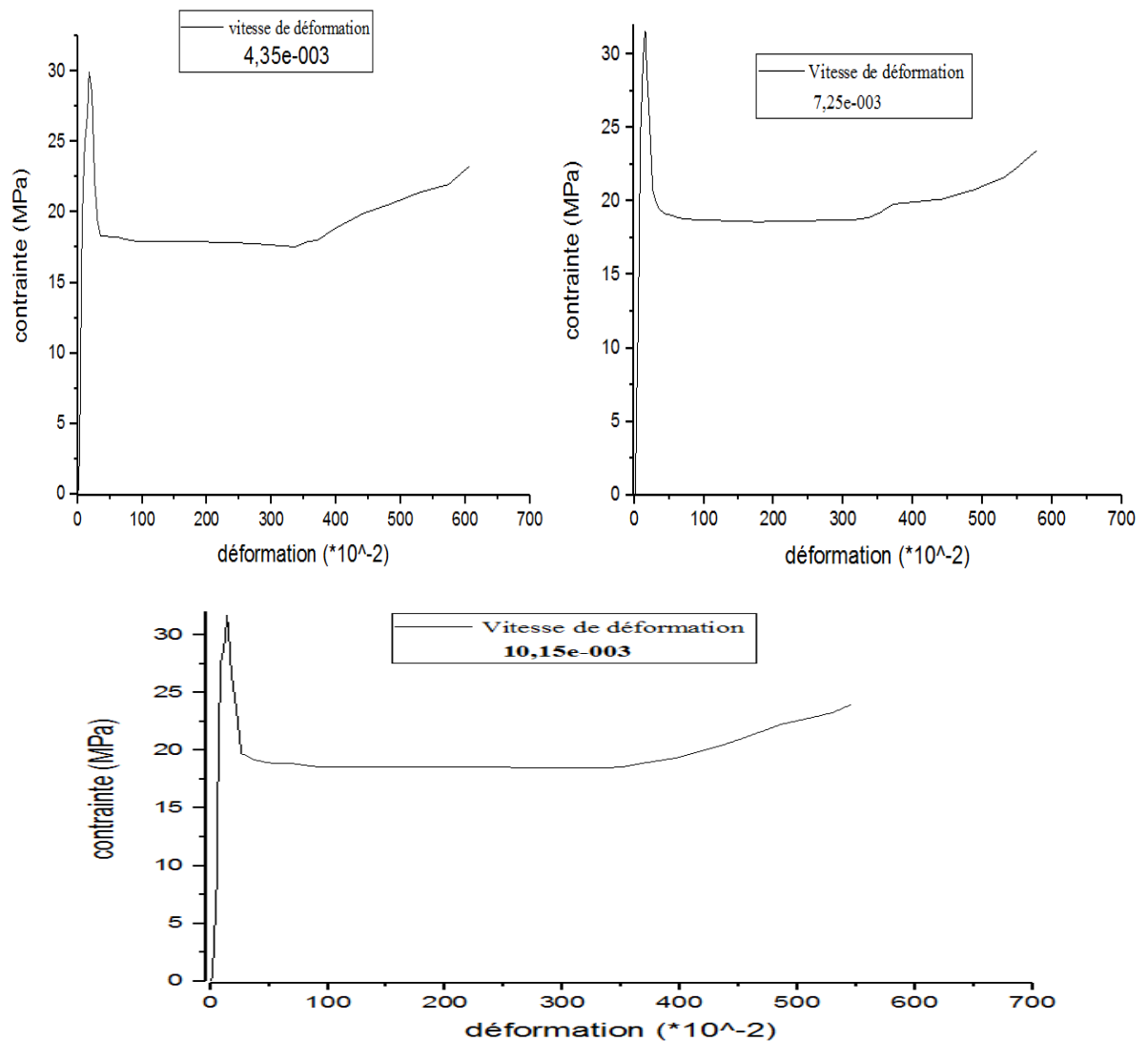


Figure III.16 : les trois courbes contrainte-Déformation à $T^{\circ} = 0^{\circ}\text{C}$

Après avoir ces trois courbes on les rassemble dans un seul graphe, comme suit :

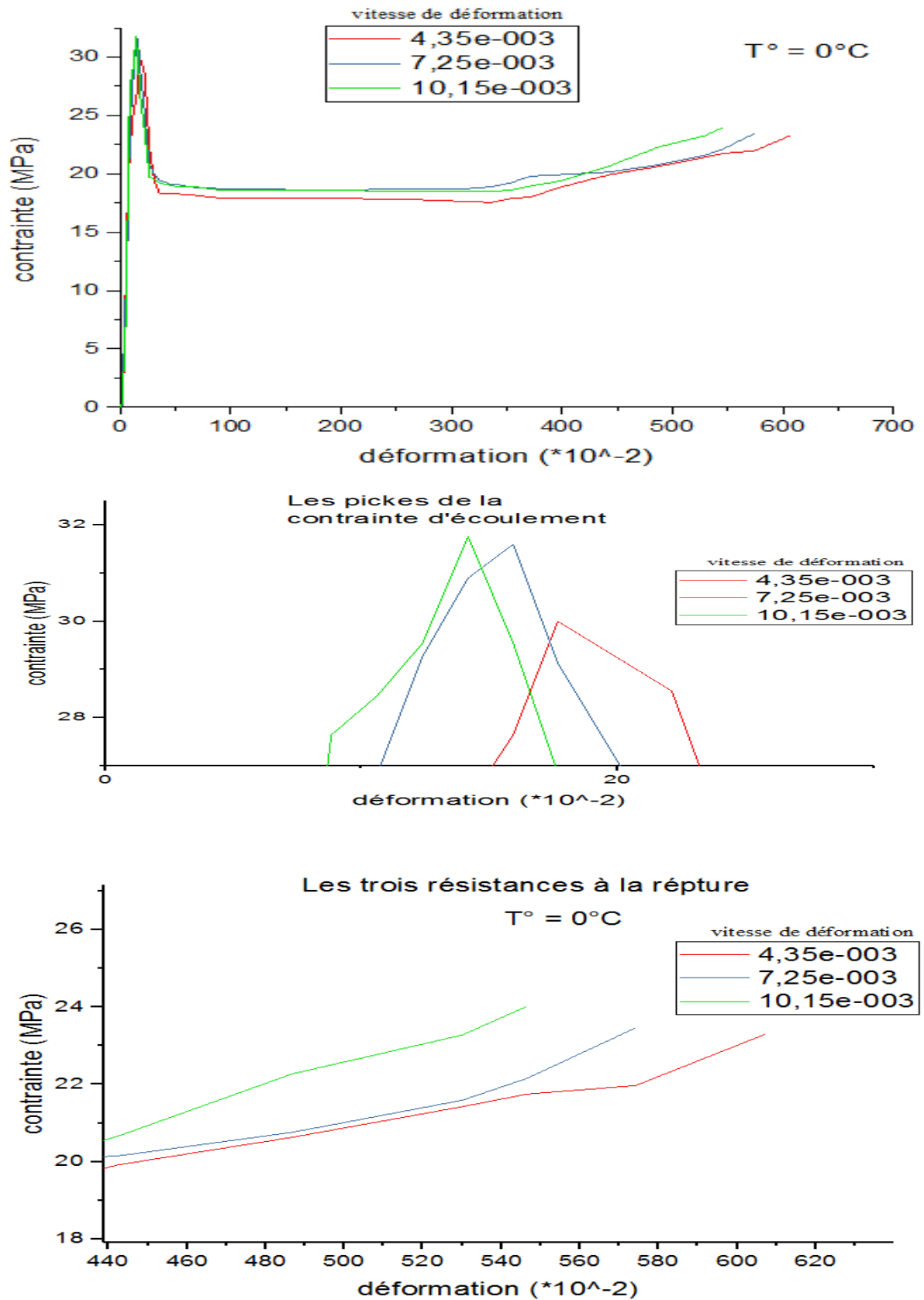


Figure III.17: un graphe Contrainte-Déformation correspondant à la variation des vitesses de déformation.

A $T^\circ = 10^\circ\text{C}$:

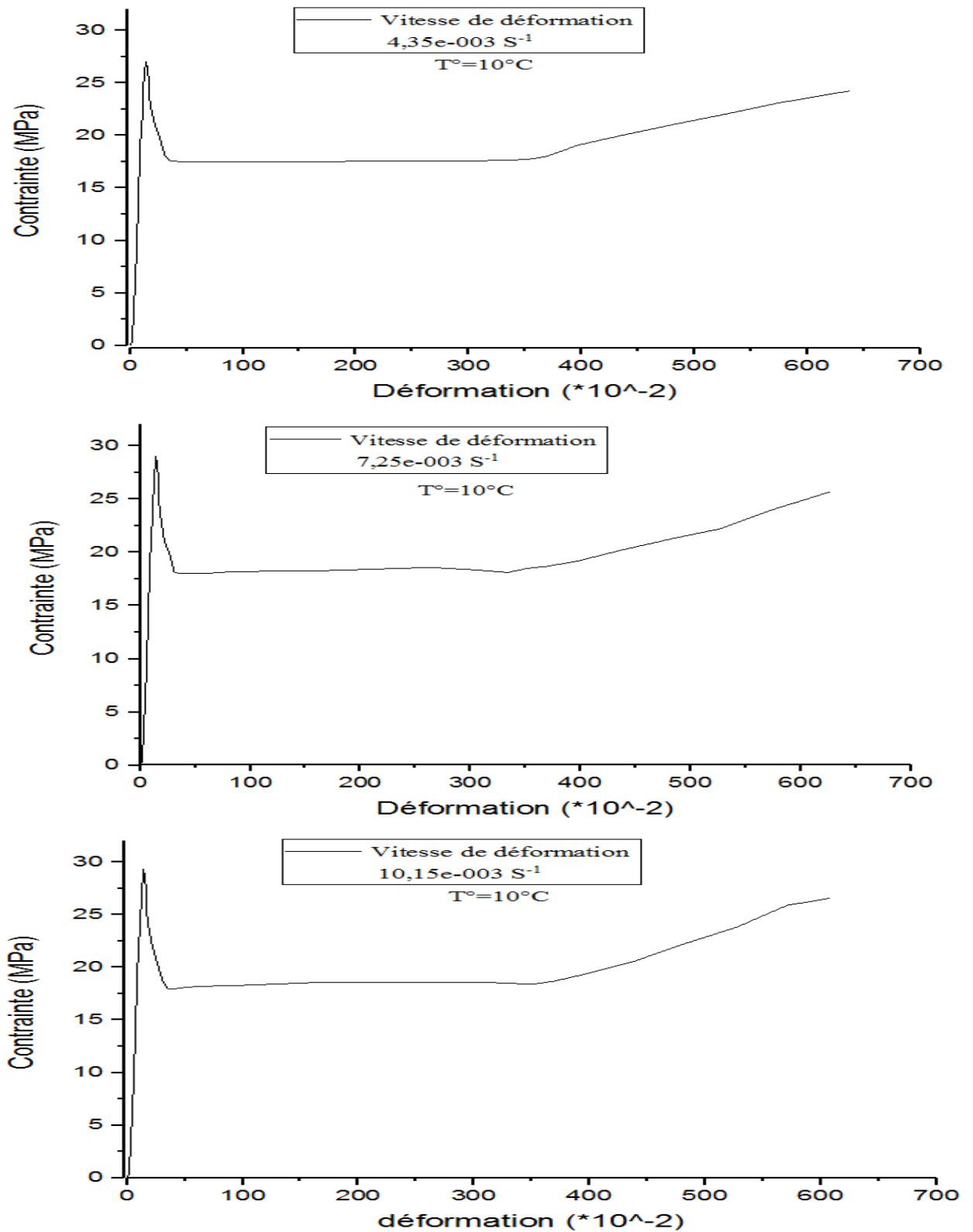


Figure III.18: Les 03 courbes Contrainte-déformation à $T^\circ = 10^\circ\text{C}$.

Quand on rassemble les trois courbes dans un seul courbe on obtient :

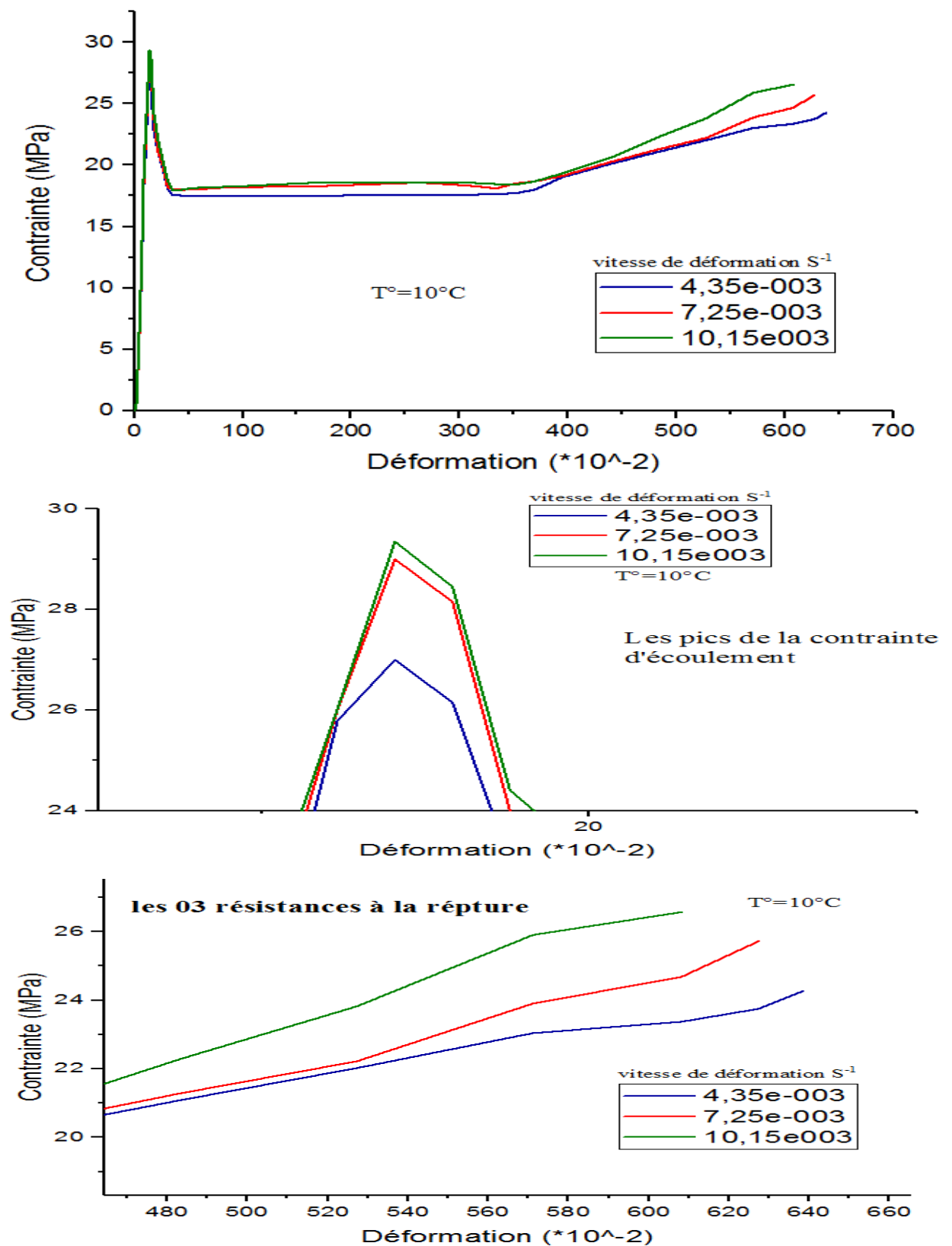


Figure III.19: un graphe Contrainte-Déformation correspondant à la variation des vitesses de déformation $\dot{\epsilon}$.

A $T^\circ=20^\circ\text{C}$:

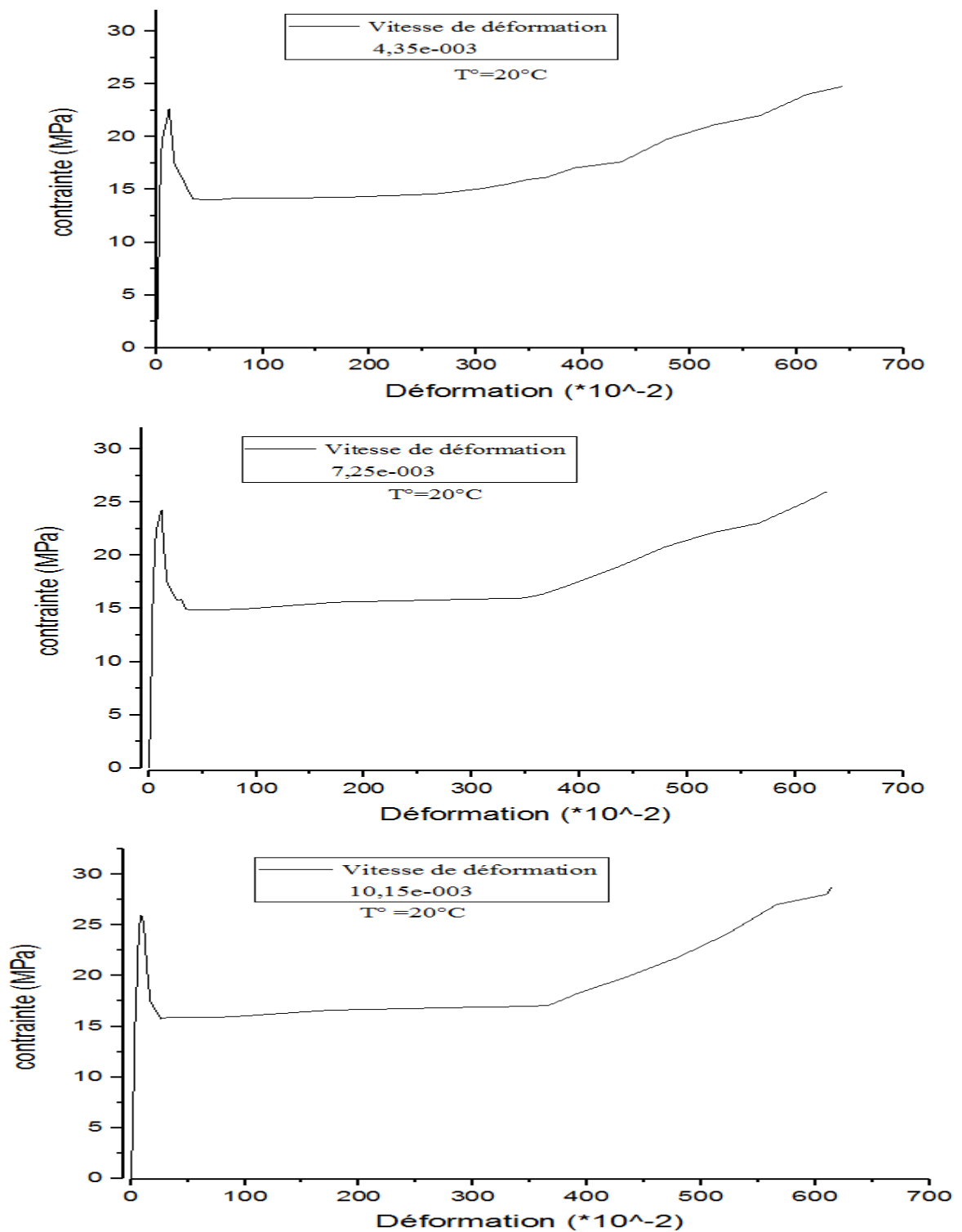


Figure III.20: Les 03 courbes Contrainte-déformation à $T^\circ=20^\circ\text{C}$.

Quand on rassemble ces trois courbes on obtient :

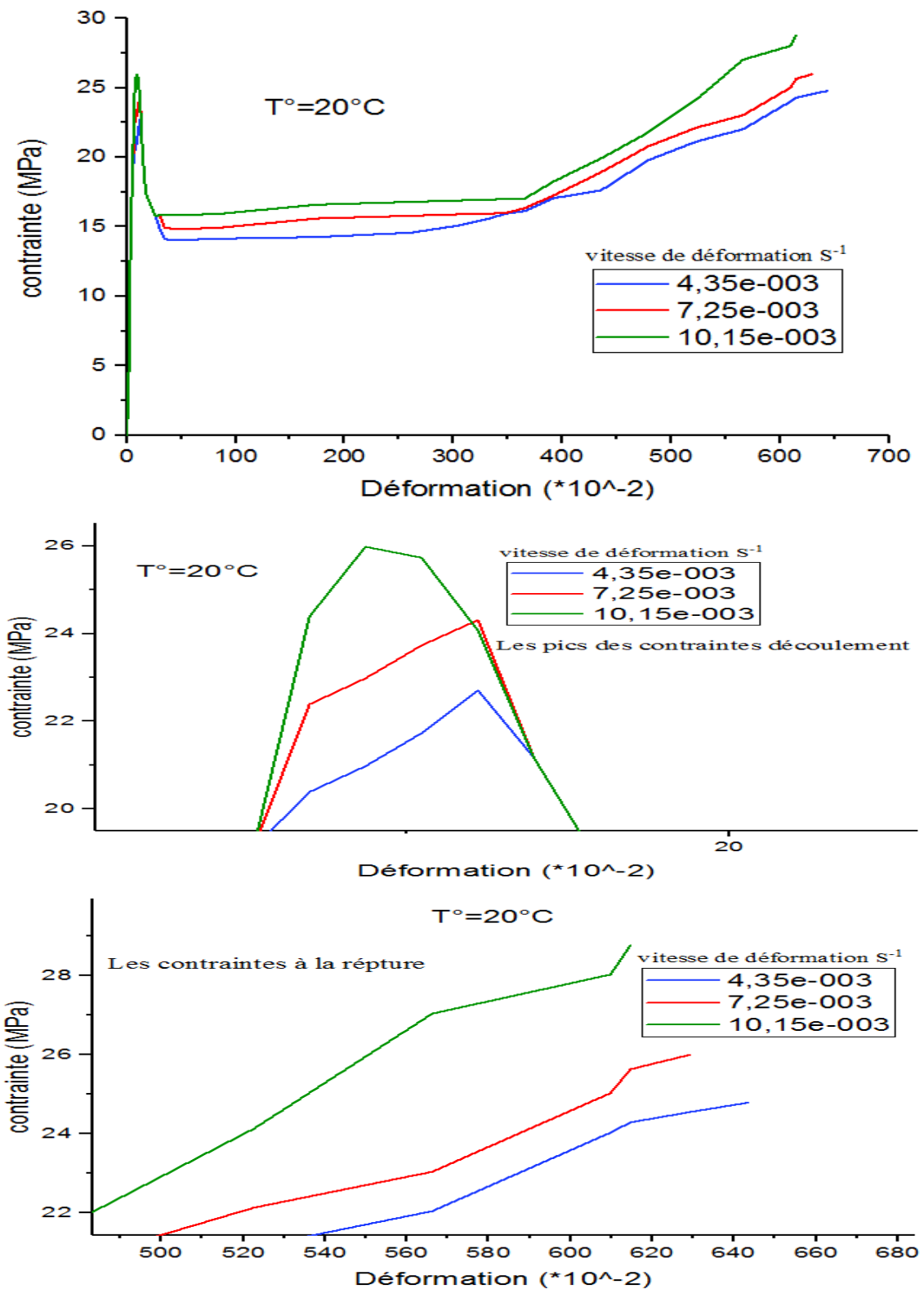


Figure III.21: un graphe Contrainte-Déformation correspondant à la variation des vitesses de déformation $\dot{\epsilon}$ à $T^\circ = 20^\circ\text{C}$.

A $T^\circ = 30^\circ\text{C}$:

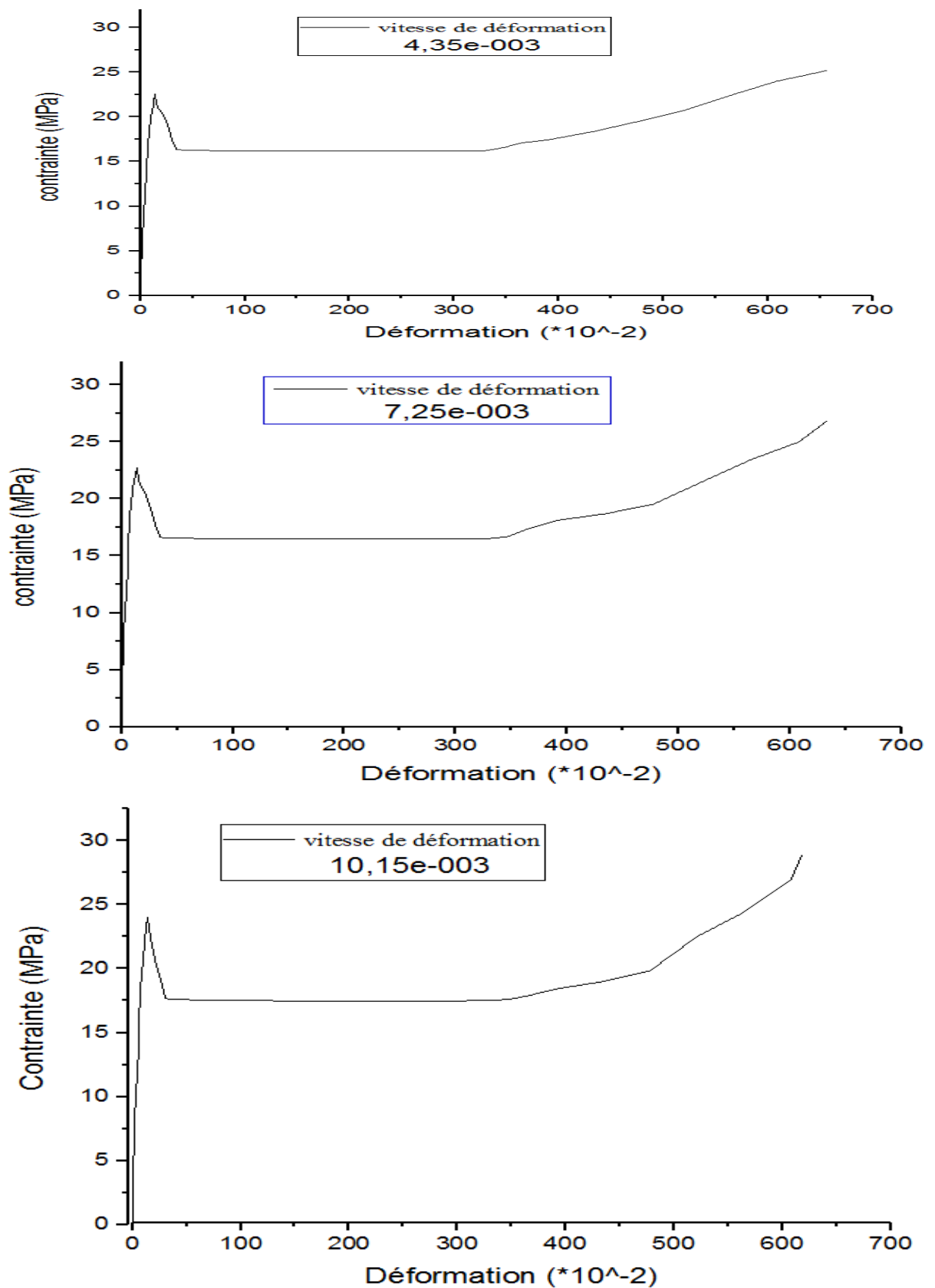


Figure III.22: Les 03 courbes Contrainte-déformation à $T = 30^\circ\text{C}$.

Quand on rassemble les trois courbes on aura le graphe suivant :

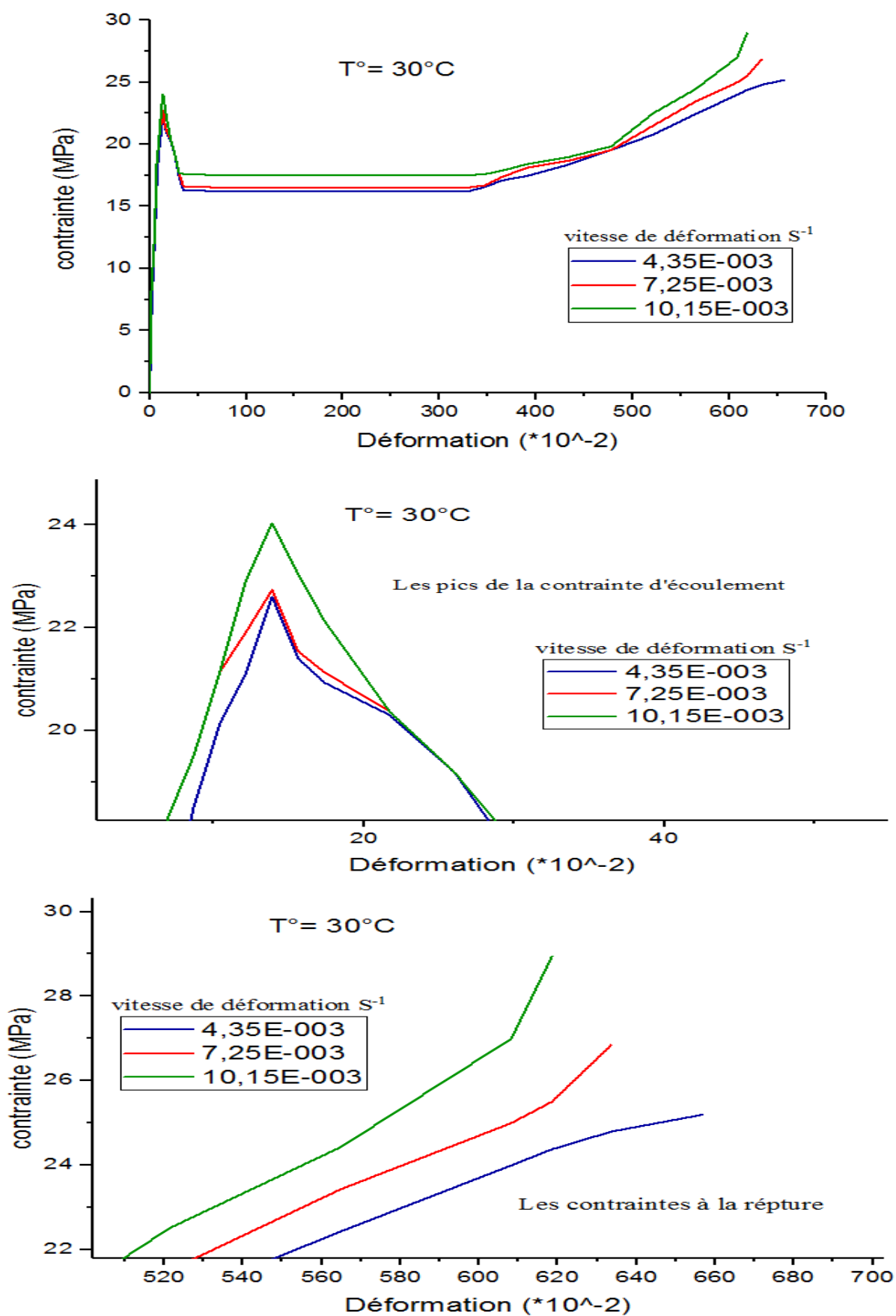


Figure III.23: un graphe Contrainte-Déformation correspondant à la variation des vitesses de déformation $\dot{\epsilon}$ à $T^\circ=30^\circ\text{C}$.

A $T^\circ = 40^\circ\text{C}$:

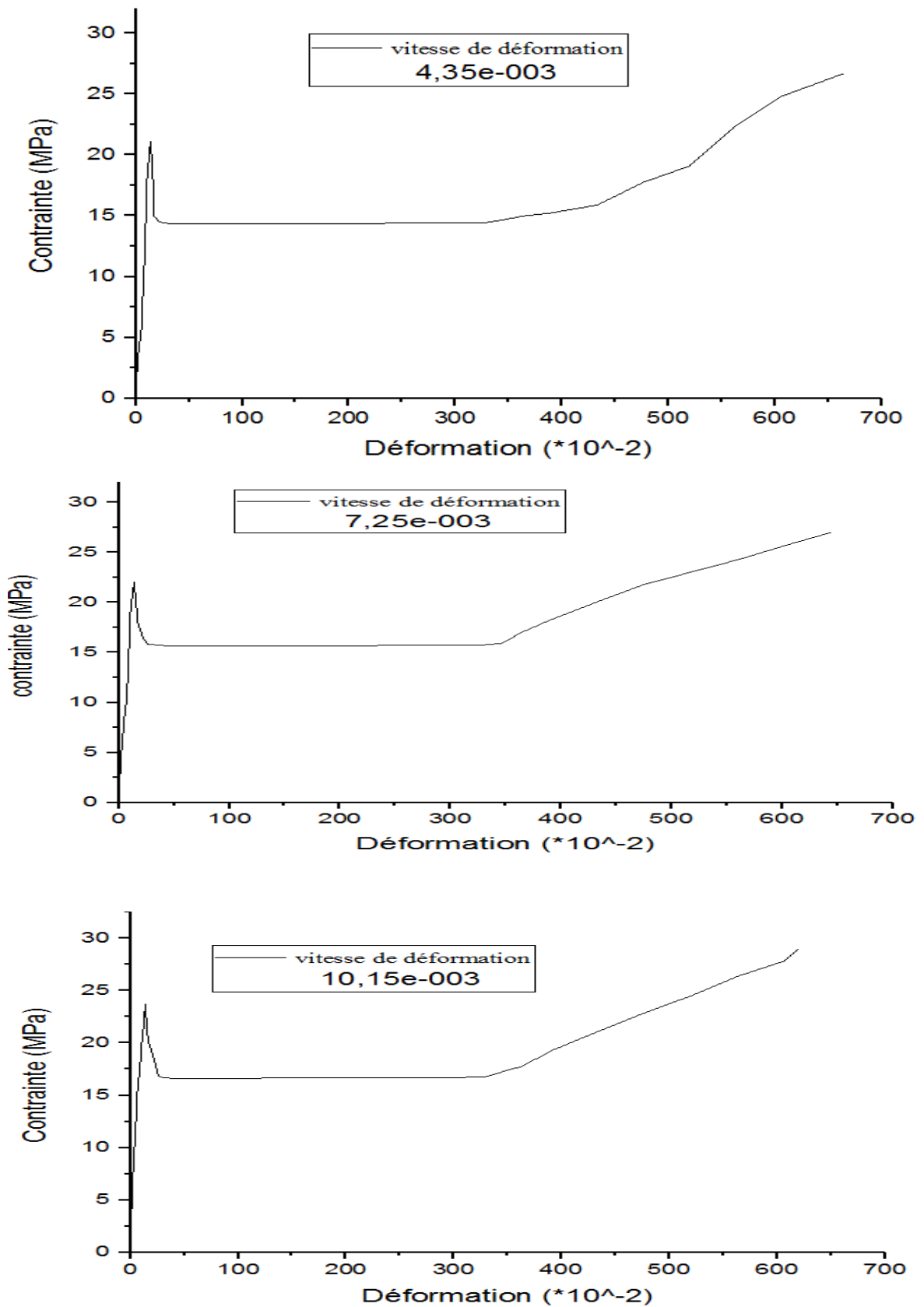


Figure III.24: Les 03 courbes Contrainte-déformation à $T^\circ=40^\circ\text{C}$.

Quand on rassemble les trois courbes on aura le graphe suivant :

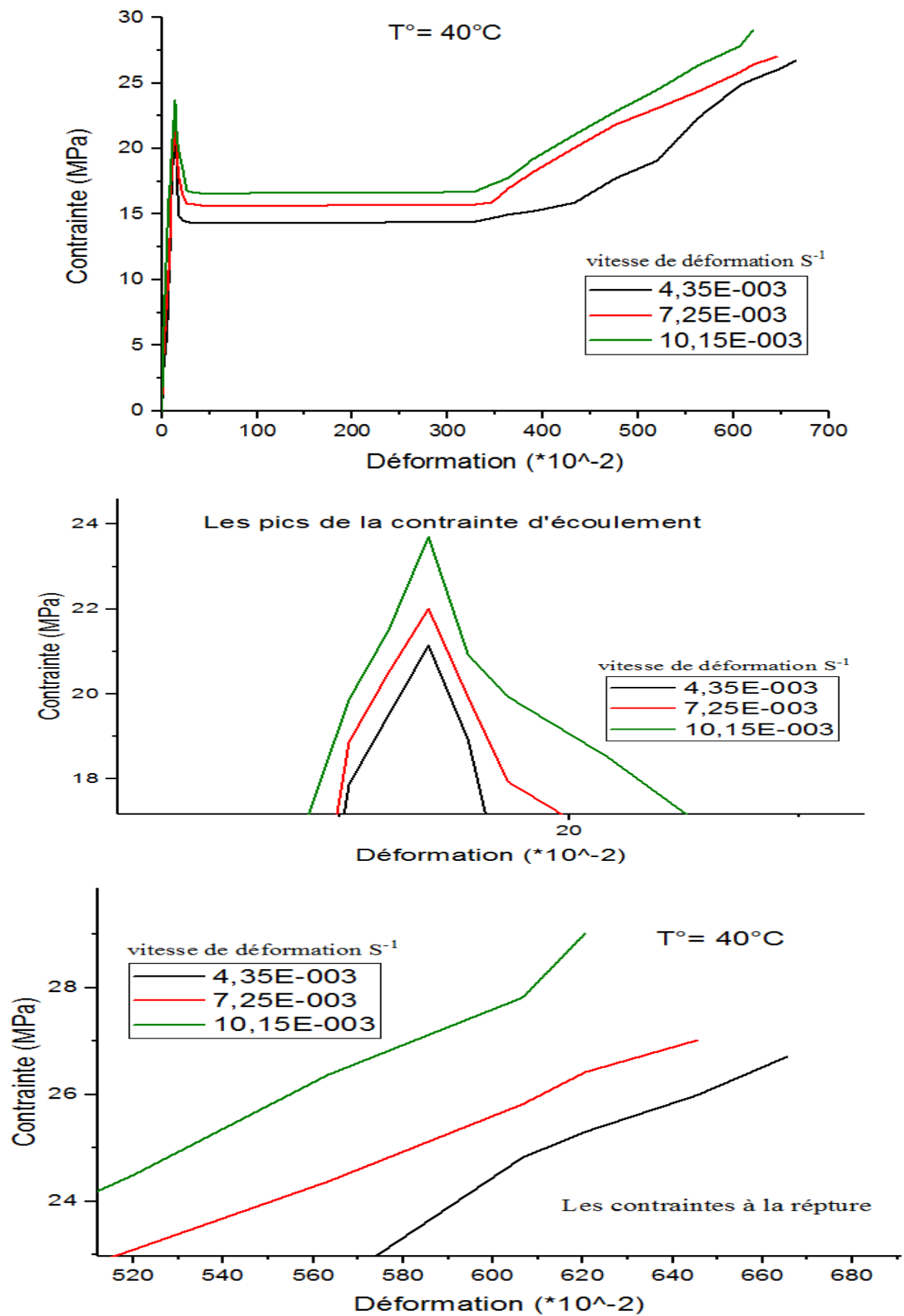


Figure III.25: un graphe Contrainte-Déformation correspondant à la variation des vitesses de déformation à $T^\circ=40^\circ\text{C}$.

A $T^{\circ} = 50^{\circ}\text{C}$:

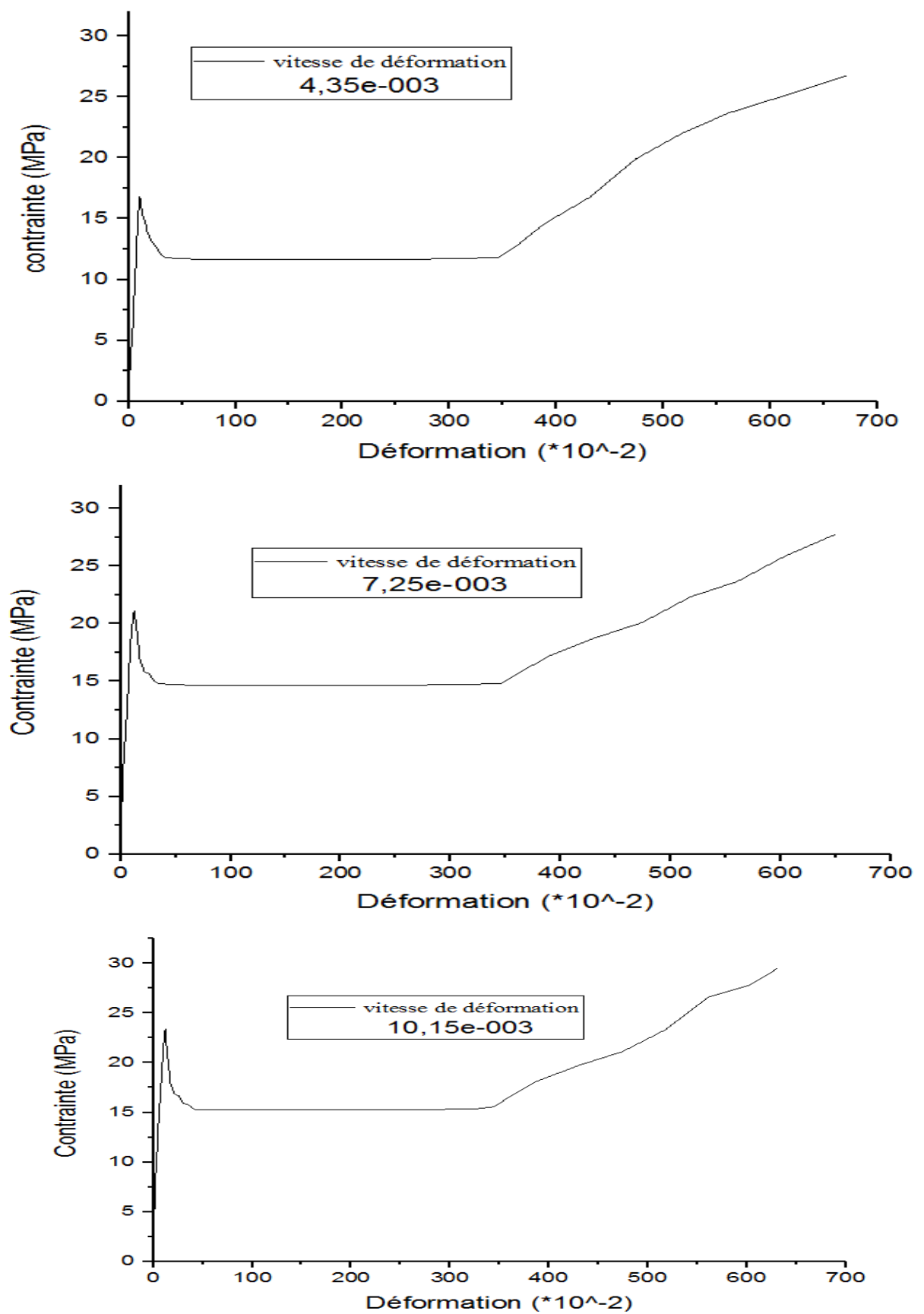


Figure III.26: Les 03 courbes Contrainte-déformation à $T^{\circ}=50^{\circ}\text{C}$.

Quand on rassemble les trois courbes on aura le graphe suivant :

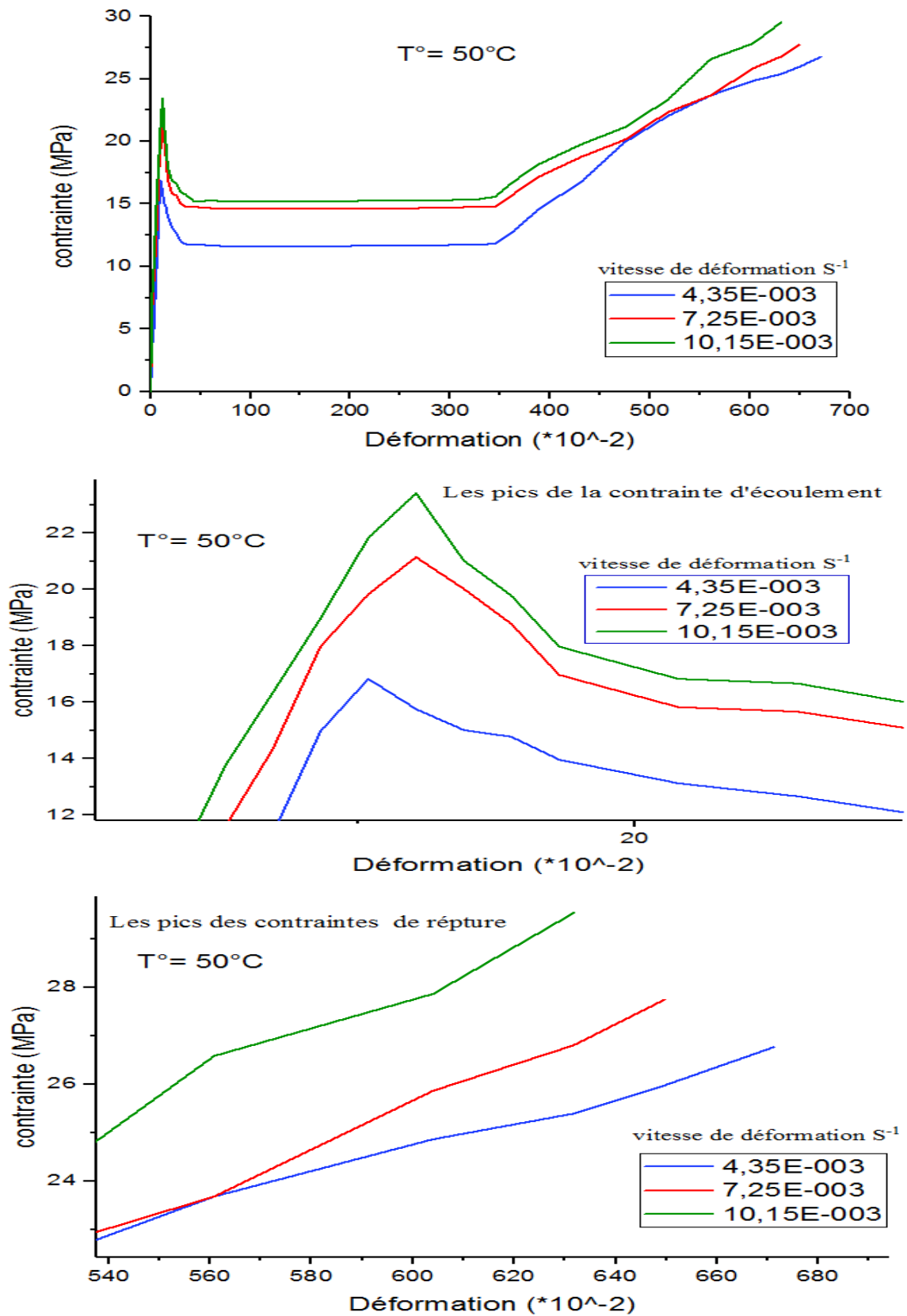


Figure III.27: un graphe Contrainte-Déformation correspondant à la variation des vitesses de déformation à $T^\circ=50^\circ\text{C}$.

A $T^{\circ} = 65^{\circ}\text{C}$:

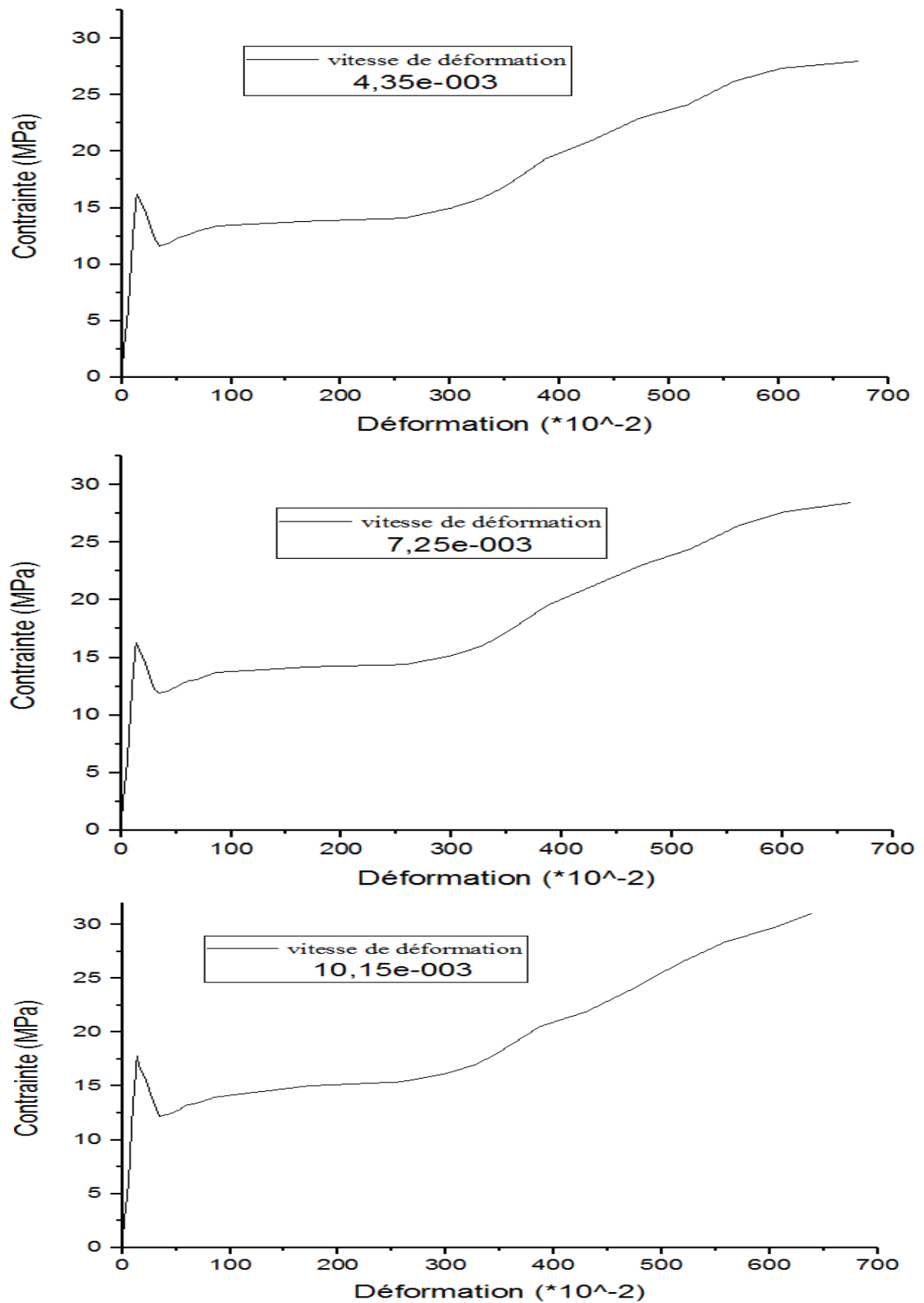


Figure III.28: Les 03 courbes Contrainte-déformation à $T^{\circ}=65^{\circ}\text{C}$.

Quand on rassemble les trois courbes on aura le graphe suivant :

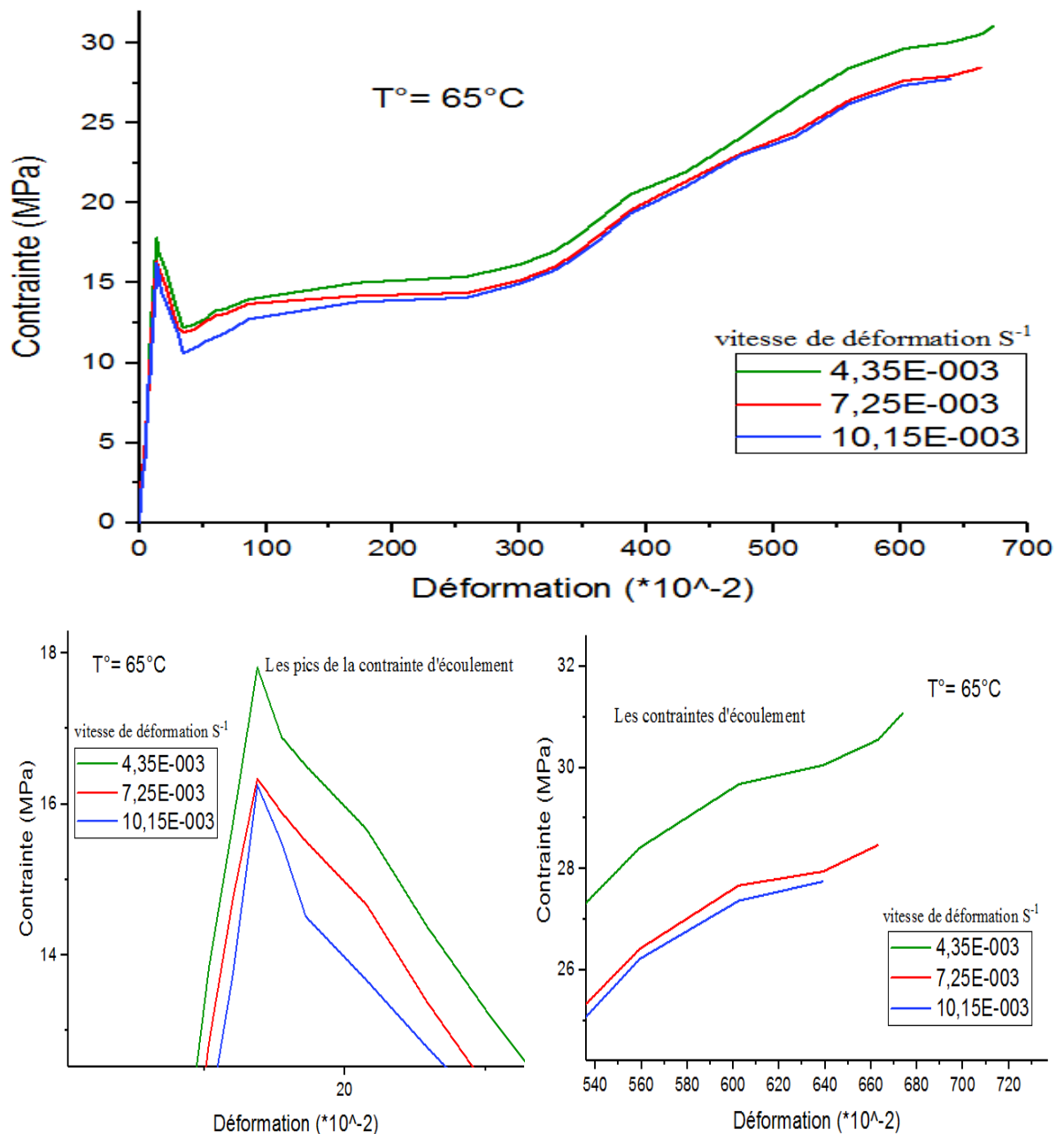


Figure III.29: un graphe Contrainte-Déformation correspondant à la variation des vitesses de déformation à $T^\circ=65^\circ\text{C}$.

III.7.3. Résultats sous l'influence de la vitesse de déformation :

Les sept courbes (contrainte-déformation) des éprouvettes de PEHD qui ont été obtenues lors de traction sous l'effet de la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ et à des températures variantes sont représentées comme suit :

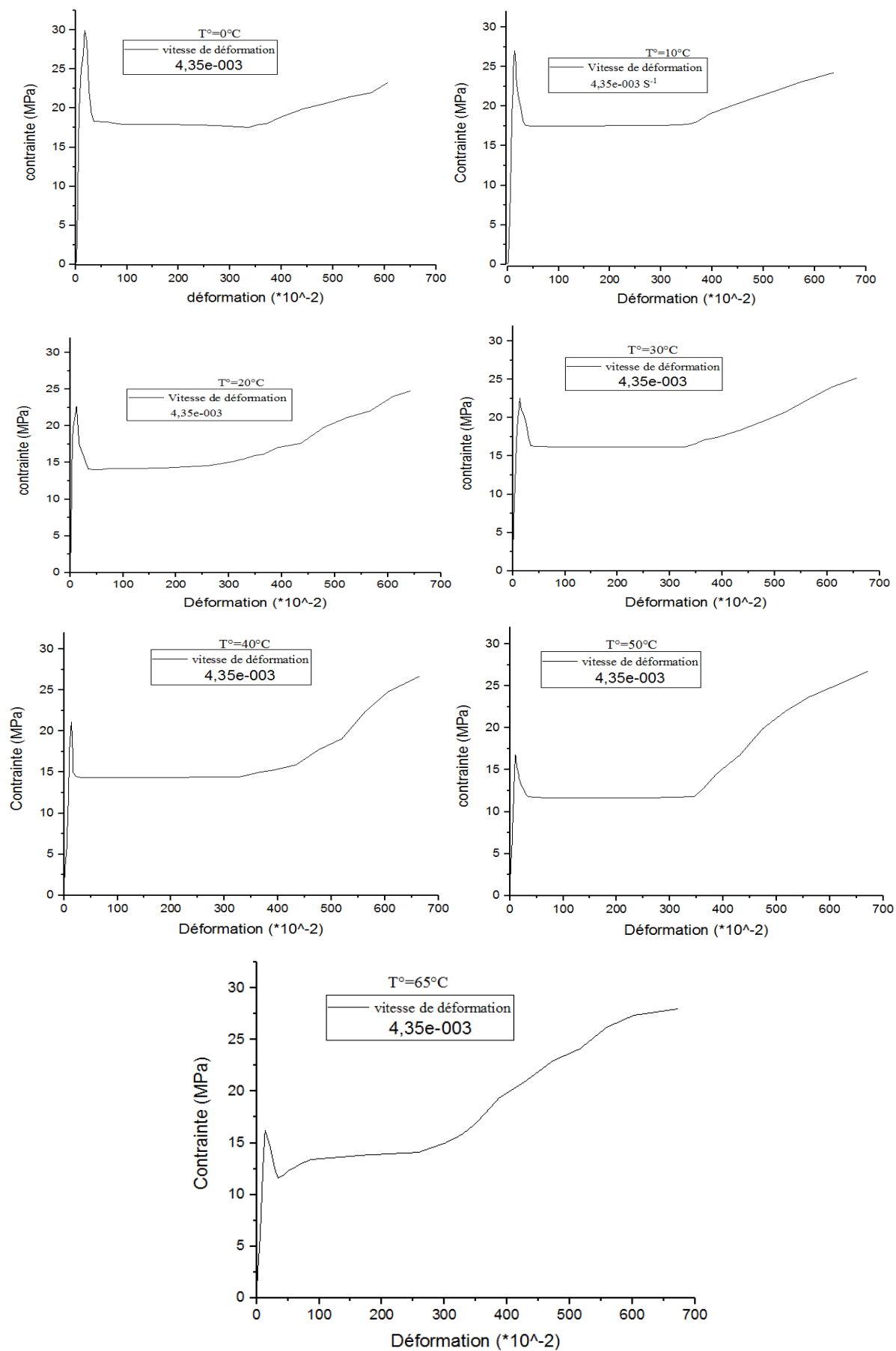


Figure III.30: Les 07 courbes Contrainte-déformation à $D = 4.35 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

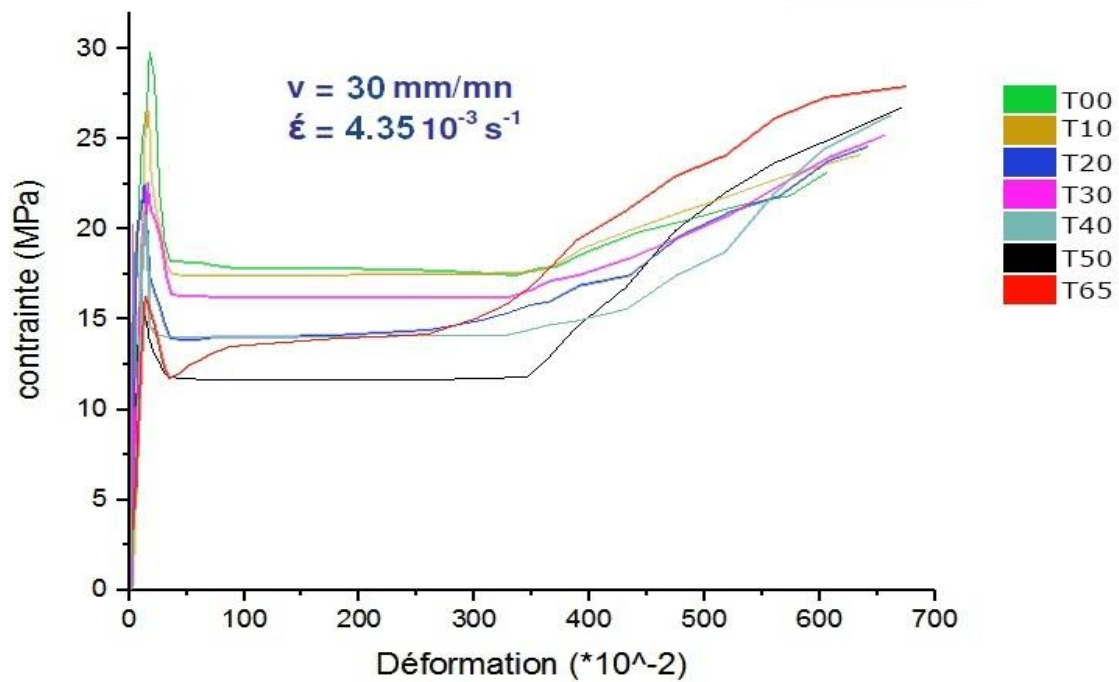


Figure III.31: un graphe Contrainte-Déformation correspondant à la variation des températures.

À une vitesse de déformation constante, on peut rassembler 7 courbes dans un seul graphe :

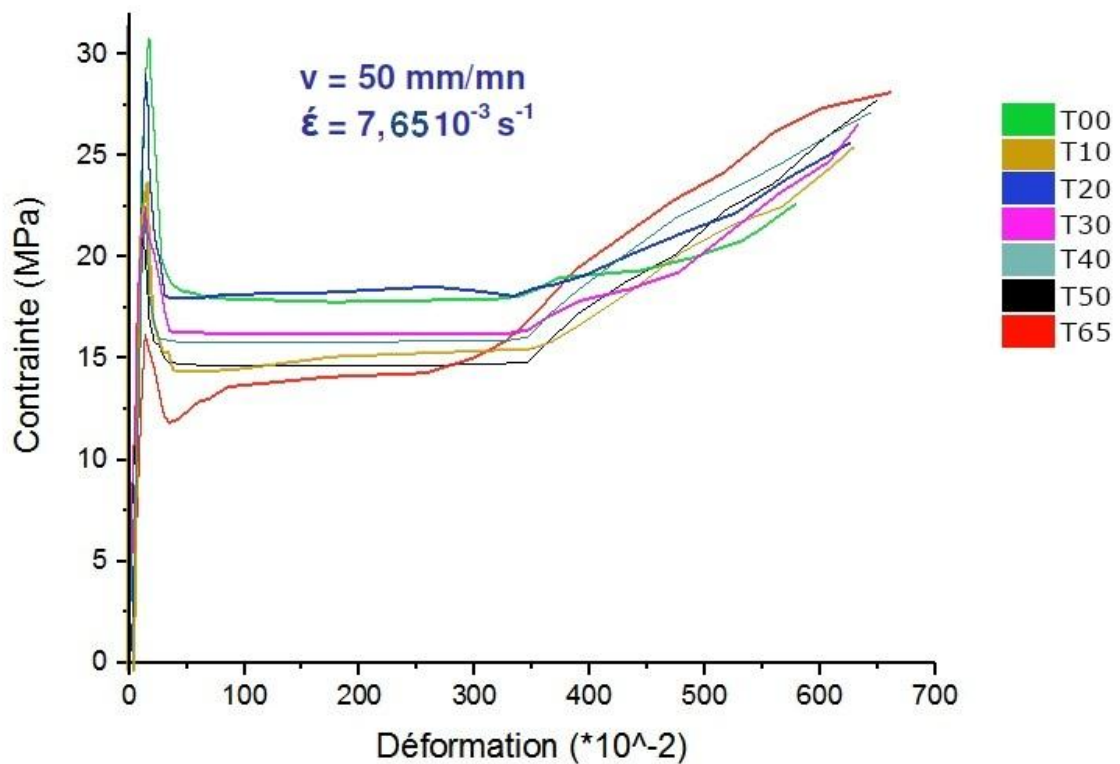


Figure III.32: un graphe Contrainte-Déformation correspondant à la variation des températures.

À une vitesse de déformation constante, on peut rassembler 7 courbes dans un seul graphe :

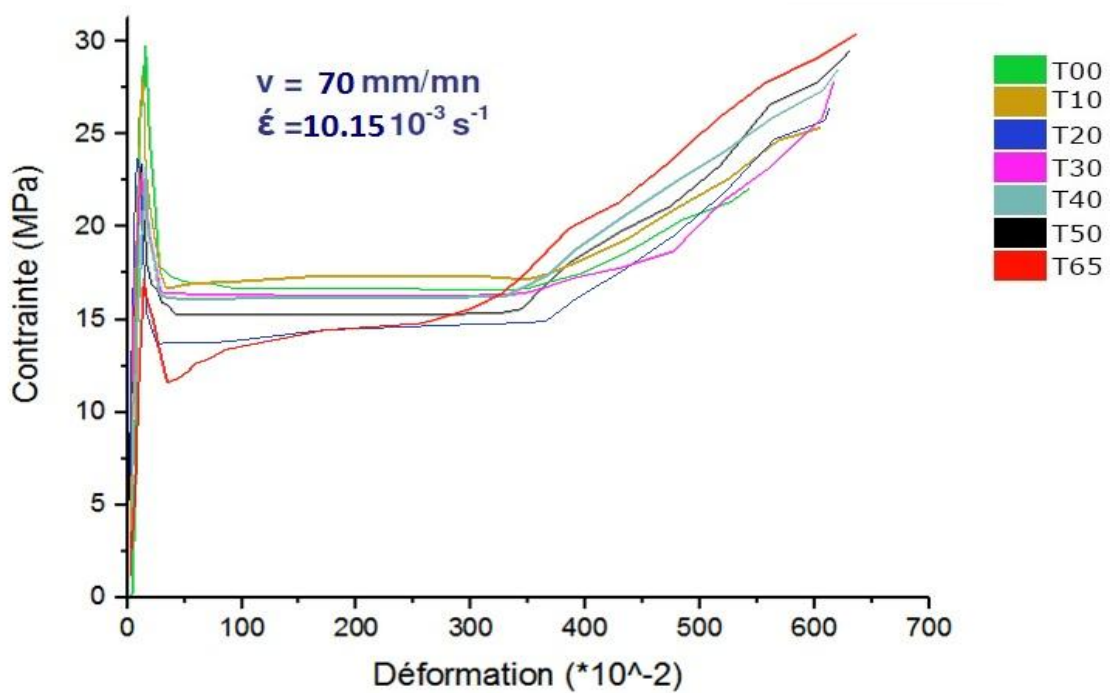


Figure III.33: un graphe Contrainte-Déformation correspondant à la variation des températures.

Le regroupement des essais sur le même graphe montre l'influence des deux paramètres l'effet de la température T et de la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$.

III.7.4. Résultat statistique de changement des forces mécaniques:

1. la variation de la contrainte d'écoulement CE :

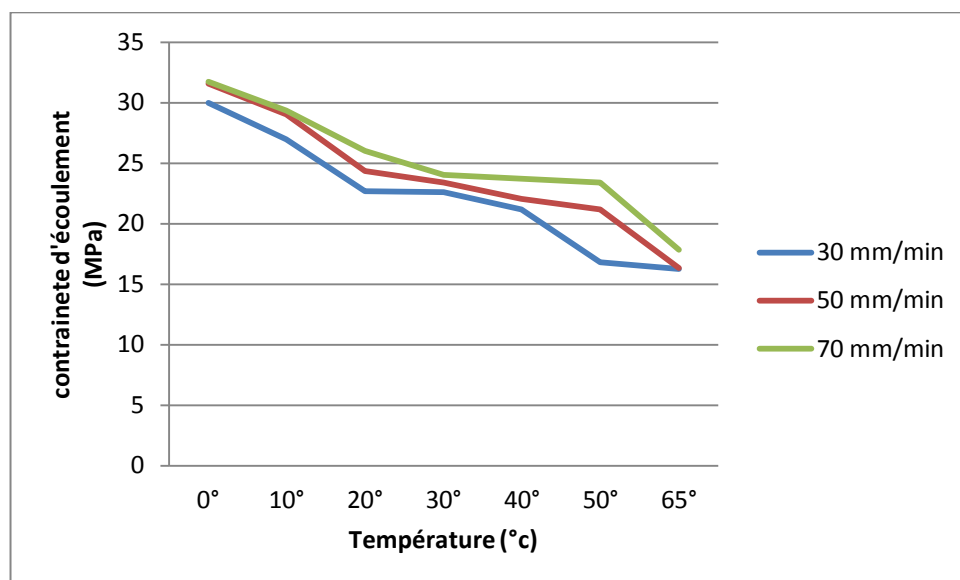


Figure III.34: Graphe présente la variation de la CE en fonction de V et T° .

Sous l'influence de la température, les valeurs expérimentales de la résistance à la limite élastique R_e sont relativement identiques avec les valeurs bibliographiques (Tableau I.2) et

diminuent pour une élévation de la température T . Sous l'effet de la vitesse de déformation, les valeurs expérimentales de R_e augmentent pour une élévation de $\dot{\epsilon}$.

2. la variation de la contrainte à la rupture CR:

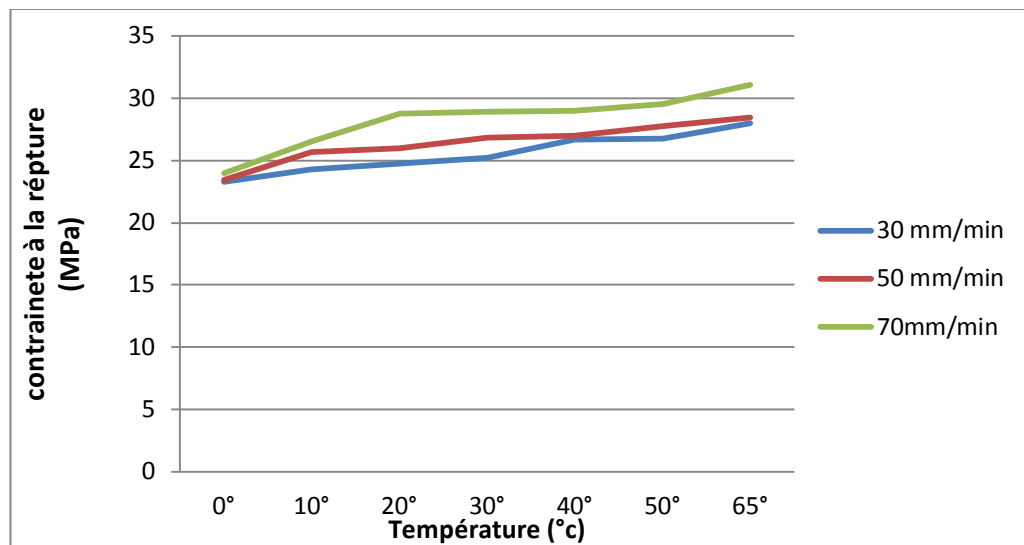


Figure III.35: Graphe présente la variation de la CR en fonction de V et T° .

Les valeurs expérimentales obtenues de la résistance à la rupture R_p augmentent proportionnellement avec l'élévation de la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$.

3. la variation du module de Young E :

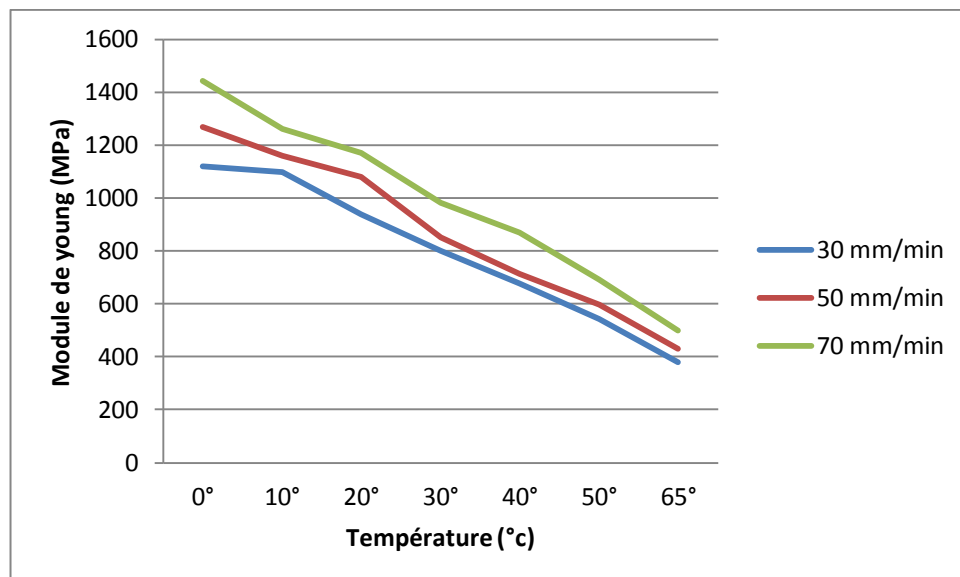


Figure III.36: Graphe présente la variation du module de Young en fonction de V et T° .

Les valeurs expérimentales obtenues de module d'Young E diminuent pour une élévation de la température T (figure III.36), d'abord une petite déviation de linéarité qui se propage avec l'élévation de la température entre les températures d'essais 0°C et 15°C ; ensuite il y a ; à partir de

$T=15^{\circ}\text{C}$ la variation de module d'Young en fonction de la température est se propage d'une façon linéaire.

Sous l'effet de la vitesse de déformation, on constate qu'il y a une élévation des valeurs de E pour une augmentation de $\dot{\epsilon}$.

Chapitre IV

Dépouillement et analyse des résultats expérimentaux

IV.1. Introduction :

Dans ce chapitre, on va interpréter les résultats obtenues dès la matière première jusqu'aux essais du produit fini, on s'intéresse des influences de la température T et de la vitesse de déformation sur les propriétés thermomécaniques du PEHD.

Pendant les essais réalisés, on a pris en considération les paramètres prépondérants qui ont le temps et la température dans l'analyse du comportement mécanique d'un polymère ; il est caractérisé par le type et l'amplitude de sa réponse aux forces extérieures appliquées et aux déformations qui en résultent.

IV.2. Explication des résultats obtenus de la matière première du PEHD :

Sachant que SABIC garantie le mélange préparé de la matière première sous forme de granulés; on a effectué les essais pratiques afin de s'assurer que la matière première fournie est identique à celle demandée.

Après effectuer les essais exigés par ISO, on a trouvé que la matière première utilisée lors la production est garantie selon les normes internationales ; Pour les 05 essais effectués, on était très proches des valeurs du fournisseur qui nous prend à la deuxième étape de vérification chapitre III.

IV.3. Explication de l'effet de la température et de la vitesse de déformation sur le comportement mécanique du PEHD :

Le PE100 comme tous les matériaux a un phénomène d'absorption d'énergie lors de la traction. La capacité d'absorption d'énergie d'un corps est définie comme l'énergie à fournir pour atteindre sa rupture. Cette énergie peut être déterminée par intégration à partir de l'aire sous la courbe contrainte-allongement correspondante jusqu'au point de rupture. Rapportée à la section normée ou au volume de l'éprouvette étudiée, elle est souvent définie comme la ténacité du matériau.

Le comportement spécifique des polymères est lié au fait que les macromolécules ne réagissent pas toujours instantanément à l'application d'une sollicitation. Les différentes chaînes moléculaires constitutives tentent de répartir les contraintes imposées en se réarrangeant physiquement jusqu'à atteindre une position d'équilibre. Si la sollicitation appliquée est trop rapide par rapport à la capacité de réarrangement des molécules, les matériaux polymères ont un comportement rigide et fragile, ceci est lié à l'incapacité des macromolécules à se réarranger dans un intervalle de temps adéquat. Dans le cas contraire, si la sollicitation est lente ; les mêmes matériaux présentent un comportement ductile est souple, en raison du temps suffisant permettant

aux chaînes moléculaires d'atteindre une position d'équilibre correspondant aux contraintes subies [29].

Ainsi, les polymères présentent un comportement fragile pour une basse température et un comportement ductile s'ils sont soumis à une température élevée. Une élévation de la température rompt la chaîne du polymère et augmente les mouvements des vibrations d'atomes ; ceci facilite les processus de réarrangement moléculaire pour avoir une position d'équilibre lors de traction.

Alors on arrivera à dire que les matériaux polymères peuvent donc se comporter de façon fragile ou ductile en jouant sur la température et la vitesse de déformation.

Dans le chapitre III, le PEHD a été soumis à l'essai de traction sous l'influence de T° de 0°C à 63°C et de vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ de $4.35 \cdot 10^{-3}$ à $10.15 \cdot 10^{-3} \cdot \text{S}^{-1}$.

Le produit en PEHD a montré un comportement le plus fragile sous l'effet de la température la plus basse $T^\circ = 00^\circ\text{C}$. Les valeurs de module d'Young E et de contrainte d'écoulement à des températures les plus basses ont été les plus élevées par rapport à celles des autres éprouvettes qui ont été soumises à la traction sous l'influence des températures plus élevées.

Ainsi le même produit a présenté un autre comportement de faiblesse pour une vitesse de déformation la plus élevée $\dot{\epsilon}_{\text{max}} = 10.15 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Les valeurs de module d'Young E , et de contrainte d'écoulement à des vitesses de déformation les plus basses ont été les plus faibles par rapport aux autres éprouvettes qui ont été soumises à la traction sous l'influence d'autres vitesses de déformation.

Inversement, le matériau a montré un comportement souple et ductile sous l'influence de la température la plus élevée dans les essais $T^\circ = 65^\circ\text{C}$. Les valeurs de module d'Young E et de contrainte d'écoulement à des températures les plus basses ont été les plus faibles par rapport aux autres éprouvettes qui ont été soumises à la traction sous l'influence de la température. Ainsi sous l'influence de la vitesse de déformation la plus faible dans les essais $\dot{\epsilon}_{\text{min}} = 4.35 \cdot 10^{-3} \text{ S}^{-1}$, le polymère a montré aussi un comportement souple et ductile mais les valeurs de module d'Young et de contrainte d'écoulement à des vitesses de déformation les plus basses ont été les plus faibles par rapport aux autres éprouvettes qui ont été soumises à la traction sous l'influence de la vitesse de déformation.

Entre les températures minimale et maximale $T^\circ = 0^\circ\text{C}$, $T^\circ = 65^\circ\text{C}$, le matériau a présenté une variation à la baisse des valeurs de ses propriétés mécaniques en terme d'effet de température; par

contre il a présenté une variation à la hausse sur ces mêmes propriétés mécaniques entre les vitesses de déformation minimale et maximale $\dot{\epsilon}_{\min} = 4.35 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, $\dot{\epsilon}_{\max} = 10.15 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

Le PEHD est un matériau thermoplastique, les liaisons entre ses macromolécules sont de types physiques, donc très sensibles à la chaleur. Lors d'une augmentation de la température, la rigidité de matériau décroît (diminution de module d'Young et sa ténacité augmente (accroissement d'allongement)). Le chauffage thermique est suffisant pour que la chaîne du polymère se déforme, ceci entraîne une augmentation de la résistance aux chocs, liée à l'élévation de l'absorption d'énergie (quand un corps absorbe de la chaleur, son énergie interne et sa température croissent).

La durée de l'essai pour $\dot{\epsilon}_{\max} = 10.15 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ est inférieure par rapport à $\dot{\epsilon}_{\min} = 4.35 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$; ceci va attribuer sur la position d'équilibre des chaînes moléculaires lors des essais de traction. Tandis qu'à faible vitesse de déformation $\dot{\epsilon}_{\min} = 4.35 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, le comportement est plus souple (module d'Young E faible) et tenace (augmentation d'allongement), l'énergie absorbée à la rupture est élevée, donc le matériau est résistant aux chocs.

Pour le changement des couleurs des éprouvettes lors l'essai de traction; sous l'influence d'une température ambiante, ce sont les zones amorphes qui se retirent en premier lieu, du fait de leurs libertés, ceci correspond à la déformation élastique. Ensuite ce sont les zones cristallines qui se retirent avec difficulté, cette déformation correspond aux déformations viscoélastiques et plastiques. Pour un certain allongement donné lors d'un étirage, les macromolécules seront orientées. Ceci va agir sur la couleur de l'éprouvette qui devient presque blanche.

Conclusion.

Ce travail est basé sur des essais expérimentaux, il a permis de compléter nos connaissances théoriques sur le PEHD et de maîtriser l'objectif réel d'un ingénieur dans une entreprise ; de savoir réagir face aux problématiques sur terrain et de penser à des solutions techniques et scientifiques les plus probables.

Toute une étude de vérification de la matière première, ainsi que l'effet de la température sur le produit était faite face à la problématique (Réclamation d'un client) qui a touché la qualité des pipes en PEHD de TUBEX; à la fin on a garanti la qualité en basant sur des essais expérimentaux.

Bien que les courbes expérimentales obtenues de traction, l'interprétation des résultats s'accorde avec l'étude des courbes réelles de la bibliographie.

Pour une vitesse de déformation constante, une diminution de la température d'essai exerce sur le comportement du PEHD un effet semblable à celui qu'exerce une augmentation de la vitesse de déformation lorsque la température d'essai est constante.

Les résultats obtenus sont parfaitement concorde avec les travaux réalisés au sein de département « Sciences et ingénierie des matériaux », Institut National Polytechnique de Lorraine, réalisés par Mr. A.DAHOUN, Mr. C.G'SELL [19] et Mr. F.ADDIEGO[50] .

L'étude réalisée nous a mené à dire que le produit de l'entreprise TUBEX est de bonne qualité et sans défauts, dans ce cas nous pouvons prévenir que le problème du client ça peut être :

- un endommagement des tuyaux lors le transport ou bien
- lors les travaux effectués de soudures bout à bout, les soudeurs ne respectent pas les conditions de soudage.
- les conditions de forage, d'emplacement ou remblayage ne sont pas respectés.

ANNEXE

Reference de l'essai de traction:

ADN pour : IANOR le 17/9/2012 - 12:31

Date livraison : lundi 14 janvier 2013 13:48:08

EN 12201-2:2011 (F)

Tableau 3 — Caractéristiques mécaniques (suite)

Caractéristiques	Exigences	Paramètres d'essai		Méthode d'essai
		Paramètres	Valeur	
		Contrainte (de paroi) circonférentielle pour : PE 40 PE 80 PE 100	2,5 MPa 4,5 MPa 5,4 MPa	
Résistance hydrostatique à 80 °C	Aucune rupture d'éprouvette pendant toute la durée de l'essai	Embouts Durée du conditionnement Nombre d'éprouvettes ^{b)} Type d'essai Température d'essai Durée d'essai Contrainte (de paroi) circonférentielle pour : PE 40 PE 80 PE 100	Type A ^{a)} Doit être conforme à l'EN ISO 1167-1 3 Eau dans l'eau 80 °C 1 000 h 2,0 MPa 4,0 MPa 5,0 MPa	EN ISO 1167-1 et EN ISO 1167-2
Allongement à la rupture pour $e_n \leq 5$ mm	≥ 350 %	Forme de l'éprouvette Vitesse d'essai Nombre d'éprouvettes ^{b)}	Type 2 100 mm/min Doit être conforme à l'EN ISO 6259-1	EN ISO 6259-1 et ISO 6259-3:1997
Allongement à la rupture pour $5 \text{ mm} < e_n \leq 12$ mm	≥ 350 %	Forme de l'éprouvette Vitesse d'essai Nombre d'éprouvettes ^{b)}	Type 1 ^{d)} 50 mm/min Doit être conforme à l'EN ISO 6259-1	EN ISO 6259-1 et ISO 6259-3:1997
Allongement à la rupture pour $e_n > 12$ mm	≥ 350 %	Forme de l'éprouvette Vitesse d'essai Nombre d'éprouvettes ^{b)}	Type 1 ^{d)} 25 mm/min Doit être conforme à l'EN ISO 6259-1	EN ISO 6259-1 et ISO 6259-3:1997
		OU		
		Forme de l'éprouvette Vitesse d'essai Nombre d'éprouvettes ^{b)}	Type 3 ^{d)} 10 mm/min Doit être conforme à l'EN ISO 6259-1	
a) Des embouts de type B peuvent être utilisés pour des essais de mise à disposition d'une campagne pour des diamètres ≥ 500 mm. b) Le nombre d'éprouvettes donné indique le nombre requis pour établir une valeur pour la caractéristique signalée dans le tableau. Il est recommandé que le nombre d'éprouvettes requis pour le contrôle de production en usine et le contrôle de procédé soit mentionné dans le plan qualité du fabricant (Pour des recommandations, voir le CEN/TS 12201-7 [3]). c) Les ruptures ductiles prématurées ne sont pas prises en compte. Mode opératoire de contre-essai, voir 7.3. d) Lorsque la pratique le permet, des éprouvettes de type 2 peuvent être utilisées pour une épaisseur de paroi ≤ 25 mm. L'essai peut prendre fin lorsque l'exigence est satisfaite, sans nécessairement poursuivre jusqu'à la rupture de l'éprouvette.				

Reference

- [1] M. Farshad, Two new criteria for the service life prediction of plastic pipes, *Polymer Testing*, 23, 2004, pp. 967-972.
- [2] U. W. Gedde, J. Viebke, H. Leijstrom, M. Ifwarson, Longterm properties of hot water polyolefin pipes- A review, *Polym. Eng. & Sci.*, Vol. 34, N° 24, 1994, pp. 1773-1787.
- [3] A. Ghanbari-Siahkali, , P. Kingshott, D. W.Breiby, L. Arleth, C. K. Kjellander, K. Almdal, Investigating the role of anionic surfactant and polymer morphology on the environmental stress cracking of high-density polyethylene, *Polym. Degrad. & Stabil.*, V.89, 2005, pp.442-453.
- [4] B. H. Choi, et al. , C. P. Bosnyak, Fracture initiation associated with chemical degradation: observation and modeling, *Int. J. Solid. & Struct.*, 42, 2005, pp. 681-695.
- [5] W. Zhao, R. Nassar, D. Hall, Design and reliability of pipeline rehabilitation liners, *Tunnelling and undergraoud space Technology*, 20, 2005, pp. 203-212.
- [6] S. Rehab-Bekkouche, W. Ghabeche, M. Kaddeche, N. Kiass, K. Chaoui, Mechanical behaviour of machined polyethylene filaments subjected to aggressive chemical environments, *Mechanika*, 77, N° 3, 2009, pp. 40-46.
- [7] J. M Piau., N. El Kissi, F. Toussaint, A. Mezghani, Distortions of polymer melt extrudates and their elimination using slippery surfaces, *Rheol. Acta*, 34, 1995, pp. 40-57.
- [8] Z. W. Guan et J. C. Boot, A method to predict triaxial residual stress in plastic pipes, *Polym. Eng. & Sci.*, Vol. 44, N° 10, 2004, pp. 1828-1838.
- [9] D. M. Hoffman et B. M. McKinley, Cristallinity as a selection criterion for engineering properties of high density polyethylene, *Polym. Eng. & Sci.*, Vol. 25, N° 9, 1985, pp. 562-569.
- [10] J. Mark., and et al., *Physical Properties of Polymers*: Cambridge University Press, 2004.
- [11] F. M. Gottfried W. Ehrenstein, *Matériaux polymères: structures, propriétés et applications*, 2000.
- [12] D. Hoagland, "The physics of polymers: Concepts for understanding their structures and behavior, by Gert R. Strobl, Springer-Verlag, New York, 1996. ISBN 3-540-60768-4," *Journal of Polymer Science Part A: Polymer Chemistry*, vol. 35, pp. 1337-1338, 1997.
- [13] M. Fontanille et al. , "Chimie et physico-chimie des Polymères",Dunod, Paris, (2002).
- [14] A.Bellel, " Traitement de surface de polymères par décharge couronne et plasma", *Thèse de doctorat*, Université Mentouri, Constantine (2004).
- [15] C. Zhong, Y. Jiang, F. Guo, P. Liu, W. Wu, J. Liao, "Effect of Humidity on Transport Mechanism in Ag/7,7,8,8-Tetracyanoquinodimethane Bilayer Films", *Japanese Journal of Applied Physics* Vol. 45, No. 4A, P. 2722–2725, (2006).
- [16] Michel Fontanille., Yves Gnanou., *Chimie et Physico-chimie Des Polymères (cours)*, 2e et 3e cycles. Dunod, Paris, 4-8, (2005).

- [17] J.Mertin et al ; „*traité des matériaux*“ ; tome 14, (2001).
- [18] Y. G. Michel Fontanille, *Chimie et physico-chimie des polymères*, 2014.
- [19] C. G'sell, "Instabilités de déformation pendant l'étirage des polymères solides," *Revue de Physique Appliquée*, vol. 23, pp. 1085 - 1101, 1988.
- [20] J. Perez, *Physique et mécanique des polymères amorphes*, Lavoisier ed.
- [21] K. Hagiwara, T. Ougizawa, T. Inoue, K. Hirata, and Y. Kobayashi, "Studies on the free volume and the volume expansion behavior of amorphous polymers," *Radiation Physics and Chemistry*, vol. 58, pp. 525-530, 6/1/ 2000.
- [22] I. H. Hall, *Structure of crystalline polymers*, Elsevier Applied Science ed., 1984.
- [23] J. Rault, *Les polymères solides - Amorphes, élastomères, semi-cristallins*, 2002.
- [24] J.-M. H. A-F. Gourgues-Lorenzon, *Matériaux pour l'ingénieur*.
- [25] L. Lin and A. Argon, "Structure and plastic deformation of polyethylene," *Journal of Materials Science*, vol. 29, pp. 294-323, 1994.
- [26] A. Blaise, "Caractérisation microstructurale d'un PEHD semi-cristallin déformé, par tomographie X et diffusion de lumière polarisée," Doctorat, Université Henri Poincaré - Nancy I.
- [27] M. F. Butler and A. M. Donald, "Deformation of spherulitic polyethylene thin films," *Journal of Materials Science*, vol. 32, pp. 3675-3685, 1997/07/01 1997.
- [28] C. Regrain, L. Laiarinandrasana, S. Toillon, and K. Sai, "Multi-mechanism models for semi-crystalline polymer: Constitutive relations and finite element implementation," *International Journal of Plasticity*, vol. 25, pp. 1253-1279, 7// 2009.
- [29] W Gottfried, F. B. Ehvenstein, *Matériaux polymères, Structure, propriétés et application*, Hermès, Paris 2000.
- [30] H. H. Kausch, N. Heymans, C. J. Plummer, P. Decroly, *Matériaux polymères : Propriétés mécaniques et physiques Principe de mise en oeuvre*. Lausanne 2001.
- [31] J. P. Courpied Delhoume, J. L. Kerboull, M. Kerboull, *Comparison of polyethylene wear in machined versus molded polyethylene in total hip prosthesis*, Rev Chir Orthop vol 86 10- 14, 2000.
- [32] R. A Brooks J. R. Sharpe, J. A Wimhurst, B. J. Myer E. N. Dawes, N. Rushton, *The effect of the concentration of high-density polyethylene particles on the bone-implant interface*, J Bone Joint Surg 82-B, 95-600, 2000.
- [33] E. Showaib, A. Moet, *Mechanistic analysis of fatigue crack initiation in medium-density polyethylene*, Journal of Materials Science; 28, 3617-3625, 1993.
- [34] J. Bost, *Matières plastiques II*, Technologie-plasturgie, Technique et documentation, Paris, 1982.
- [35] R.L.Ayres, *Basic structure / Property relationship for PE pipe resins*, Tenth plastic fuel

gas pipe symposium, AGA 1987.

[36] C. A. Naudin, *Nomenclature, Classification et formules chimiques des polymères*,

Technique de l'ingénieur, traité plastiques et composites, A 3035, février 1995.

[37] M Colombié, *Pratique des matériaux industriels, propriétés, choix, utilisation*, Volume 5,

DUNOD, Paris, juillet 2000.

[38] <http://www.totalpetrochemicals.biz/>.

[39] N. Kiass, Nouvelle approche expérimentale de la variabilité des propriétés mécaniques des tubes HDPE-80, Thèse de Doctorat, Annaba 2005.

[40] Gas Research Institute, Pipeline Statistics, Distribution and Transmission, Annual Mileage Totals, Chicago 2002.

[41] F. Akermi, *Etude de la relation entre les propriétés mécaniques et l'hétérogénéité des tubes extrudés en HDPE-100 de transport de gaz naturel par des essais de traction et d'impact mécanique*, Thèse de Magister, Annaba 2005.

[42] A. Blaga, CBD-219-F, *National research council Canada* 1982.

[43] M. Kaddeche, Etude des déformations résiduelles et des propriétés mécaniques des tubes épais en HDPE-80 et HDPE-100, Thèse de magister, Guelma 2006.

[44] <http://www.iso.com/>.

[45] Julien Cazenave, thèse de doctorat : le compromis rigidité/durabilité du Polyéthylène haute densité en relation avec la structure de chaîne, la microstructure et la topologie moléculaire issues de la cristallisation ; Institut National Appliqué de Lyon, France ; Mai 2005.

[46] H.H. Kaush, et al, *Crazing in semicrystalline thermoplastics*, Journal of macromolecular science, part B-physics, 1999, B38 (5-6).

[47] A. Peterlin, Molecular model of drawing polyethylene and polypropylene, Journal of materials science, 1971, 6(6).

[48] Gottfried W. Ehrenstein, Fabienne Montagne matériaux polymères : Structure, propriétés et applications ; Hermès science publications, 2000.

[49] F. Addiego, C. G'sell, A. Dahoun et J.M Hiver processus de la variation volumique au cours de la déformation plastique du PEHD; Laboratoire de Physique des matériaux, Ecole des mines de Nancy ; France, 13 –15 Octobre 2004.

[50] F. ADDIEGO, Caractérisation de la variation volumique du polyéthylène au cours de la déformation plastique en traction et en fluage, thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Lorraine (2006).