



Année : 2017

Faculté : Sciences de L'Ingéniorat

Département : Génie Mécanique

## MÉMOIRE

Présenté en vue de l'obtention du diplôme de: MASTER

### *Identification par DSC des caractéristiques du PEHD chargé de noir de carbone*

**Domaine Sciences et Technologie**

**Filière: Génie mécanique**

**Spécialité: Mécanique des matériaux**

**Par : Larit Hichem**

**DEVANT LE JURY**

Président :	Mr. Hmadache	U.B.M. Annaba
Directeur de mémoire :	Mme. Zemouri	U.B.M. Annaba
Examineur :	Mr. Merabtine	U.B.M. Annaba
Examineur :	Mr. Menail	U.B.M. Annaba

# Remerciements

*Je remercie tout d'abord « ALLAH » qui m'a donné la force et la patience nécessaire pour réaliser ce modeste travail.*

*Je remercie mon Encadreur*

*Mm. Z. ZEMOURI,*

*Je remercie aussi «Mr. H. HAMADACHE»,*

*Et << Mm. Zaidi>>*

*Je remercie également tous les Enseignants du Département de Génie Mécanique, et toute l'équipe de l'entreprise «ALFAPIPE» ; mes collègues ainsi que mes amis*

*Enfin, je remercie tous ceux qui m'ont aidé de à réaliser ce travail.*

Avec tout respect et amour je dédie ce modeste travail

A mes chers parents

A mon frère et mes sœurs

A tous mes amis

En souvenirs de plus beaux instants qu'on a passés ensemble

Aussi bien à tous ceux qui m'ont aidé

Merci

Hichem

## **Résumé**

Les niveaux de cristallinité et la morphologie affectent de manière significative les propriétés des polymères. Les polymères à haute cristallinité ont une température de transition vitreuse plus élevée et ont un module, une ténacité, une rigidité, une résistance à la traction, une dureté et une résistance aux solvants plus élevés, mais moins de résistance aux chocs

Pour étudier les propriétés des polymères lors du chauffage sur une certaine plage à un rythme spécifique, la technique de Calorimétrie de Balayage Différentiel (DSC) est largement utilisée

C'est une technique utilisée pour mesurer les propriétés thermiques des polymères en fonction de la vitesse à laquelle ils absorbent l'énergie thermique par rapport à un matériau de référence. Dans notre expérience, la technique DSC a été utilisée pour étudier l'influence du noir de carbone sur le processus de cristallisation. Deux polyéthylènes à pourcentage de noir de carbone différent ont été utilisés pendant l'expérience.

## **Abstract**

The levels of crystallinity and morphology significantly affect the properties of the polymers. Polymers with high crystallinity have a higher glass transition temperature and have higher modulus, toughness, stiffness, tensile strength, hardness and more resistance to solvents, but less impact strength [1]. To investigate the properties of polymers upon heating on certain range at specific rate, Differential Scanning Calorimetry (DSC) technique is widely used. It is a technique used to measure thermal properties of polymers based on the rate at which they absorb heat energy compared to a reference material. In our experiment, DSC technique was used to investigate the influence of polyethylene molecular weight on the crystallization process. Two different molecular weighed polyethylene were used during the experiment.

# Liste des figures

## Chapitre I

Figure II.1 Représentation schématique de différents types de macromolécules.....	3
Figure II.3 Polymères ramifié.....	4
Figure II.4 Polymère réticulé avec ponts reliant deux chaînes.....	5
Figure II.5 Applications des matériaux polymères.....	6
Figure II.6 Morphologie semi cristalline.....	8
Figure II.7 Structure macromoléculaire du polyéthylène linéaire (PEHD).....	9
Figure II.8 Représentation des différentes échelles structurales d'un matériau polymère.....	9
Figure 1. Organigramme de la direction générale d'alfa pipe.....	14
Figure 2 Cycle de fabrication du tube.....	15
Figure 3.2.1. Stockages des bobines.....	16
Figure 3.2.1.A. Contrôle visuel.....	17
Figure 3.2.1.B. Contrôle radioscopie.....	18
Figure 3.2.1.C. Contrôle hydrostatique.....	18
Figure 3.2.1.D. Contrôle par ultrasons.....	19
Figure 3.2.2..A.Polyéthylène.....	20
Figure 3.2.2..B. Résine Epoxy.....	20
Figure 3.2.2.C.Tube non revêtus.....	20
Figure 3.2.2.D.Tube revêtus.....	20
Figure 3.2.3.E.Résine époxy.....	21
Figure 3.2.3.F.Avant résine époxy.....	21
Figure 3.2.3.G.Après résine époxy.....	21
Figure 3.2.3.H.Tubes finals.....	22
Figure 3.2.4.A.Machin de traction.....	22
Figure 3.2.4.B.Eprouvette de traction.....	22
Figure 3.2.4.E.Polythène.....	22
Figure 3.2.4.F. Extrudeuse.....	22
Figure 3.2.4.G. Machin de pénétration.....	22
Figure 3.2.6 calorimètre différentiel à balayage.....	23

## Chapitre II

Figure II.1. Revêtement en tri-couches .....	23
Figure II.2. Exemple de réticulation d'une résine époxyde.....	24

Figure II.3. Les caractéristiques de l'époxy utilisé au revêtement.....	25
Figure II.4. Mise en œuvre industrielle du revêtement tri-couches.....	26
Figure II.5. Le séchage.....	27
Figure II.6. Le tube après le grenailage.....	28
Figure II.7. Le tube avant le nettoyage intérieur.....	30
Figure II.8. Revêtement en polyéthylène en tri-couches.....	31
Figure II.9. Refroidissement par eau.....	35
Figure II.10. Elimination de l'eau, nettoyage des extrémités des tubes.....	36
Figure II.11. Contrôle de qualité au poste final.....	39

### ***Chapitre III***

Figure III.1.Principe de DSC .....	37
Figure III.2.Capacité de chaleur .....	38
Figure III.3.Température de transition vitreuse.....	40
Figure III.4.Température de cristallinité.....	41
Figure III.5.Température de fusion.....	43
Figure III.6.courbe DSC.....	44
Figure III.7. <i>Rampe de température modulée sinusoïdalement</i> .....	48
<i>Figure III.8.DSC Modulé</i> .....	48

### ***Chapitre IV***

Figure VI.1.Machin de traction.....	48
Figure VI.1.2 Éprouvettes après l'essai.....	49

Figure VI.2.1 Courbe DSC pour PEHD neutre.....	52
Figure VI.2.2 Courbe DSC pour PEHD + 2.5% NC.....	53
Figure IV.3.1. Courbe de traction sur éprouvette du TR144 neutre.....	54
Figure IV.3.2. Courbe de traction sur éprouvette 5502+2.5% .....	55

# Liste des tableaux

## *Chapitre I*

Tableau II.1. Récapitulatif des différents types de polyéthylène.....	10
Tableau II.2. Propriétés physiques et thermiques de différents Polyéthylènes. ....	10
Tableau II.3. Les propriétés mécaniques de ces différents polyéthylènes.....	11
Tableau III.1. Paramètre de contrôle visuel.....	17

## *Chapitre VI*

Tableau <b>IV.5</b> , donne une idée sur les résultats obtenus lors des différents essais de traction.....	55
Tableau IV.6 donnent une idée sur les résultats de l'essai de traction sur quatre éprouvettes.....	56
Tableau IV.7. Résultats.....	56

## INTRODUCTION GENERALE

L'augmentation de la demande d'énergies telles que le gaz et le pétrole nécessite de plus en plus la construction de nouvelles lignes de pipelines. En effet, ces derniers, sont devenus, ces 50 dernières années le moyen d'acheminement le moins coûteux et le plus sûr pour de grandes quantités d'énergies et sur des longues distances (plusieurs centaines voire plusieurs milliers de kilomètres).

Quel que soit l'endroit que le pipeline traverse (mer ou terre), ce dernier est toujours exposé aux risques d'endommagements que ce soit par des interférences externes ou environnementales.

Il faut bien noter que la majorité des ruptures des pipelines qui se trouvent sur terre ou immergés en mer sont causées principalement par des agressions externes. Ces dernières se résument à des enfoncements, des éraflures ou aussi les combinaisons enfoncements + éraflures.

Pour remédier à ce problème et pour assurer la protection des structures, il est souvent nécessaire d'associer une procédés et qui sont la protection passive (revêtement ti couches) e, les conduites seront protégées par un revêtement externe qui a pour but d'isoler au maximum le métal du milieu corrosif et du les agressions extérieurs.

L'étude réalisée durant le Mémoires dédiée à l'analyse des éléments du revêtement extérieure des pipelines.

## I. INTRODUCTION

L'industrie est l'outil développement de chaque pays son but est la production des biens et de service.

Le secteur de l'industrie lourde est choisi pour faire le premier investissement du fait que ce secteur était considéré comme la base de tout développement industrie capable d'assurer notre indépendance économique.

Après l'indépendance en 1962, l'Algérie a lancé de grands projets économiques pour mettre en place une assise industrielle dense, avec la réalisation des (routes, autoroutes, universités, usines, etc.)

La production des hydrocarbures a joué un rôle prépondérant dans l'économie de l'Algérie indépendante et pour Les faire transportées on utilise majoritairement des tubes en acier, soudés bout à bout et revêtus par enrobage pour mieux résister à la corrosion et aux agressions chimiques ou mécaniques

Ce rapport va vous expliquer l'industrie des pipelines a l'entreprise **IMétal**, et exactement dans l'unité **ALFAPIPE**. Pour ensuite explique les étapes de l'usinage des tubes soudés en spirale est enroulée à l'aide d'une tôle en forme de spirale, qui nous permet d'obtenir un tube assemblé par un cordon de soudure de l'intérieur et de l'extérieur de la paroi. Cette technique demande de la préparation de la tôle et un réglage de la machine avec une grande précision afin d'obtenir un tube droit. Les pipes sont très employées pour le transport des fluides de longue distance << pipeline >> et l'assainissement en eau dans les villes. Pour cette raison ces pipes doivent être construites avec une qualité supérieure en tenant comptes de tous les exigences techniques du cahier de charge.

## II. Généralités sur les polymères

Les matières plastiques sont des matériaux organiques de synthèse fondés sur l'emploi des macromolécules (polymères).

### II.1. Définition d'un polymère

Un polymère est une macromolécule, organique ou inorganique, constituée d'enchaînement répété d'un même motif, le monomère (du grec mono: un seul ou une seule, et métrés : partie), relie les uns aux autres par des liaisons covalentes. Dans la macromolécule suivante



L'unité constitutive est A; elle est formée d'un groupe d'atomes qui se répète. A l'échelle moléculaire, quelques centaines de nm, la plupart des macromolécules se présentent sous forme de « fils long et souples ». Les réactions chimiques permettant de passer d'un monomère A à la macromolécule. [-A-] n s'appellent polymérisation. Ainsi, l'éthylène CH<sub>2</sub>=CH<sub>2</sub> (monomère) conduit par polymérisation par ouverture de la double liaison au polyéthylène (polymère) [-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-] n. La macromolécule peut comporter jusqu'à 50 000 atomes de carbone, et pour de nombreux polymères commerciaux la masse molaire peut atteindre 1.000.000 g.mol<sup>-1</sup>. Certaines macromolécules deviennent ainsi visibles à l'œil nu (matériaux réticules par

exemple). La synthèse d'un polymère peut être assimilée à un jeu de construction dans lequel on dispose de pièces élémentaires mono, di fonctionnelles ou de fonctionnalité strictement supérieure à 2. On appelle fonctionnalité le nombre de liaisons que la pièce est capable d'établir avec une autre pièce. Quand les motifs associés sont identiques, on parle d'homopolymère. Sinon, ce sont des copolymères : bi polymères, ter polymères sont les plus communs.

## **II.2. Type de polymère**

### ***II.2.1. Thermoplastiques***

Ils sont constitués de longues chaînes linéaires, Le moulage se fait par un changement d'état physique: solide liquide ou pâteux solide. Les thermoplastiques peuvent donc être transformés plusieurs fois, avec toutefois une baisse des caractéristiques du matériau à chaque «recyclage». Si les chaînes sont extrêmement longues (plus de  $10^6$  unités monomères, par exemple PE UHMW) ou/et présentent des forces de valences secondaires très fortes (cellulose naturelle ou PTFE), les polymères obtenus ne sont plus fusibles. Ces matériaux se distinguent par leur structure, soit amorphe, soit semi- cristalline. Les «amorphes» n'ont pas d'ordre moléculaire apparent (structure comparable à un liquide), bien qu'il existe des «amorphes orientés et non orientés» Les matériaux amorphes ne sont pas caractérisés par une température de fusion  $T_r$ , mais par une température de transition vitreuse  $T_g$  séparant le domaine dans lequel le matériau est solide et rigide (état vitreux) de celui où le matériau est à l'état caoutchouteux. Cette température caractéristique définit donc le domaine d'utilisation en température du matériau. Il s'illustre généralement par un faible retrait et une bonne stabilité dimensionnelle (PS, SAN, ABS, CA, PMMA, PC, PPO, PSU, PVC). Les «semi cristallins» ont une structure constituée de «sphéroïdes» ordonnées reliées dans une matrice amorphe. Les matériaux semi cristallins sont caractérisés par une température de fusion  $T_r$  précise. Ils possèdent généralement une bonne tenue chimique et à la fatigue dynamique, un bon écoulement, un faible coefficient de frottement et une moindre déformation en température (PE, PP, PET, PBT, PA, POM, PTFE).

### ***II.2.2. Thermodurcissables***

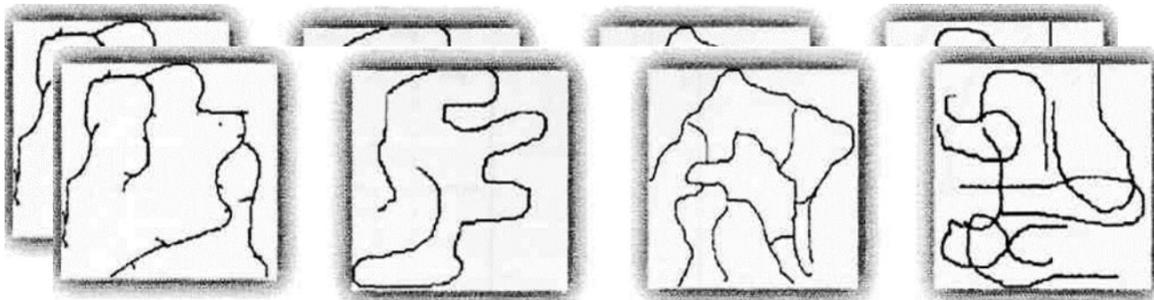
Les thermodurcissables sont des polymères réticulés, c'est-à-dire constitués d'un réseau tridimensionnel de macromolécules liées entre elles. Ces matériaux sont amorphes et caractérisés par une température de transition vitreuse  $T_g$ . Le taux final de réticulation du matériau dépendra des conditions de transformation. (UP ; PF ; EP ; PUR; MF) .

### ***II.2.3. Elastomère***

Les élastomères sont des matériaux partiellement réticulés et régis par des liaisons secondaires inexistantes à la température ambiante. Ces caractéristiques leur confèrent leur état caoutchouteux.

### II.3. Structure des polymères

Les polymères sont constitués d'enchaînements macromoléculaires organiques relativement simples. Ces matériaux peuvent être obtenus par synthèse ou par transformation de produits naturels ; Les macromolécules réunissent un grand nombre d'unités monomères, associées sous forme de chaînes et qui confèrent généralement une périodicité à l'ensemble. Le nombre d'unités monomères formant une macromolécule est si grand que le fait d'éliminer ou d'ajouter une unité ne modifie pas de façon significative les propriétés ou qualités du matériau polymère résultant. Le nombre d'atomes constitutifs des macromolécules est le plus souvent supérieur à 1000, les masses molaires varient généralement de  $10^4$  à  $10^7$  g/mol. La plupart des polymères sont élaborés à partir d'un ou de deux types de monomères seulement. Les composés macromoléculaires sont respectivement appelés homo- ou copolymères. Une macromolécule correspond à un enchaînement d'une multitude de monomères liés par l'association des atomes dans une macromolécule; ceci est dû à des forces de cohésion chimiques. Les macromolécules peuvent être liées physiquement ou chimiquement les unes aux autres. Les forces de cohésion chimiques sont jusqu'à  $10^3$  fois plus résistantes que les forces de cohésion physiques. Alors que les liaisons physiques peuvent être détruites sous l'effet de la chaleur, d'un solvant ou de sollicitations mécaniques de façon réversible, la rupture des liaisons chimiques, plus solides, est plus difficile. La figure.1 présente schématiquement différents types de macromolécules. De gauche à droite, la macromolécule apparaît linéaire non ramifiée, ramifiée, réticulée et enchevêtrée.



Ramifiée

linéaire

Réticulée

Enchevêtré

**Figure II.1.** Représentation schématique de différents types de macromolécules

#### *Polymères linéaires*

Les polymères linéaires sont constitués de grandes chaînes de monomères reliés entre eux par des liaisons covalentes. Ces macromolécules sont liées entre elles par des liaisons secondaires qui assurent la stabilité du polymère. Ces liaisons secondaires sont des liaisons ou ponts hydrogène ou des liaisons de Van

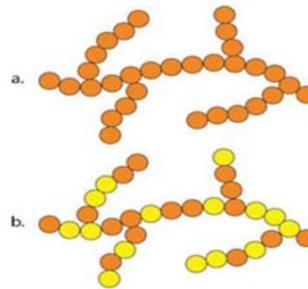
der Waas. Lorsque ces liaisons existent, le matériau devient rigide et présente un comportement de solide. Si la température s'élève, l'agitation moléculaire qui en résulte va rompre progressivement ces liaisons secondaires. Le matériau va pouvoir s'écouler sous son propre poids : il présente alors le comportement d'un liquide visqueux. La température à laquelle se produit cette évolution s'appelle la température de transition vitreuse. La transition vitreuse correspond à l'apparition de mouvements de longs segments de chaîne et marque le passage de l'état vitreux à l'état caoutchoutique.

Les propriétés mécaniques des copolymères varient en fonction du type et de la disposition des monomères. Les rotations de la chaîne sont facilitées ou au contraire rendues plus difficiles en fonction de la nature, de la disposition et de l'encombrement de chacun des monomères.

### *Polymères ramifié*

Des chaînes homos polymériques ou co-polymériques peuvent se greffer sur d'autres chaînes au cours de la polymérisation. Au-dessus de la température de transition vitreuse, ces matériaux présenteront un comportement visqueux plus marqué que les polymères linéaires.

a: Homopolymère ramifié  
b : copolymère ramifié c



**Figure II.3.** Polymères ramifié.

La réticulation correspond à la formation de liaisons chimiques suivant les différentes directions de l'espace au cours d'une polymérisation, d'une polycondensation ou d'une polyaddition, et qui conduit à la formation d'un réseau.

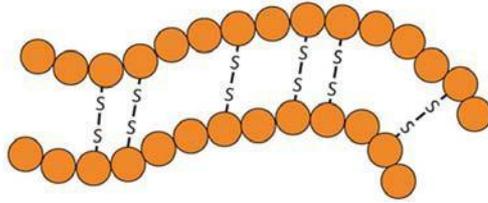


Figure II.4. Polymère réticulé avec ponts reliant deux chaînes.

## II.4. Mise en forme des polymères

Les matières plastiques thermoplastiques se ramollissent au chauffage : elles sont utilisées sous forme de poudre ou de granules. On ajoute souvent des agents de moulage, des stabilisants, des colorants, des plastifiants. La répartition homogène de ces additifs se fait par des mélangeurs (à cylindre par exemple). La mise en œuvre pour obtenir les formes désirées est réalisée par extrusion, moulage par injection, moulage avec soufflage, ou encore moulage avec compression. Le calandrage permet de faire des feuilles ou des plaques .

Pour les polymères thermodurcissables, le chauffage, la mise en forme et la polymérisation provoquant la synthèse et le durcissement du polymère, ont lieu simultanément; le moulage en compression est très souvent utilisé. Les élastomères sont mis en œuvre de façon similaire aux thermodurcissables: on chauffe et on comprime dans un moule un mélange d'élastomère et d'agent de vulcanisation (réticulation). On peut produire des fibres de polymères en forçant le polymère fondu ou en solution à traverser de filières (petits trous). Les fibres formées sont torsadées pour faire un fil puis tissées pour faire une étoffe. On peut produire des mousses en générant des bulles (CO<sub>2</sub>) au sein du polymère fondu ou de la résine en train de polymériser lors de sa fabrication.

## II.5. Utilisation des polymères

Les polymères sont de plus en plus utilisés dans des applications diverses et variées. Ils sont aujourd'hui une meilleure alternative dans les domaines où seul le métal était utilisé. Les matériaux polymères permettent d'améliorer les procédures de fabrication et de répondre ainsi à des besoins spécifiques des utilisateurs. Du fait de la grande diversité de leurs propriétés physiques, les matériaux polymères trouvent de nombreuses applications, que ce soit dans des produits courants ou exotiques, et sous la forme de fibres, d'élastomères, d'adhésifs ou de revêtements. Les propriétés finales de ces matériaux dépendent inévitablement de la composition chimique du polymère, mais également de sa structure physique, ou conformation . A titre d'exemple le PMMA est un polymère rigide possédant d'excellentes qualités optiques. Il est entre autres utilisé pour les prothèses dentaires, les cristallins artificiels, les enseignes, les meubles design, les accessoires de sécurité, les biberons...etc. Il est également connu sous les appellations Plexiglas, Altuglas, Lucite ou simplement verre acrylique; les premières lentilles de contact étaient élaborées en

PMMA. Toutefois, la rigidité du matériau les rendait impropres à leur usage (irritation, faible perméabilité aux gaz). Le PMMA a donc été remplacé dans un premier temps par des copolymères PMMA-Silicone pour des lentilles semi-rigides perméables aux gaz. Les lentilles souples sont faites à partir d'hydrogels de poly (méthacrylate de 2-hydrox éthyle) réticulé (PHEMA). Ce dernier, grâce au groupement hydroxyle et à la réticulation avec du dia méthacrylate d'éthylène glycol est hydrophile sans être soluble.

Les élastomères synthétiques sont obtenus par polymérisation ionique coordonnée (EPR, EPDM..). L'élastomère le plus connu est le caoutchouc naturel. Ils sont appréciés pour leur grande incompressibilité, leur grande déformabilité et leur caractéristique rebond. Ainsi, les élastomères synthétiques sont utilisés comme joints d'étanchéité (silicone, acrylique), comme colle (polychloroprene plus connu sous le nom commercial néoprène ou comme absorbeurs de chocs. L'un de ces absorbeurs de choc est le SBR, un copolymère styrène-butadiène. Les propriétés mécaniques des élastomères sont améliorées par la vulcanisation qui consiste à introduire un nombre raisonnable de ponts covalents entre les chaînes du polymère. Les pneumatiques sont composés d'un mélange de caoutchouc naturel, de caoutchouc synthétique, d'agents de vulcanisation (contenant du soufre), d'accélérateurs de vulcanisation, et d'additifs. L'un des caoutchoucs synthétiques les plus utilisés est un copolymère Styrene-Butadiene comportant 15% molaires de styrène (SBR = Styrene-ButadieneRubber)



Thermoplastiques



Thermodurcissables



Elastomères

**Figure II.5.** Applications des matériaux polymères.

## II.6. Polymères semi cristallins

Le comportement des polymères à l'état solide par opposition à l'état caoutchoutique ou encore visqueux résulte des deux formes d'organisations que peuvent adopter les chaînes macromoléculaires, à savoir celles du cristal et du verre.

Dans un cristal, les chaînes de polymères sont organisées selon un ordre tridimensionnel tandis que, dans un verre, où seul un ordre courte distance prévaut, les chaînes macromoléculaires sont par essence à l'état amorphe. Tous les polymères ne se prêtent pas à la cristallisation : seules les chaînes caractérisées par une structure conformité régulière et symétrique ou celles porteuses de groupes capables d'interactions intermoléculaires fortes (liaisons hydrogène), sont sujettes à former des zones cristallines. Les chaînes macromoléculaires s'assemblent dans ces zones cristallines selon le principe de l'encombrement minimal et de l'état énergétiquement le plus stable. Le processus de cristallisation implique, en réalité, trois niveaux d'organisations :

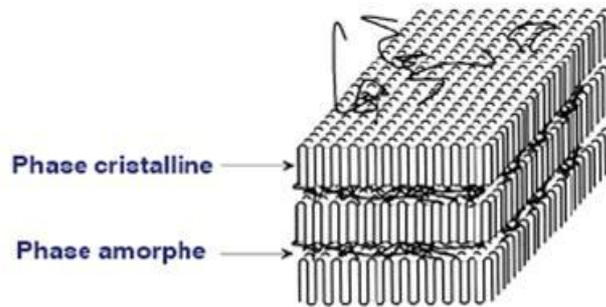
Maille cristalline, unité structurale de base, reflet de la conformation de la chaîne et de sa position par rapport aux chaînes voisines ;

Lamelle cristalline, correspondant à l'état d'association supérieur, formée de chaînes repliées en forme d'accordéon. L'épaisseur de ces cristallites est de l'ordre de 10 à 20 nm

Textures à symétrie circulaire telles que les sphérolites, issues de l'association de cristallites, dont la taille est de l'ordre du millimètre.

Les cristallites sont des entités qui se forment par refroidissement des polymères à l'état fondu. La structure lamellaire est là encore la caractéristique qui prévaut, mais, à la différence des monocristaux, ces cristallites sont de plus petites dimensions et surtout, jouxtent des régions amorphes. Cristallites et zones amorphes ne constituent pas toujours des entités isolables. On parle, dans ce cas, de polymères semi cristallins. Les dimensions de ces cristallites sont de quelques dizaines de nanomètres. Leur proportion volumique peut être très élevée pour des échantillons hautement réguliers tels que le polypropylène isostatique et très faible; voire négligeable pour des polymères ne présentant pas une grande régularité configurationnelle. Le taux de cristallinité de l'échantillon est défini à partir des mesures de la proportion relative des motifs unitaires entrant dans la constitution des cristallites et dépend de la méthode de mesure utilisée. Ce taux de cristallinité est influencé non seulement par la structure moléculaire de l'échantillon, mais aussi par les traitements thermiques qu'il a subis. L'influence du taux de cristallinité sur les propriétés physiques et mécaniques des polymères synthétiques est extrêmement importante.

Enfin, une macromolécule ne pouvant jamais être entièrement régulière, à cause des extrémités de chaîne qui sont obligatoirement différentes du reste du polymère, on comprend alors qu'un polymère ne peut jamais être 100% cristallin.



**Figure II.6.** Morphologie semi cristalline.

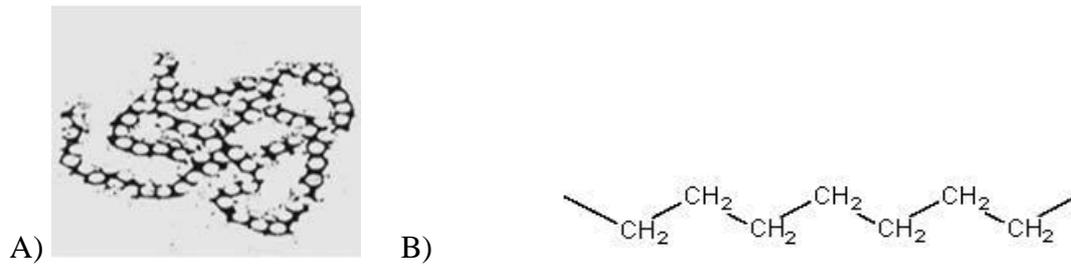
## II.7. Polyéthylène PE

Le Polyéthylène est un nom générique utilisé afin de décrire les polyoléfines issues de la polymérisation de l'éthylène. Ce sont probablement les polymères les plus couramment utilisés, en effet ils sont employés pour la fabrication des sacs plastiques, des bouteilles d'emballage et de certains jouets. Il en existe de nombreux types mais ceux-ci sont généralement classés dans deux grandes familles qui se définissent en fonction de leur masse volumique :

polyéthylènes basse densité ou PE-BD :  $0,92 \text{ g/cm}^3 < \rho < 0,94 \text{ g/cm}^3$ .

polyéthylènes haute densité ou PE-HD :  $0,95 \text{ g/cm}^3 < \rho < 0,97 \text{ g/cm}^3$ .

Le polyéthylène (PE) possède l'une des structures chimiques les plus simples de tous les polymères. La figure II.7. Présente le modèle d'un segment macromoléculaire de polyéthylène (PE-HD) ; la chaîne est dans la réalité environ dix fois plus longue. Les atomes d'hydrogène (petit diamètre) sont liés latéralement aux atomes de carbone (grand diamètre), ce qui confère une allure en zigzag à la macromolécule. En réalité et comme précisé précédemment la macromolécule - sans entrave causée par exemple par d'autres macromolécules - n'est pas « allongée » mais enchevêtrée sous forme de pelote. La figure II.7 montre la disposition spatiale des atomes dans la macromolécule de PE au moyen d'un modèle moléculaire.



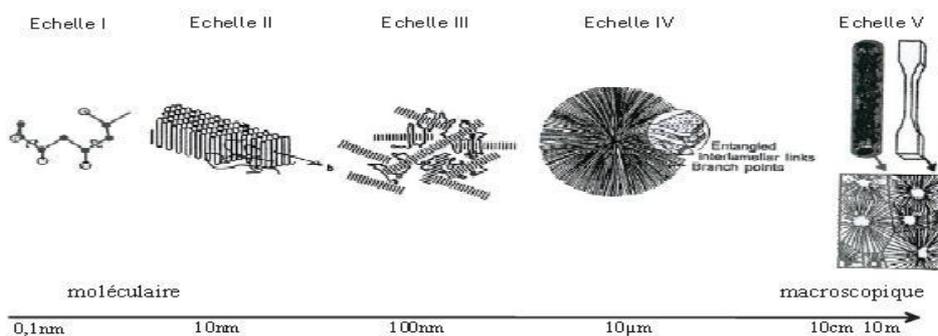
a)-Schéma de la structure d'une chaîne et disposition spatiale des atomes

b)-Modèle d'un segment macromoléculaire

**Figure II.7.** Structure macromoléculaire du polyéthylène linéaire (PEHD).

*Description multi échelles de la structure du polyéthylène*

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



**Figure II.8.** Représentation des différentes échelles structurelles d'un matériau polymère.

Les polyéthylènes sont des semi- cristallins obtenus par la polymérisation de l'éthylène. L'éthylène est polymérisé en présence d'un co-monomère. La nature et la concentration du co-monomère influent sur la densité et les caractéristiques mécaniques des polymères. Il possède une excellente résistance aux agents chimiques et aux chocs. Dans la famille de polyéthylène les produits se différencient par leurs structures

moléculaires issues de leurs modes de synthèse:

Polyéthylène Haute Densité	Polyéthylène Basse Densité	Polyéthylène Basse Densité Linéaire	Polyéthylène Moyenne Densité	polyéthylène ultra haut masse molaire
PEHD	PEBD	PEBDI	PEMD	PE-UHMW

**Tableau II.1.** Récapitulatif des différents types de polyéthylène.

## II.8. Cristallinité Du Polyéthylène A Haute Densité

Le PEHD est un polymère semi cristallin. L'introduction de branchements courts dans la chaîne carbonée, favorisant l'encombrement stérique, abaisse la masse volumique du PE-HD et sa cristallinité. Le taux de cristallinité peut être mesuré par analyse thermique différentielle, diffraction des rayons X, spectroscopie infrarouge. Les contrôles de routines porteront essentiellement sur la mesure de la masse volumique standard (MVS). L'échantillon est une pastille de polyéthylène moulée dans des conditions rigoureuses de pression ( $510 \text{ N/cm}^2$ ), de température et de programme de refroidissement ( $14^\circ\text{C} / \text{min}$ ). La mesure est faite à l'aide d'une balance hydrostatique selon la norme ISO 1183.

## II.9. Propriétés Du Polyéthylène A Haute Densité

Les propriétés du polyéthylène haute densité dépendent :

Des paramètres structuraux: cristallinité, masse volumique et distribution des masses molaires.

Des conditions de mise en œuvre.

De paramètres d'utilisation : charge ; température.

*1. propriétés physiques et thermiques sont présentées dans le tableau suivant :*

propriétés	PEHD	PEBD
Masse volumique (g/cm <sup>3</sup> )	0.955 - 0.970	0.915 - 0.935
Transition vitreuse (°C)	-110	-110
Température de fusion à l'équilibre thermodynamique (°C)	128 - 135	110 – 120

**Tableau II.2.** Propriétés physiques et thermiques de différents Polyéthylènes.

## 2. Propriétés mécaniques

A la température ambiante, le polyéthylène est un matériau biphasique dont l'une des phases est un élastomère amorphe, l'autre étant constituée de cristallites rigides. Ses propriétés mécaniques à l'état solide vont dépendre de plusieurs paramètres :

- ✓ proportion des deux phases
- ✓ perfection des cristallites
- ✓ ténacité de la phase amorphe
- ✓ cohésion entre les deux phases et entre les cristallites (molécules de liaison).

Ces paramètres sont directement liés à la structure des chaînes, à savoir, à leurs longueurs, à la répartition moléculaire, au nombre de ramifications, à leur nature, leurs longueurs et leur répartitions. Le taux de cristallinité dépendra donc du taux de ramification de la chaîne. Plus les ramifications seront nombreuses et longues, plus les taux de cristallinité seront faibles, puisqu'elles gêneront la réorganisation des chaînes macromoléculaires. Le tableau II.3. Présente les propriétés mécaniques de ces différents polyéthylènes.

Propriétés	PEHD	PEBD		PEBDI	
		Film	Plaquette	Film	Plaquette
Contrainte Au Seuil D'écoulement- Traction (Mpa)	25-30	8-15.5	7-10	9-20	10-20
Résistance Rupture (Mpa)	30 - 35	9-23	8-10	20-30	10-13
Allongement rupture %	800-1100	200-500	190-280	200-600	210-550
Dureté shore D	66	40-4	40 -47	46-63	46-63

**Tableau II.3.** Les propriétés mécaniques de ces différents polyéthylènes.

### II.10. Structure chimique et cristallinité du PEHD

#### Propriétés physiques

Le mode de polymérisation influe sur le taux de cristallisation. Les ramifications gênent l'arrangement macromoléculaire, car plus ils augmentent plus le polyéthylène est moins cristallin. Les polyéthylènes d'un aspect blanc et d'un toucher cireux sont opaques à grande épaisseur et transparents en film. Leur perméabilité aux hydrocarbures diminue lorsque la cristallisation augmente puisque le volume libre inter macromolécule diminue limitant ainsi pénétration du diffusant.

## Propriétés mécaniques

Ces matériaux partiellement cristallins, sont à 23°C au-dessus de leur température de transition vitreuse, donc leur phase amorphe sera caoutchoutique. Ceci sera sensible à l'eau et

Va se répercuter sur les propriétés mécaniques. Cette influence sera d'autant diminuée que la phase amorphe est réduite (le matériau est donc plus cristallin). On remarque que le PEBD est plus sensible au fluage à température ambiante que le PEHD qui est plus cristallin et que la souplesse du PEHD à température ambiante permet d'en faire des gaines des tuyaux souples. On constate aussi que le module d'élasticité du PEHD est plus grand que celui des PEBD mais à un allongement à la rupture plus petit. Le poids moléculaire par contre à une très grande influence sur les propriétés mécaniques. Le polyéthylène est très influencé par l'orientation des macromolécules. Quand les macromolécules sont orientées dans le sens de l'effort les propriétés mécaniques sont améliorées. Ce qui pousse les producteurs à les orienter dans ce sens. Et cela par deux moyens :

- Le premier consiste à orienter les macromolécules à l'état fondu lors de la mise en œuvre par extrusion. Ce qui entraîne l'augmentation de la cristallinité. On peut prévoir cette orientation à l'injection, en choisissant le point d'injection, c'est-à-dire le mode d'alimentation et d'écoulement dans le moule.
- Le second se réalise par étirage mécanique de fils ou bandelettes pour les rendre plus résistantes. On peut les étirer dans deux directions (bi-axiales). Il s'agit alors d'une orientation de macromolécules pelotonnées dans la phase amorphe.

Les polyéthylènes refroidis rapidement (trempe), moins cristallins seront moins sensibles aux chocs. La plupart des essais de chocs se terminent sans rupture d'éprouvettes. N'empêche que pour ces polymères cristallins, il faut éviter les entailles diminuant la résistance aux chocs et prévoir des congés arrondis au fond des rainures et arêtes internes.

Le polyéthylène est un matériau hautement résistant à l'abrasion, et a donc de bonnes propriétés de frottement surtout sous forme injectée.

## Propriétés chimiques

Ils ont en général une bonne stabilité chimique et à des températures inférieures à 60°C, ils sont insolubles. Les acides, les bases et les solutions de sel ne les attaquent pas d'où leur utilisation en vaisselle de chimie. Leur insolubilité même sous forme de film les rend utilisables dans des applications alimentaires (emballage, bouteilles de lait). Ils sont sensibles aux fissurations sous contraintes dans un milieu de savon, d'alcool et de détergent, donc un peu perméables aux solvants à l'état naturel. En présence d'oxygène (air), ils sont affectés par les ultraviolets et pour leur éviter cela, on les charge de 2 à 3% de poudre de carbone. Ils sont combustibles mais supportent la chaleur jusqu'à 110 à 120°C s'ils ne sont pas chargés. La contrainte diminue leur teneur à la température.

### III. PRESENTATION DU LIEU DE STAGE

ALFAPIPE est une entreprise spécialisée dans la fabrication des tubes pour canalisations d'hydrocarbures et d'hydrauliques. Elle dispose d'un système management qualité assurant la conformité du produit selon les normes internationales AP1 et ISO9001 depuis 2000.

Située à 15 Km d'Annaba ALFAPIPE est spécialisée dans la fabrication de tubes soudés en spirale destinés pour l'industrie des hydrocarbures (gaz et pétrole) et leurs revêtements (extérieur et intérieur).

ALFA PIPE a pour rôle de produire des tubes soudés en spirale à partir des bobines de tôles. La gamme de tubes fabriqués varie en diamètre entre 16 pouces (406.4 mm), et 52 pouces (1320.8 mm). Actuellement, la plupart des commandes concerne des tubes 48 pouces (1219.2 mm) et de longueur entre 9 à 12 m. Le tube soudé en spirale est obtenu à partir d'un formage à froid d'une bobine d'acier, conformément aux normes API 5L et NFA 49150. La production des canalisations soudées est soumise à plusieurs exigences.

Conformément aux spécifications, les tubes sont fabriqués par soudage automatique à l'arc immergé à partir de feuillards. Le métal devra être de bonne qualité notamment en ce qui concerne sa

Résistance au vieillissement. La qualité du matériau importé sous forme de bobine est vérifiée dans un laboratoire qualifié.

C'est aujourd'hui :

- Une prestation de qualité : un tube revêtu livré sur site pour éviter les aléas de manutention et de stockage intermédiaire;
- Un partenariat actif avec SONATRACH et les compagnies étrangères associées (Thyssen crupp, Arcelor, Lincoln...etc.).
- Une ferme volonté de conforter sa place de leader de production de tubes par la recherche de nouvelles formes d'association et par le renforcement de son processus de modernisation

Le tube soudé en spirale est obtenu à partir d'un formage à froid d'une bobine d'acier, conformément aux normes API 5L et NFA 49150.

La soudure des bords est faite en automatique à l'arc émergé sous flux, l'une à l'intérieur, l'autre à l'extérieur.

Organigramme de la direction générale d'alfa pipe

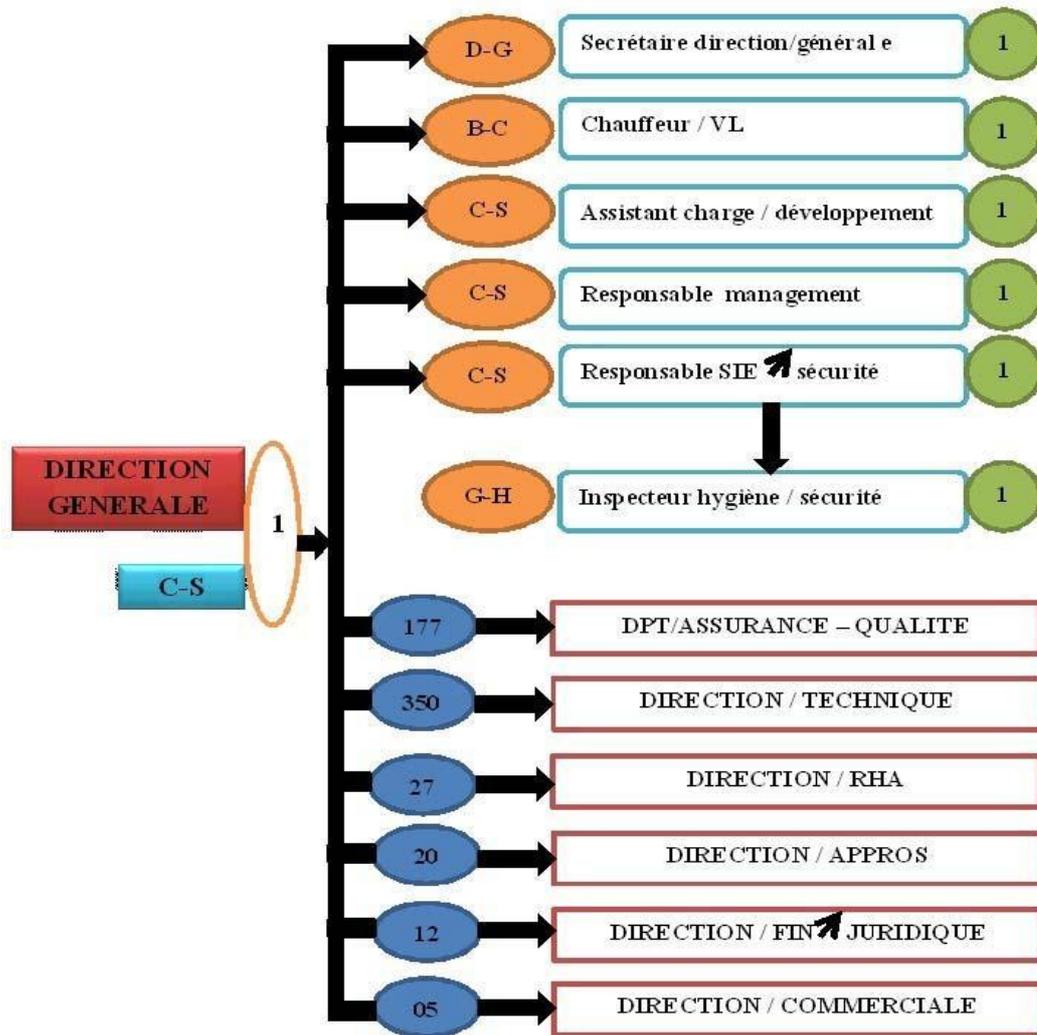


Figure 1 : Organigramme de la direction générale d'alfa pipe

## IV. PROCESS DE FABRICATION

### 3.1. Introduction

Les tubes sont obtenues à partir des bobines laminés à chaud de tonnage 10 à 30 tonnes et d'une largeur 600 à 1800 mm, selon le diamètre du tube.

Les bobines sont déroulées planées, et formées en hélice puis soudées à l'arc immergé sous flux en deux passes successives sur une même machine dite machine à souder en spirale.

La qualité des tubes soudés en spirale fabriquer par ALFA PIPE est basé sur le contrôle dès la réception de la matière première (bobine) jusqu'au produit fini (tube) en suivant la norme Américaine API 5L, en passant par plusieurs étape de contrôle. [18]

### 3.2. Cycle de fabrication du tube

La fabrication des tubes spirale peut être subdivisée en opérations principales suivantes :



*Figure 2A. Stockage bobines*



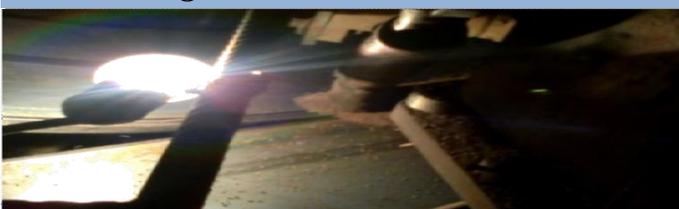
*Figure 2B. Préparation bobines*



*Figure 2C. Entrée bobine*



*Figure 2D. Préparation arêtes*



*Figure 2E. Soudure intérieure*



*Figure 2F. Soudure extérieure*



*Figure 2G. Coupe du tube*



*Figure 2H. Nettoyage de tube*

*Figure 2 Cycle de fabrication du tube*

### 3.2.1. Contrôles non destructifs (CND)

#### 🚧 Contrôles des bobines

Cette identification permet d'assurer la traçabilité du produit réceptionné. Les bobines non conformes sont isolées avec un marquage spécifique.

Un contrôle à la réception des bobines est effectué sur la base des spécifications techniques (forme, dimensions, défauts de surface tels que les empreintes et les griffures), de la liste de colisage et la spécification des bobines dans le but de s'assurer la conformité des bobines reçues avec les documents d'accompagnement.

Un second contrôle des documents d'accompagnement (certificats d'analyse chimique et mécaniques) établis par le fournisseur. Les bobines conformes sont saisies sur une liste de réception, et sont identifiées par un marquage indélébile comportant : Numéro de la bobine, Numéro de la coulée et la nuance de l'acier, Poids de la bobine, Dimensions, Nom du fournisseur, Identification du projet.



*Figure 3.2.1. Stockages des bobines*

#### 🚧 Contrôles des tubes

Ces contrôles concernant le métal de base et le cordon de soudure. Ils ont pour but de mettre en évidence des défauts soit directement (visuel) soit indirectement par leurs effets (visuel, magnétoscopie, ultrasons, radiographié...). Ces défauts sont de types

- ✓ Défauts admissibles (soufflures sphériques ou allongées, coupe d'arc...).
- ✓ Défauts non admissibles (manque de pénétration, fissures, caniveaux...).

La conformité des tubes est vérifiée à la fin de l'opération de fabrication et avant leur acheminement vers le parc par différents moyens de contrôle.

#### 🚧 Procédures de contrôle des tubes

Ces contrôles concernent le métal de base et le cordon de soudure. Les étapes de contrôle sont les suivants :

### A. Contrôles Visuels

L'examen visuel est le plus simple et le premier des contrôles devant être mise en œuvre. Il permet de déceler les défauts de formes aux autres défauts débouchant en surface des joints soudés. L'inspection est faite sous un niveau d'éclairage d'au moins de 350 lux. L'évaluation métrologique des tubes soudés à l'arc sous flux en poudre comporte les paramètres suivants :

PARAMETRE	METHODE DE MESURE
Diamètre (mm)	Micromètre (ruban gradué)
Epaisseur de la paroi (mm)	DM2 (micromètre)
Longueur (mm)	Double décimètre
Rectitude (mm)	Fil à plomb et règle
Equerrage des extrémités de tube (mm)	Equerre
Effet de toit (mm)	Comparateur
Dénivellation (décalage de soudure) (mm)	Comparateur
Hauteur du cordon de soudure (mm)	Calibre d'élévation
Largeur de cordon de soudure (mm)	Règle
Angle de chanfrein (mm)	Compas de chanfrein réglable
Talon de chanfrein (mm)	Règle
Enfoncement (mm)	Règle

**Tableau I.1. Paramètre de contrôle visuel.**

**Remarque :** la masse de tube balance (kg).



**Figure 3.2.1.A. Contrôle visuel**

Pour la traçabilité un dossier film est instauré pour chaque tube. Les contrôles par radiographie sont confiés à un personnel certifié niveau2 (COFREIND niveau2).

## B. Contrôle Radioscopie

Domaine d'application de la Radioscopie

Ce contrôle est basé sur l'absorption différentielle du rayonnement X ou gamma. Les différences de rayonnement émergeant de la pièce engendrent sur le film une « image latente » qui sera ensuite révélée par voie chimique. [17]

Le contrôle radiographique des soudures est effectué dans deux chambres a rayon X. le cordon de soudure est visualisé en totalité par radioscope. Toute fois le repérage de défaut est sanctionné par une prise de clichés.

Un marquage indélébile repère l'endroit du défaut. Le contrôle des réparations et des indications de l'ultrason ainsi que les extrémités des tubes est réalisé au niveau de la chambre à radiographie.



*Figure 3.2.1.B. Contrôle radioscopie*

## C. Contrôle par Hydrostatique

Chaque tube subit l'épreuve hydrostatique au niveau de l'installation relative à ce test (banc d'épreuve hydrostatique) avant tout test non destructif final.

Les tubes sont testés à 90% de leur limité élastique selon API 5L et la spécification du client, en respectant la réglementation algérienne (DDP). Chaque tube doit être maintenu à la pression d'essai à 118 bars pendant au moins 15 secondes. Les étapes de l'épreuve sont enregistrées automatiquement à l'aide des courbes.

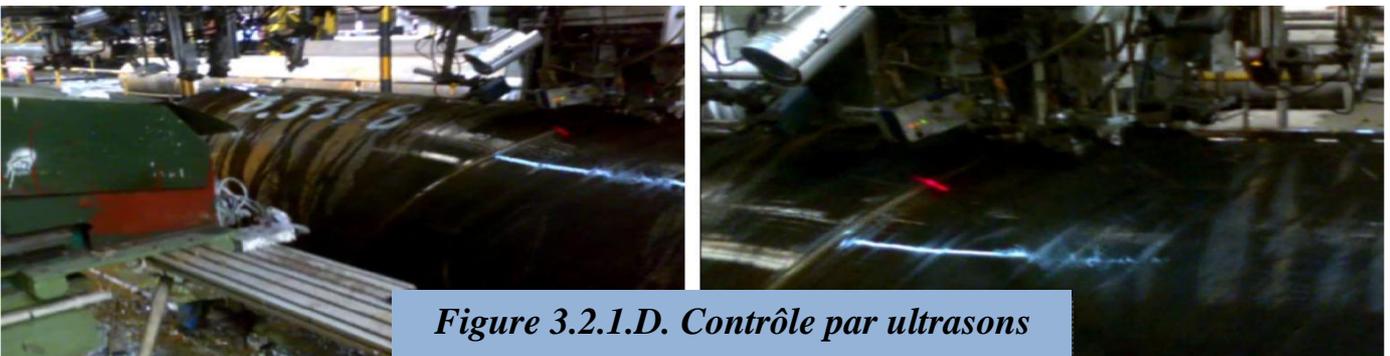




*Figure 3.2.1.C. Contrôle hydrostatique*

#### **D. Contrôle par ultrasons**

Le contrôle par ultrasons est réalisé sur le cordon de soudure, le métal de base et les extrémités du tube afin de détecter tout défaut. Les résultats du contrôle sont enregistrés automatiquement sur PC et imprimé sur papier (rapport Ultrason ou numéro du tube y est reporté ; les indications des défauts sont affichées d'une manière acoustique et optique). Pour contrôler la fiabilité de l'installation ultrasonique, un tube étalon est passé périodiquement en contrôle début et fin de chaque poste de travail, l'inspecteur s'assurera que tous les défauts artificiels créés sur ce tube sont repérés lors du contrôle



*Figure 3.2.1.D. Contrôle par ultrasons*

#### **E. Contrôle final**

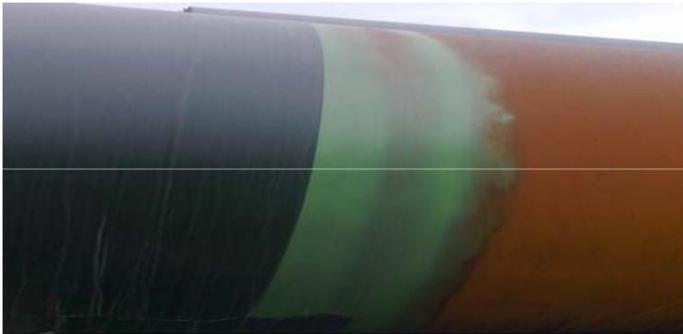
C'est un contrôle visuel dimensionnel qui consiste en un contrôle interne et externe de chaque tube en contrôlant les renseignements mentionnés sur la carte tube. Le tube est alors réceptionné ou classé, un numéro séquentiel lui sera attribué. Le contrôleur final veille au marquage des tubes selon la procédure en cours.

### 3.2.2. Contrôles destructifs (CD)

Les contrôles destructifs des tubes soudés en spiral viennent consolider la qualité du produit fabriqué par ALFAPIPE. Son laboratoire d'essais mécaniques dispose d'équipements fiables étalonnés périodiquement. Les différents essais destructifs réalisés sur un anneau de tube sont des essais mécaniques (traction, dureté, pliage, résilience), des analyses chimiques et des observations macrographiques.

### 3.2.3. Revêtement extérieur

En polyéthylène en tri couches



Domaine d'application

- ✓ Canalisation enterrée ou posée en surface
- ✓ Canalisation émergée en eau douce ou salée



*Figure 3.2.2..A. Polyéthylène*



*Figure 3.2.2..B. Résine Epoxy*



*Figure 3.2.2.C. Tube non revêtus*



*Figure 3.2.2.D. Tube revêtus*

Le revêtement est constitué de

- ✓ Une couche de résine époxydique appliquée par pulvérisation électrostatique de 50-80 microns d'épaisseur.
- ✓ Une deuxième couche en copolymère destiné à assurer l'adhérence polyéthylène.

- ✓ Une couche de polyéthylène extrudé.

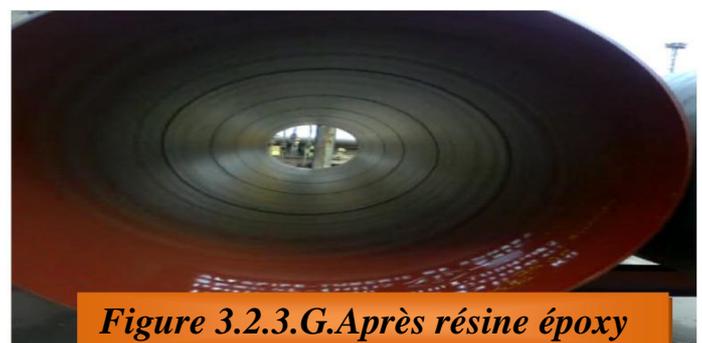
Les avantages du revêtement extérieur en polyéthylène se caractérisent par une grande inertie chimique, une excellente adhérence de revêtement sur le corps de l'acier.

### 3.2.4. Revêtement intérieur

Le revêtement intérieur en résine époxy s'applique sur les tubes destinés au:

- ✚ Transport et à la distribution du gaz sec.
- ✚ Transport du gaz humide, d'eau potable brute et industrielle.

L'aspect du revêtement est brillant, lisse et répond aux exigences de la norme API RP 51 et au standard AWWC210.





*Figure 3.2.3.H. Tubes finals*

Un apport au réseau d'une résistance fiable vis à vis des sols agressifs et des courants vagabonds.

**3.2.5. Essais réalisés**

**A) Essai de traction**



*Figure 3.2.5.A. Machin de traction*



*Figure 3.2.5.B. Eprouvette de traction*

**B) Essai de fluidité**



*Figure 3.2.5.E. Polythène*



*Figure 3.2.5.F. Extrudeuse*

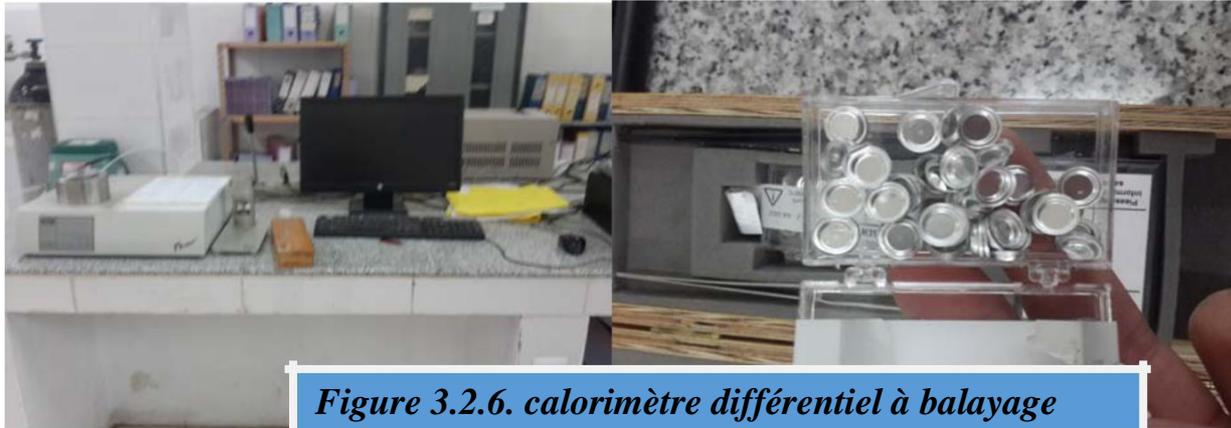
**C) Essai de pénétration**



*Figure 3.2.5.G. Machin de pénétration*



D) Calorimètre différentiel à balayage



**Introduction :**

Le revêtement tri-couche des tubes en acier utilisé dans l'industrie du pétrole et de gaz, est successivement composé d'une couche d'époxy (Ep), d'une couche d'adhésif, et d'une couche de Polyéthylène Haute Densité (PEHD).

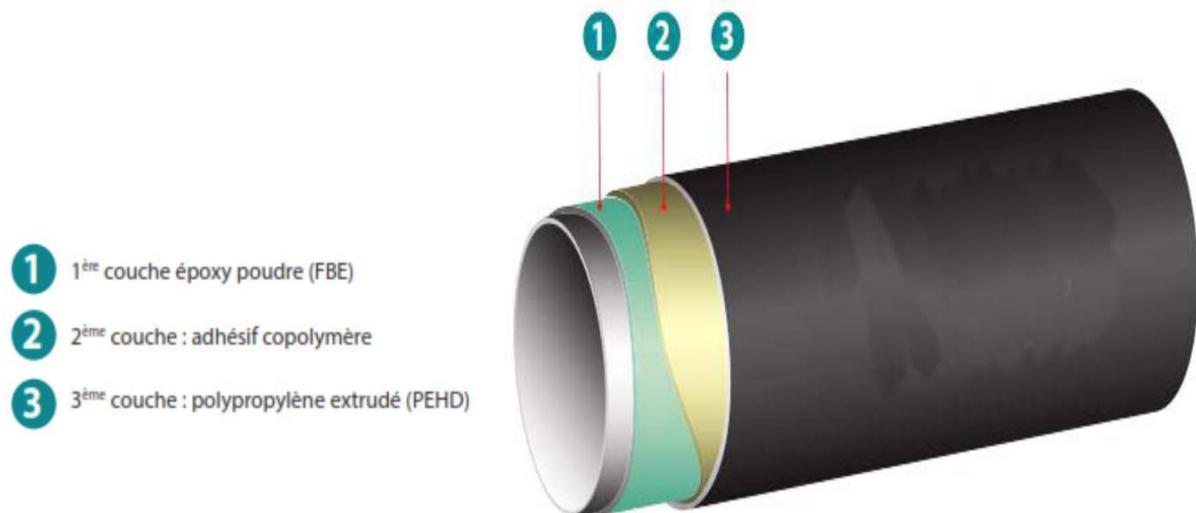
Chacune de ces couches assure une fonction particulière au sein du collage :

- La couche d'époxy sert essentiellement de primaire d'adhérence.
- La couche d'adhésive qui lui permet d'optimiser le collage mutuel des matériaux de part et d'autre de l'assemblage (Ep et PEHD).
- La couche de PEHD, déposée en forte épaisseur par rapport aux autres matériaux, assure quant à elle la fonction de revêtement protecteur épais.

**Réaliser une protection physique :**

Cela consiste à isoler la pièce de l'environnement : Il s'agit dans ce cas de l'enrober complètement par exemple par une couche de peinture ou de matière plastique.

Dans cette partie, nous proposons d'examiner les procédés de revêtement de tubes dans les conditions usine. C'est le cas de l'opération d'enrobage de tubes provenant directement de la tuberie spirale. Cette opération est destinée à protéger le tube à un niveau de 95%. De nos jours les matériaux d'enrobage ont évolué et au lieu du brai de houille on fabrique des polymères spécialement destinés à ces fonctions et qui résistent au-delà d'une cinquantaine d'années. En règle générale, ils sont livrés par camion et déposés sur la grille d'entrée au moyen d'engins de manutention. il faut respecter sur ce point les prescriptions de stockage intermédiaire du fabricant de tubes.



**Figure II.1. Revêtement en tri-couches**

#### CARACTERISTIQUES TECHNIQUE DU REVETEMENT

<b>Type de revêtement extérieur</b>	<b>PE 3 couches</b>
<b>Norme de référence</b>	En iso 21809-1
<b>Méthode d'application</b>	Extrusion a chaud
<b>Couleur</b>	<b>Noire</b>
<b>Sablage</b>	sa 2,5
<b>Préchauffage</b>	180°C à 200°C
<b>Première couche</b>	Époxy poudre
<b>Deuxième couche</b>	Adhésif polyoléfine
<b>Troisième couche</b>	Polyéthylène épaisseur totale 1,8 à 4,7

## Les polymères utilisés dans le revêtement tri-couches

### 1-L'époxy

Les résines époxy sont des polymères thermodurcissables ayant la particularité de durcir irréversiblement sous l'effet de la température ou par adjonction d'un réactif

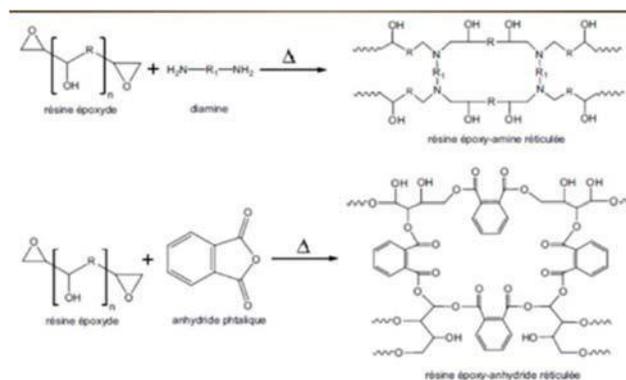
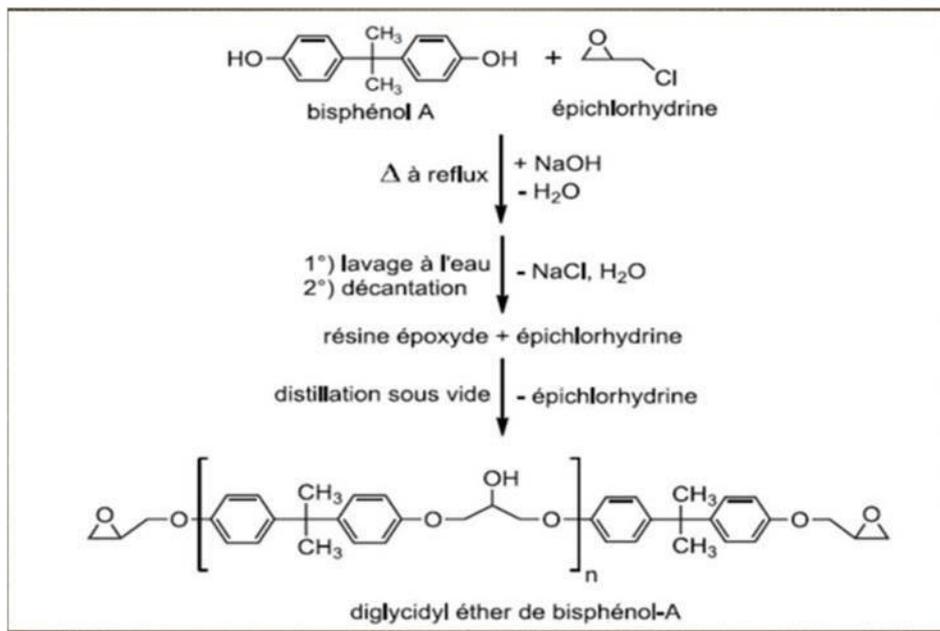


Figure II.2.Exemple de réticulation d'une résine époxyde

### Les caractéristiques de l'époxy utilisé au revêtement

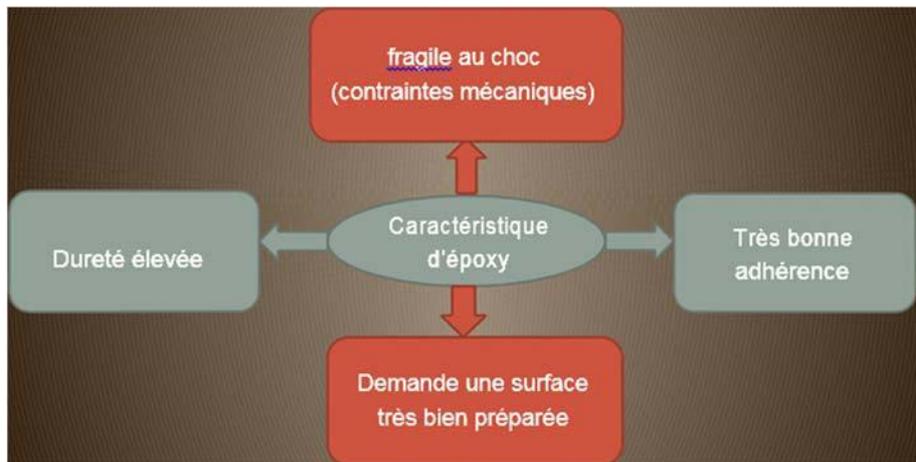


Figure II.3. Les caractéristiques de l'époxy utilisé au revêtement

### 2-Le Polyéthylène haute densité:

Le PEHD est le plus inerte chimiquement de tous les matériaux bruts en plastique, et par conséquent extrêmement résistant aux produits chimiques et à la corrosion



Formule polyéthylène

### 3-Adhésif

Son rôle principale est d'accroître l'adhésion des polymères et rendre compatibles les coulagés entre la couche primaire à base d'époxy et la couche extérieure de PEHD.

### Mise en œuvre industrielle du revêtement tri-couches

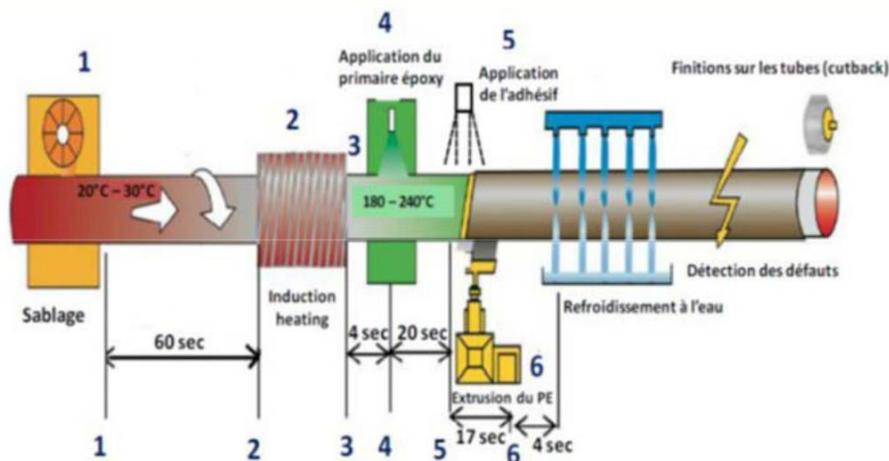


Figure II.4. Mise en œuvre industrielle du revêtement tri-couches

#### Préparation de surface :

En général, dans tous les modes de transport, les tubes doivent être déposés sur la grille de telle manière que le début du tube soit aligné sur les tubes s'y trouvant déjà avec une tolérance de +/- 100 mm. Les tubes sont donc alignés d'un côté sur une position dite « fixe ».

Pour le revêtement, On ne peut utiliser que des tubes exempts de défauts. Au cas où les tubes ne présentent pas les caractéristiques exigées, ils peuvent être légèrement retouchés sur la grille ou doivent être mis à part. L'enlèvement de tubes défectueux doit se faire depuis la grille d'entrée au moyen d'une grue automobile.

Les tubes arrivant sont roulés manuellement sur la grille d'entrée jusqu'au convoyeur de séchage. Pour les rouler, on utilise des outils spéciaux qui n'endommagent pas le chanfrein des tubes. La descente des tubes sur le convoyeur est effectuée par le truchement des systèmes à commande hydraulique. Les tubes sont déplacés en spirale sur le convoyeur à rouleaux traverser l'installation de séchage. L'entraînement du convoyeur à rouleaux obliques se fait par des moteurs triphasés à régulation de fréquence.

**Le séchage** est nécessaire parce que les tubes peuvent s'humidifier dans le stock extérieur en raison de la pluie ou de l'humidité de l'air et que la grenaille peut ainsi coller dans la grenailleuse. De plus, grâce au séchage, les tubes pénètrent dans l'extrudeuse avec une température régulière, indépendamment des différences de température extérieure pendant la journée, ce qui permet un chauffage uniforme dans la bobine d'induction.

L'installation de chauffage réchauffe la surface des tubes à une température supérieure d'environ 30° à 50° à la température d'entrée.



**Figure II.5. Le séchage**

Lorsque la fin du tube est sortie de l'installation de séchage, le convoyeur à rouleaux est accéléré pour augmenter la distance par rapport au tube suivant. Cette distance est nécessaire pour que le tube séché puisse être arrêté et roulé par les éjecteurs commandés hydrauliquement sur la grille transversale suivante avant que le début du tube suivant ne vienne tamponner le tube arrêtant de rouler.

Les tubes sont ensuite roulés à nouveau manuellement avec les outils spéciaux jusqu'aux injecteurs du convoyeur à rouleaux de la grenailleuse.

Avant que les tubes ne roulent sur le convoyeur à rouleaux d'alimentation de la grenailleuse, on passe des couvercles des deux côtés qui empêchent la grenaille de pénétrer dans le tube.

Les couvercles sont découpés dans un matelas en mousse et ont une épaisseur d'environ 200 – 400 mm, selon les diamètres de tube. Un côté du couvercle est garni d'une couche supplémentaire de caoutchouc qui est collée sur la mousse. Cette couche protectrice empêche la grenaille de pénétrer dans la mousse.

Le tube est abaissé sur le convoyeur à rouleaux d'alimentation de la grenailleuse au moyen d'injecteurs hydrauliques. Lorsque le tube a été déposé sur les rouleaux,

Le convoyeur commence à tourner de telles sortes que le tube effectue un mouvement d'avance en forme de spirale, et cela au moyen de moteurs triphasés à régulation de fréquence.

Pendant que le nouveau tube est déposé et abaissé, le tube précédent a déjà avancé en spirale. Le tube arrivant est maintenant accéléré jusqu'à ce que la distance par rapport au tube précédent soit d'env.30 mm. Le tronçon de convoyeur à rouleaux est ensuite commuté sur marche continue.

**Dans la grenailleuse**, le tube est grenailé du dessous.

Le tube est abaissé sur le convoyeur à rouleaux d'alimentation de la grenailleuse au moyen d'injecteurs hydrauliques. Lorsque le tube a été déposé sur les rouleaux, le convoyeur commence à tourner de telles sortes que le tube effectue un mouvement d'avance en forme de spirale, et cela au moyen de moteurs triphasés à régulation de fréquence. Dans la grenailleuse, le tube est grenailé du dessous.



**Figure II.6. Le tube après le grenailage**

**Après la grenailleuse**, Pour empêcher une détérioration de la surface des tubes grenillée en raison de trop fortes pressions sur la surface, le convoyeur à rouleaux obliques est équipé de rouleaux en matière synthétique de dimensions correspondantes. Les éjecteurs se trouvant en aval et la grille de jonction vers la ligne de revêtement sont également recouverts de matière synthétique sur les surfaces d'appui.

Lorsque la fin du tube est sortie de la grenailleuse, le tronçon de convoyeur à rouleaux de la sortie de la grenailleuse tourne à une vitesse plus élevée pour obtenir une distance suffisante par rapport au début du tube suivant pour faire sortir en roulant le tube grenillé du convoyeur à rouleaux obliques.

Lorsque l'on a atteint la distance nécessaire à l'opération d'éjection, ce tronçon de convoyeur à rouleaux est arrêté et le tube est soulevé hydrauliquement et roulé hors du convoyeur à rouleaux.

L'éjecteur transporte le tube sur une grille de stockage intermédiaire. Elle sert de tampon pour la ligne de revêtement se trouvant en aval.

Quand les tubes reposent sur la grille-tampon, les couvercles en mousse sont enlevés manuellement des deux côtés. Avant que le tube ne soit déposé sur le convoyeur à rouleaux de revêtement, il doit être nettoyé à l'intérieur.

**Le nettoyage intérieur** est nécessaire parce que les salissures éventuelles dans les tubes peuvent entraîner des perturbations dans l'exploitation de l'installation de chauffage, pénétrer dans la poudre pendant le revêtement époxy effectué en aval et finalement boucher le circuit de poudre ou parvenir dans les pompes et les filtres dans le circuit d'eau.

Pour le nettoyage, le tube repose dans un dispositif de centrage. Avec une lance, on souffle de l'air comprimé dans le tube.



**Figure II.7. Le tube avant le nettoyage intérieur**

**Suite au grenailage**, d'éventuels doublements Les tubes présentant des doublements ne doivent pas parvenir au revêtement. Ils doivent être transportés sur la zone de grille se trouvant en face et sur le convoyeur axial vers l'extérieur sur la zone de grille implantée en amont de convoyeur de séchage.

Au poste de réparation, les doublements sont éliminés manuellement par meulage. Après usinages ces tubes sont ramenés au convoyeur en amont du poste de séchage de tubes pour être enrobés. Il faut alors veiller à ce que la surface des tubes satisfasse aussi aux exigences de qualité imposées à l'entrée après la réparation.

Les tubes qui ne sont plus prêts à l'enrobage en PE, en cas d'épaisseur de paroi trop faible suite au meulage, doivent être prélevés de la grille au moyen d'un engin de levage. Le meulage surfaciel se fait à la main. [4]

#### **Application du revêtement :**

Ce revêtement est effectué en polyéthylène en tri-couches. [5]

Le revêtement est constitué de :

Une couche de résine époxydique

Une deuxième couche en copolymère destiné à assurer l'adhérence polyéthylène.

Une couche de polyéthylène extrudé.



**Figure II.8. Revêtement en polyéthylène en tri-couches**

#### **Couche de base d'époxy :**

La couche de base consiste en un système de poudre d'époxy qui est appliquée sur la surface des tubes par des pistolets de pulvérisation chargés électro statiquement. Les pistolets sont montés dans une cabine de pulvérisation. Un système d'aspiration est intégré dans la cabine de pulvérisation de telle sorte que la poussière ne peut pas sortir de la cabine de pulvérisation et que le surplus de poudre est récupère.

Les pistolets de pulvérisation sont montés de telle sorte dans la cabine que cela permette d'appliquer une couche de poudre d'époxy couvrante, régulière ayant une épaisseur mini.de 60 sur la surface des tubes. La distance entre les pistolets et la surface des tubes ne doit pas dépasser 180 mm.

Un bon réglage des pistolets de pulvérisation doit être vérifié pour chaque diamètre de tube et être corrigé le cas échéant.

4 pistolets de pulvérisation sont installés dans la cabine. Pour le procédé de revêtement au polyéthylène à 3 couches, l'agent adhésif appliqué sur la couche de base en époxy doit être combiné à l'époxy pendant le temps-limite indiqué par le fabricant d'époxy.

Pour pouvoir respecter ces temps variables, les pistolets de pulvérisation sont montés dans la cabine de manière réglable dans le sens de l'axe du tube. Un réglage des pistolets de pulvérisation est entre autres également nécessaire en cas de changement de diamètre de tube, parce que le tube se déplace avec une vitesse axiale modifiée et que les intervalles de temps entre les opérations de revêtement se décalent.

Il est possible de procéder à un réglage de base entre l'application d'époxy et d'agent adhésif –se rapportant au système utilisé (époxy, agent adhésif et PE) grâce à la possibilité de déplacer ensemble la cabine et le rouleau de transport situé en amont de la cabine dans le sens axial de tube. Le déplacement se fait manuellement. Mais ce déplacement est limité en longueur par la relation avec le premier rouleau du tronçon de refroidissement – par rapport à la longueur du tube.il faut s'assurer que le tubes reposent encore correctement sur les rouleaux.

Il parfois indispensable d'appliquer un produit anti-adhésif (PE kydal 50 L) aux extrémités de chaque tube avant de la faire passer dans la cabine d'application d'époxy. Ceci facilité l'arrachage de la couche de PE dans la zone non-isolée après le revêtement au PE. Si l'on utilise ce produit liquide anti-adhésif, il faut l'appliquée sur l'extrémité de tubes jusqu'à 50 mm au maximum de la longueur non-isolée prévue. L'application se fait au pinceau une fois que le début resp. La fin du tube est passée sur le convoyeur à rouleaux devant la cabine d'application d'époxy.

Il y a lieu de veiller a ce qu'aucun produit anti-adhésif ne soit en contact avec les roues de convoyeurs a rouleaux a coté de la cabine de pulvérisation.

**Pour éviter des problèmes** lors du nettoyage de la zone non-isolée aux extrémités de tube (enlèvement de PE, d'agent adhésif et de poudre d'époxy) on applique une couche plus mince sur les extrémités de tubes dans la cabine de pulvérisation

Dans le cas normal, les pistolets de pulvérisation sont arrêtés lorsque les extrémités de tubes passent les pistolets.

Pour les petits diamètres de tube, il peut être nécessaire de recouvrir manuellement les extrémités des tubes. Ceci se fait en fixant une feuille de matériau non-conducteur (en bois) La feuille est coupée à la longueur spécifiée de la partie non-isolée. Cette feuille de recouvrement est tenue manuellement entre les pistolets de pulvérisation et la surface du tube. L'opérateur fait avancer cette feuille de recouvrement à la même vitesse que celle du mouvement axial du tube. Il la soulève lorsque les deux extrémités de tube ont quitté la zone de pulvérisation des pistolets. On peut ainsi s'assurer que les extrémités de tubes ne sont pas recouvertes de résine époxy. [6]

**Agent adhésif :**

L'agent adhésif doit être un copolymère, un polymère au goudron ou un polymère non-hydraté et être extrudé par une filière d'extrusion séparée. Il y a lieu de veiller à ce que l'agent adhésif utilisé soit parfaitement adapté à la couche de base en époxy. La fabrication de poudre époxy et d'agent adhésif doit fixer les paramètres d'application.

L'épaisseur de couche d'agent adhésif doit être située entre 250 et 300. L'agent adhésif doit être extrudé de telle sorte que la feuille recouvre toute la surface déterminée par le mouvement d'avance en spirale du tube en rotation (position normal : 180 mm).

Ainsi qu'une largeur supplémentaire d'env.50mm pour le recouvrement. La filière d'extrusion est réglable pour permettre une bonne installation garantissant un parfait fonctionnement de l'extrudeuse de PE. La largeur de la filière d'extrusion d'agent adhésif peut aussi être modifiée.

La feuille d'agent adhésif extrudée est pressée sur la surface de tube au moyen d'un rouleau presseur empêche des formations de bulles d'air entre la feuille d'agent adhésif et la surface du tube ainsi qu'entre la feuille d'agent adhésif et la feuille de PE.

De plus, la surface molle du rouleau-presseur assure une bonne adaptation de la feuille d'agent adhésif à la forme géométrique du cordon de soudure spiral des tubes. La force appliquée par le rouleau-presseur contre le corps du tube est réglable de manière optimale en réglant la pression de l'air comprimé pour le vérin de serrage.

**Enrobage au PE :**

Deux extrudeuses à une vis sont installées. Ces deux extrudeuses sont reliées à la filière d'extrusion par des tuyauteries chauffées électriquement. La filière est montée environ en position 4h du tube à une distance qui permet un mouvement sur du rouleau-presseur.

La feuille de PE extrudée est posée manuellement avec la feuille adhésive sur le rouleau presseur fou.

Etant donné que les feuilles sortent de la filière à la vitesse périphérique du tube,

Le rouleau est mis en mouvement avant qu'il ne soit en contact avec le tube. Si un tube se trouve sur le rouleau-presseur, celui-ci est relevé et les feuilles sont pressées sur le tube.

Cette opération doit être répétée à chaque interruption de production.

L'épaisseur de couche de la feuille de PE extrudée est réglée par la hauteur de fente de la filière d'extrusion. En réglant la vitesse de rotation du tube. Par des vitesses d'avance plus ou moins élevées, la feuille est plus ou moins tirée hors de la filière et modifie ainsi son épaisseur.

Le mouvement longitudinal du tube dans une rotation est pris comme base pour la détermination de la largeur de la feuille de PE. Le mouvement longitudinal (position normale 180 mm) plus env. 50 mm comme largeur de feuille entraîne que 3 ou plus de couches du PE extrudé sont superposées en forme de spirale, ces couches fondent et forment un revêtement régulier de l'épaisseur indiquée. [6]

La largeur de la feuille de PE extrudée peut être réglée par des obturateurs métalliques se trouvant des deux cotés de la filière d'extrusion.

Le rouleau-presseur assure qu'il n'y a pas de formation de bulles d'air entre les différentes couches de PE.

Les opérations qui travaillent dans cette zone doivent absolument porter vêtement et équipements de protection du corps et du visage pour ne pas risquer d'être brûlés.

Env. 0.5 m en aval de la filière d'extrusion, le tube entre dans le tronçon de refroidissement par eau. Le refroidissement par eau sur le tube se fait sans pression. Sur les premiers trois mètres environ, l'eau arrive par le truchement d'un système de tuyauterie en position 12 h. le système de tuyauterie génère une arrivée laminaire d'eau lors du contact avec la couche de PE.



**Figure II.9. Refroidissement par eau**

**Séparation des extrémités de tubes et enlèvement de la couche de revêtement :**

Quand deux extrémités de tubes se suivant ont passé le rouleau-presseur, la feuille de PE est coupée immédiatement.

La séparation est faite par un opérateur qui se trouve du côté opposé de l'extrudeuse. Il presse deux spatules contre le chanfrein de soudage des extrémités de tube et sépare ainsi la bande de PE entre les tubes.

Une fois que les tubes sont individualisés, la couche de PE est incisée à l'extrémité du tube ainsi qu'au début du tube suivant sur toute la périphérie du tube avec un outil spécial. Enfin, le ruban est coupé transversalement, le début du ruban est décollé au moyen d'une spatule et est arraché manuellement du tube en rotation. Cette opération se déroule pendant que le tube entre dans le tronçon de refroidissement par eau. Les deux extrémités de tube sont individualisées séparément des deux côtés du train de tubes.

Lorsque les tubes ont été individualisés, le convoyeur du tronçon de refroidissement est mis sur vitesse rapide en appuyant sur une touche. Lorsque l'on atteint une distance d'env. 500 mm entre un tube entrant et un tube sortant, l'opération est commutée à nouveau. Cette distance entre tubes est maintenue dans le tronçon de refroidissement et sert au refroidissement intérieur des tubes. [6]

Les opérateurs qui préparent les extrémités des tubes, les séparent resp. Préparent l'arrachage du revêtement doivent porter des gants en cuir avec de longues manchettes de protection.

Quand deux extrémités de tubes se suivent en passé le rouleau presseur, la feuille de PE est coupée immédiatement. La largeur de la partie miss à nu est égale à la largeur définitive moins 20 mm.



**Figure II.10. Elimination de l'eau, nettoyage des extrémités des tubes .**

Une fois que l'extrémité du tube a atteint une ligne dite « fixe » prédéfinie, la rotation de la partie de convoyeur à rouleaux du tronçon de refroidissement est arrêtée et le tube s'arrête. Le tube est ensuite soulevé du convoyeur et est automatiquement roulé sur la grille située en aval. Le tube doit traverser en roulant une grille sur une longueur d'env. 3m. En bout de cette zone, un dispositif mécanique de retour est installé. Le tube doit rouler par-dessus ce système de retour après un certain temps.

Sinon, cela signifie que les tubes se trouvant encore dans l'extrudeuse de la ligne de production doivent encore être sortis du tronçon de refroidissement mais qu'il ne faut plus en ajouter.

Le convoyeur à rouleau se trouvant encore en amont de l'installation de chauffage de tubes est arrêté automatiquement dans ce cas. Simultanément, un voyant de perturbation s'allume au

pupitre principal au niveau des extrudeuses. Ce voyant indique à l'opérateur que la ligne de production est en perturbation et que les extrudeuses doivent être abaissées.

Sur la grille située en aval du tronçon de refroidissement, on peut effectuer les premiers contrôles internes sur le tube :

Mesure de l'épaisseur de couche obtenue – au moyen d'un appareil manuel simple. Contrôle de l'adhérence au moyen d'une balance à ressort manuelle.

Pour cela, une extrémité de tube n'est pas mise à nu à l'extrudeuse.

Ces mesures servent à détecter rapidement les revêtements défectueux et à diminuer ainsi les temps d'arrêt.

Des bloqueurs de tubes, pilotés pneumatiquement, sont montés en bout de grille. Ils arrêtent les tubes en amont du poste d'élimination d'eau.

Lorsque le poste d'élimination d'eau est prêt à recevoir un tube, ces bloqueurs sont abaissés et le tube roule sur le poste.

Dans ce poste, les injecteurs hydrauliques déposent le tube sur des rouleaux longitudinaux qui amènent les tubes contre une butée rotative. Le poste d'élimination d'eau se place ensuite en position oblique et le moteur des rouleaux rotatifs est mis en marche.

L'eau qui se trouvait encore dans le tube et qui était retenue par la sur hauteur de cordon peut s'écouler grâce à la pente et à la rotation du tube. La chaleur résiduelle du tube permet aussi l'évaporation de l'eau et un séchage suffisant du tube pour le passage sur la brosseuse située en aval.

Lorsque le tube a été abaissé avec le poste d'élimination d'eau, il est transporté avec les rouleaux longitudinaux en amont de la brosseuse d'extrémités. Ici, la longueur de tube est mesurée et le tube est arrêté de telle manière que le milieu du tube est constant pour toutes les longueurs de tube. [6]

Lorsque la brosseuse d'extrémités est prête à recevoir un tube, les leviers hydrauliques roulent le recevoir un tube, les leviers hydrauliques roulent le tube hors du convoyeur et le tube est déposé automatiquement dans la brosseuse d'extrémités. La brosseuse consiste en deux chariots qui se trouvent à chaque extrémité de tube. Ils se placent en position dans le convoyeur selon la mesure de la longueur de tube.

Chaque chariot comprend l'injecteur, l'éjecteur, le rouleau rotatif et le système de brossage. La brosse est mise en position et pressée contre le tube.

La longueur de mise à nu prescrite par le client est nettoyée au moyen de brosses métalliques qui enlèvent les résidus minimes d'époxy peuvent rester sur la surface poreuse du tube. En bout du revêtement de PE, les brosseuses métalliques forment une transition lisse jusqu'au métal nu. Une seconde brosse, brosse également le chanfrein du tube.

Lorsque le brossage est terminé, des leviers hydrauliques roulent le tube sur la grille située en aval. Des clapets de non-retour empêchent un retour du tube dans brosseuse.

#### **Contrôle de qualité au poste final :**

La zone de grille située entre le poste de brossage et le convoyeur à rouleaux de sortie est conçue de telle sorte que toute la surface extérieure du tube puisse être contrôlée et vérifiée. On peut effectuer des travaux éventuels de réparation.

Selon les désirs du client et les exigences de contrôles exigées selon la norme DIN, les opérations de contrôle nécessaires dans cette zone ou sur le vireur situé en aval peuvent être réalisées.

Lorsque le vireur de tubes est prêt à recevoir un tube, un tube est roulé manuellement sur les injecteurs. Ceux-ci abaissent automatiquement et hydrauliquement le tube sur le convoyeur longitudinal. Les rouleaux rotatifs peuvent ensuite être relevés. Le tube peut être mis en rotation au moyen des rouleaux rotatifs.

Les travaux peuvent être réalisés dans l'ordre suivant sur ce vireur :

#### **Test Holiday :**

Après avoir passé une brosse de mise à la masse à la main sur l'extrémité de tube mise à nu, le tube peut être mis en rotation. L'opérateur passe une électrode plate sur le corps du tube dans le sens axial du tube dans le sens axial du tube.

La tension de contrôles est appliquée sur cette électrode plate.

Le circuit de courant est interrompu uniquement par la couche de PE. Au cas où il y a des endroits défectueux, le claquage se produit et déclenche un indicateur.



**Figure II.11. Contrôle de qualité au poste final**

#### **Protection temporaire des extrémités de tube :**

Dans la mesure où le client l'exige, les extrémités de tube mises à nu peuvent être recouvertes d'un produit antirouille

#### **Marquage des tubes :**

Lorsque le client l'exige, les tubes peuvent être marqués manuellement sur la couche de PE avec une peinture spéciale au moyen d'un pochoir.

L'adhérence de la couche de PE doit être contrôlée à des distances régulières. Pour cela, le tube concerné est roulé dans le vireur de tube placé en aval. Pour ce faire, les leviers soulèvent le tube du premier vireur. Le tube roule automatiquement sur des injecteurs qui le déposent ensuite automatiquement sur le deuxième vireur. Les leviers sont actionnés hydrauliquement.

Le tube concerné n'est pas mis à nu à l'extrudeuse ni sur la brosseuse. L'adhérence est déterminée sur cette bonde d'extrémité de tube est parachevée manuellement. Pour cela, il est nécessaire de chauffer le tube de l'intérieur au moyen d'un brûleur manuel.

Ce vireur de tubes peut aussi être utilisé pour des réceptions par des organismes étrangers. Une fois le contrôle terminé, le tube est roulé à nouveau dans le premier vireur au moyen des leviers hydrauliques et y est déposé sur le convoyeur longitudinal.

Tous les tubes revêtus sont transportés vers la grille extérieure sur le convoyeur longitudinal. Des leviers hydrauliques les roulent sur la grille.

Les tubes exempts de défauts sont déposés sur des camions ou transportés au stock de tubes finis au moyen d'engins de manutentions.

Les tubes défectueux sont transportés au poste de réparation.

### **Réparation :**

Si malgré toutes les mesures prises pour assurer la qualité. Un revêtement s'avère être défectueux. On peut soit le réparer si la dimension le permet ou enlever entièrement la couche de revêtement.

La réparation peut se faire à l'extérieur sur une grille. Pour ce faire, l'engin de manutention dépose le tube sur cette grille resp. Sur le camion une fois la réparation terminée.

La réparation peut être effectuée qu'une réparation n'est pas rentable, le tube peut être transporté sur un engin de manutention jusqu'à la zone d'entrée. Là, l'engin de manutention le dépose soit directement dans le vireur de tubes soit dans le stock tampon.

Pour enlever la couche de PE, on chauffe le tube par tronçon de l'intérieur au moyen de brûleurs à gaz. Pendant le chauffage, le tube tourne.

Après l'incision du revêtement, celui-ci est enlevé au moyen d'une spatule. Le tube repasse ensuite une fois encore dans le circuit de revêtement. [6]

### Définition

La calorimétrie à balayage différentiel est une technique utilisée pour étudier ce qui arrive aux polymères lorsqu'ils sont chauffés. Cette technique sert à étudier les transitions thermiques d'un polymère. Les transitions thermiques sont les changements qui interviennent dans un polymère quand vous le chauffez. La fonte d'un polymère cristallin ou la transition vitreuse en sont des exemples.

Ainsi comment peut-on étudier ce qui arrive à un polymère lorsqu'on le chauffe? La première étape consiste à le chauffer, évidemment. C'est ce que l'on fait dans la Calorimétrie à Balayage Différentiel, DSC pour les intimes.

Le polymère est chauffé dans un dispositif qui ressemble à cela:

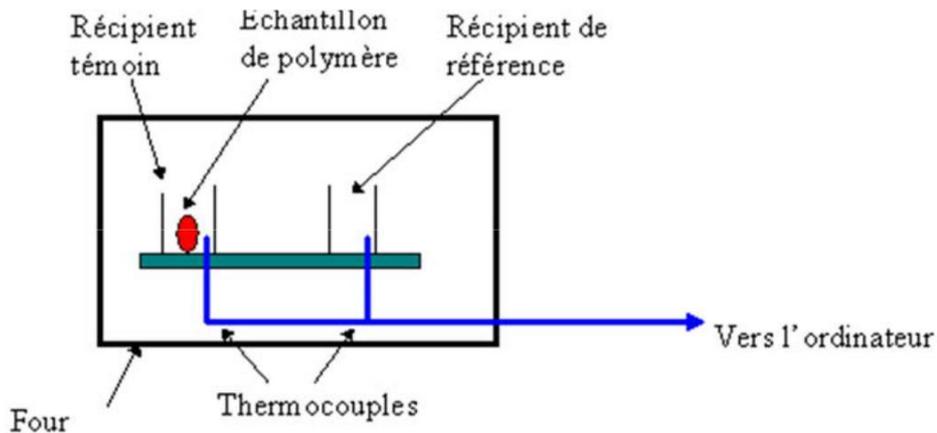


Figure III.1.Principe de DSC

Il y a deux récipients. Dans l'un des deux, le récipient témoin, vous mettez votre échantillon de polymère. L'autre, que vous laissez vide, est le récipient de référence. Les deux récipients se trouvent dans un four qui chauffe habituellement à quelque chose comme  $10^{\circ}\text{C}/\text{minute}$ . Chaque récipient contient un thermocouple relié à un ordinateur. L'ordinateur fait la différence entre la température de l'échantillon et celle de référence, et les convertit en flux de chaleur.

Pourquoi les deux récipients n'auraient-ils pas la même température? C'est simple : ils sont différents! L'un contient le polymère et l'autre pas...

L'échantillon de polymère représente de la matière supplémentaire dans le récipient témoin par rapport au récipient de référence. La présence de cette matière supplémentaire et son "inertie thermique" (plus y'a de matière, plus il faut de temps pour que tout soit chaud!) font que le récipient témoin ne sera pas à la même température que le récipient de référence.

Mesurer la quantité de chaleur supplémentaire à fournir au récipient témoin est ce que nous mesurons lors d'une manipulation DSC.

Dans les grandes lignes, voici ce que nous faisons lors d'une manipulation DSC : Sur l'axe des abscisses nous traçons la température (du four). Sur l'axe des ordonnées nous traçons la différence de chaleur entre les deux récipients, témoin et référence.

### Explication de la courbe de DSC obtenue

#### La capacité de chaleur

Nous pouvons apprendre beaucoup de cette courbe. Imaginons que nous voulions chauffer un polymère. Quand nous commencerons à chauffer nos deux récipients, l'ordinateur tracera la différence entre les chaleurs des deux récipients en fonction de la température. C'est-à-dire, nous tracerons la chaleur absorbée par le polymère en fonction de la température.

La courbe ressemblera à ceci :

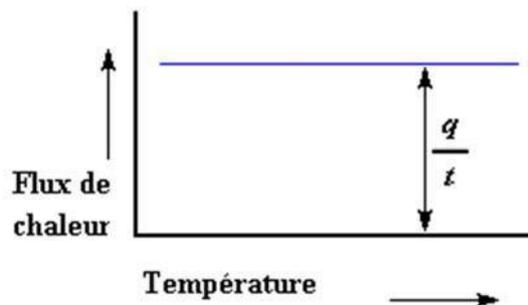


Figure III.2.Capacité de chaleur

Le flux de chaleur à une température donnée est plein de renseignements. Il va être donné en unités de chaleur  $q$  par unité de temps  $t$ . La vitesse de chauffage est l'augmentation  $T$  de la température par unité de temps  $t$ .

$$\frac{\text{Chaleur}}{\text{Temps}} = \frac{q}{t} = \text{FluxDeChaleur}$$

$$\frac{\text{AugmentationDeLaTempérature}}{\text{Temps}} = \frac{\Delta T}{t} = \text{VitesseDeChauffage}$$

Divisons maintenant le flux de chaleur  $q/t$  par la cadence de chauffage  $T/t$ . Nous obtenons la chaleur supplémentaire fournie, divisée par l'augmentation de la température.

$$\frac{\frac{q}{t}}{\frac{\Delta T}{t}} = \frac{q}{\Delta T} = C_p = \text{CapacitéDeChaleur}$$

La transition vitreuse : quand vous donnez une certaine quantité de chaleur à un élément, sa température montera d'une certaine quantité, et cette quantité de chaleur qu'utilise l'élément pour obtenir une telle augmentation de température s'appelle la *capacité de chaleur*, ou le  $C_p$ .

Nous obtenons la capacité de chaleur en divisant la chaleur fournie par l'augmentation résultante de température. Et c'est tout simplement ce que nous avons fait dans l'équation présentée plus haut. Nous avons trouvé la capacité de chaleur à partir de la courbe de DSC.

### La température de transition vitreuse

La DSC peut nous en apprendre beaucoup plus sur un polymère que sa capacité de chaleur. Regardons ce qui se produit lorsque nous chauffons le polymère un petit peu plus.... Après une certaine température, notre tracé se décalera soudainement vers le bas, comme ceci:

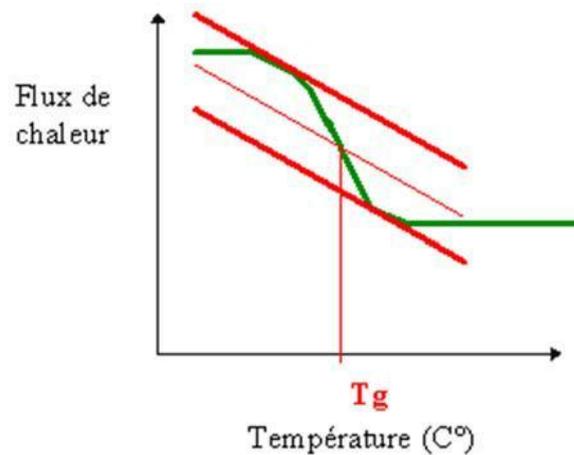


Figure III.3. Température de transition vitreuse

Cela signifie que le flux de chaleur augmente, et que la capacité de chaleur de notre polymère augmente.

Ceci se produit parce que le polymère vient juste de passer par la phase de transition vitreuse. Et comme vous le savez, les polymères ont une capacité de chaleur plus élevée au-dessus de la température de transition vitreuse.

Grâce à ce changement de capacité de chaleur ayant lieu à la transition vitreuse, nous pouvons utiliser la DSC pour mesurer la température de transition vitreuse d'un polymère.

Vous aurez remarqué que le changement ne se produit pas instantanément, mais a lieu sur une plage de températures. Cela rend la détermination exacte de Tg plutôt difficile, mais nous utilisons la méthode bien connue des tangentes pour déterminer Tg, (voir le dessin).

## La Cristallisation

Au-dessus de la transition vitreuse, les polymères sont très mobiles. Ils s'agitent et se tortillent, ne restent jamais en position très longtemps. Ils sont comme des passagers essayant de s'installer confortablement dans un siège d'avion...

Quand les polymères atteignent la bonne température, ils ont gagné assez d'énergie pour entrer dans des arrangements très ordonnés que nous appelons des cristaux.

Quand les polymères se transforment en ces arrangements cristallins, ils expulsent de la chaleur, que le thermocouple du récipient témoin peut mesurer.

Cette augmentation du flux de chaleur se voit très bien sur la courbe du flux de chaleur en fonction de la température.

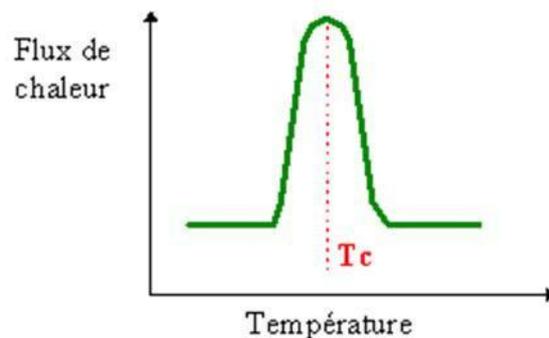


Figure III.4. Température de cristallinité

La température au point le plus haut est appelée Température de cristallisation du polymère : Tc.

Il est également possible de mesurer l'aire du " pic ", qui est la valeur de la chaleur latente de cristallisation du polymère.

Mais n'oublions pas le plus important, cette hausse nous indique que le polymère peut cristalliser. Si vous analysiez un polymère 100% amorphe, comme le polystyrène atactique, vous n'obtiendriez pas de hausse sur la courbe, parce que de tels matériaux ne cristallisent pas.

En outre, parce que le polymère dégage la chaleur quand il se cristallise, nous appelons la cristallisation une transition exothermique.

## **La fusion**

La chaleur peut permettre à des cristaux de se former dans un polymère, mais trop de chaleur peut conduire à leur démantèlement. Si nous continuons à chauffer notre polymère après son point de cristallisation  $T_c$ , nous atteindrons peut être une autre transition thermique appelée fusion.

Quand nous atteignons la température de fusion du polymère  $T_f$ , ces cristaux de polymère commencent à s'écrouler, c'est qu'ils fusionnent. Les chaînes de molécules sortent de leurs arrangements ordonnés, et commencent à bouger librement. Et au cas où vous vous posiez la question, il est possible de le voir sur une courbe DSC.

Vous souvenez vous de cette chaleur que le polymère a dégagee quand il s'est cristallisé? Et bien, quand on atteint la température  $T_f$ , il est grand temps de reprendre ce qui a été donné. Il existe une chaleur latente de fusion aussi bien qu'une chaleur latente de cristallisation. Quand les cristaux de polymère fondent, ils ont besoin d'absorber de la chaleur.

Gardez en mémoire que la fusion est une transformation du premier ordre. Cela signifie que lorsque l'on atteint la température de fusion, la température du polymère ne s'élèvera pas tant que tous les cristaux n'auront pas fondus. Cette absorption de chaleur pendant la fusion (baisse de température au niveau du thermocouple du récipient témoin) apparaît sous la forme d'un grand creux sur notre courbe de DSC.

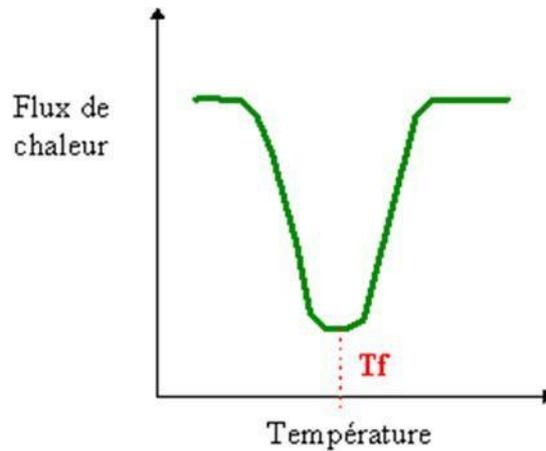


Figure III.5. Température de fusion

Ainsi, nous pouvons mesurer la chaleur latente de fusion en mesurant l'aire de cette crête. La température la plus basse du creux est appelée température de fonte du polymère,  $T_f$ . Puisque nous devons donner de l'énergie au polymère pour le faire fondre, la fusion est une transition endothermique.

### Synthèse

Nous avons vu une étape sur la courbe lorsque le polymère est passé par la température de transition vitreuse. Puis, nous avons vu un grand pic lorsque le polymère a atteint sa température de cristallisation. Et finalement, le grand creux de fusion.

Une courbe de DSC ressemble donc généralement à cela (ici, celle du P.E.T):

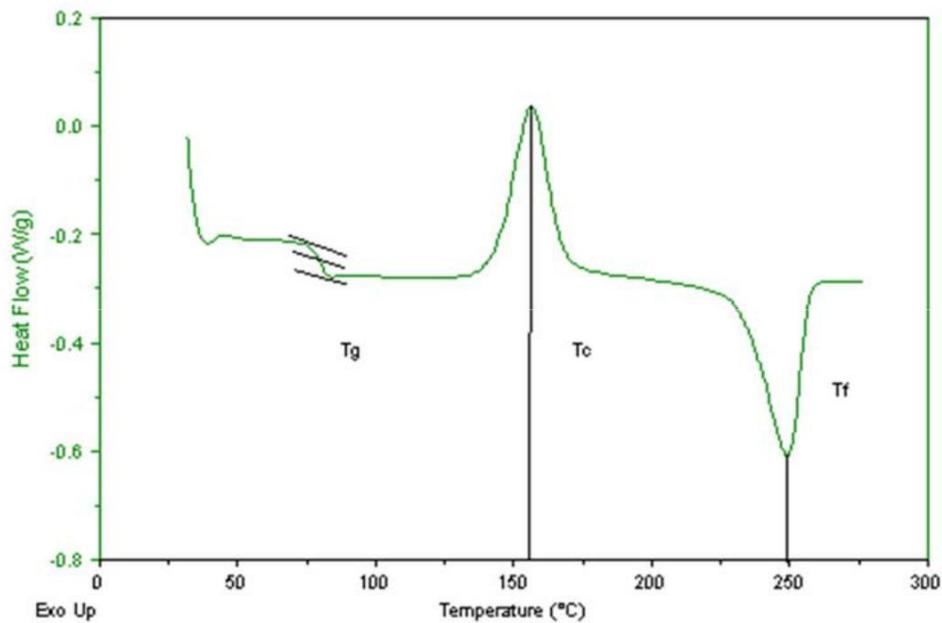


Figure III.6.courbe DSC

Bien sûr, les courbes de DSC ne comportent pas toutes ces 3 étapes.

Le pic de cristallisation et le creux de fusion apparaîtront seulement pour les polymères qui peuvent former des cristaux. Les polymères complètement amorphes ne montreront ni cristallisation ni fusion. Mais les polymères à la fois cristallins et amorphes passeront par les trois étapes décrites plus haut.

Si vous regardez la courbe de DSC, vous constatez une grande différence entre la transition vitreuse et les deux autres transformations, cristallisation et fusion thermique. Pour la transition vitreuse, il n'y a ni crête ni creux. C'est parce qu'il n'y a aucune chaleur latente dégagée, ou absorbée par le polymère.

La seule chose que nous voyons à la température de transition vitreuse est un changement de la capacité de chaleur du polymère. Puisqu'il y a changement de celle-ci, mais qu'il n'y a aucune chaleur latente impliquée, la transition vitreuse est appelée transformation du second

ordre. Les transitions comme la fusion et la cristallisation, qui ont des chaleurs latentes, sont des transformations du premier ordre.

## Pourcentage de cristallinité

La DSC peut également indiquer la cristallinité d'un polymère et "combien" il est amorphe. Si vous vous rappelez de ce qu'est la cristallinité d'un polymère, vous savez que beaucoup de polymères sont à la fois amorphes et cristallins. Mais dans quelle proportion ? La DSC nous permet de le calculer.

Si nous connaissons la chaleur latente de fusion,  $H_m$ , il est possible de trouver la réponse.

La première chose que nous devons faire est de mesurer l'aire du grand creux de fusion du polymère.

Notre courbe est un tracé d'écoulement de chaleur par gramme de matière, en fonction de la température.

Le flux de chaleur est un flux dégagé par seconde, ainsi, l'aire du creux est donnée en :

$$\text{Aire} = \frac{\text{Chaleur} \times \text{Température}}{\text{Temps} \times \text{Masse}} = \frac{\text{Joule} \times \text{Kelvin}}{\text{Second} \times \text{Grammes}} = \frac{\text{JK}}{\text{sg}}$$

En règle générale, on divise l'aire par la vitesse de chauffage de la machine DSC. L'unité de la vitesse de chauffage est le K/s. Ainsi, l'expression devient :

$$\frac{\text{Aire}}{\text{VitesseDeChauffage}} = \frac{\frac{\text{JK}}{\text{sg}}}{\frac{\text{K}}{\text{s}}} = \frac{\text{J}}{\text{g}}$$

L'expression est maintenant en Joules par gramme. Mais comme nous connaissons la masse de l'échantillon, nous pouvons la rendre plus simple encore.... Il suffit de la multiplier par la masse de l'échantillon.



$$\left(\frac{J}{g}\right) xg = J$$

Nous avons donc calculé la chaleur dégagée lors de la fusion du polymère.

Et si nous faisons le même calcul pour le pic obtenu sur la courbe DSC lors de la cristallisation du polymère ? Nous pouvons calculer la chaleur totale absorbée lors de la cristallisation du polymère.

La chaleur de total dégagée pendant la fusion sera appelée  $H_{f \text{ total}}$ , et nous appellerons la chaleur de la cristallisation  $H_{c \text{ totale}}$ .

Maintenant nous allons soustraire les deux :

$$H_{f \text{ total}} - H_{c \text{ totale}} = H'$$

Pourquoi avons-nous fait cela? Et que signifie ce nombre  $H'$ ?

$H'$  est la chaleur dégagée par la partie de l'échantillon qui était déjà à l'état cristallin avant que nous chauffions le polymère au-dessus de la température de cristallisation.

Nous voulons savoir quelle proportion du polymère était cristallin avant que nous le chauffions pour qu'il devienne cristallin. C'est pourquoi nous soustrayons la chaleur dégagée lors de la cristallisation.

Avec notre nombre magique  $H'$ , nous pouvons connaître le pourcentage de cristallinité. Nous allons diviser  $H'$  par la chaleur spécifique de fonte  $H_m^*$ .

Qu'est-ce que la chaleur spécifique de fonte ? C'est la quantité de chaleur dégagée par une certaine quantité, habituellement un gramme, d'un polymère.

$H'$  est en Joules, et la chaleur spécifique de fonte est habituellement donnée en Joules par gramme, ainsi nous obtiendrons une réponse en grammes que nous appellerons  $mc$ .

$$\frac{H'}{H_m^*} = mc \frac{J}{\frac{J}{g}} = g$$

C'est la masse totale de polymère qui était cristallin au-dessous de  $T_c$ .

Divisons ce nombre par la masse de notre échantillon,  $m_{total}$ , nous obtenons le pourcentage de l'échantillon qui était cristallin.

$$\frac{mc}{m_{total}} = \textit{FractionCristalline}$$

$$\textit{FractionCristalline} \times 100 = \% \textit{cristallinité}$$

**C'est aussi pour obtenir le pourcentage de cristallinité que l'on utilise la machine DSC.**

## **DSC Modulée**

L'objectif de la DSC modulée est de séparer dans le flux de chaleur réponse de l'échantillon la contribution dépendant de la température de celle dépendant de la vitesse de changement de température.

Pour y parvenir, on superpose une variation sinusoïdale à la vitesse de chauffage linéaire.

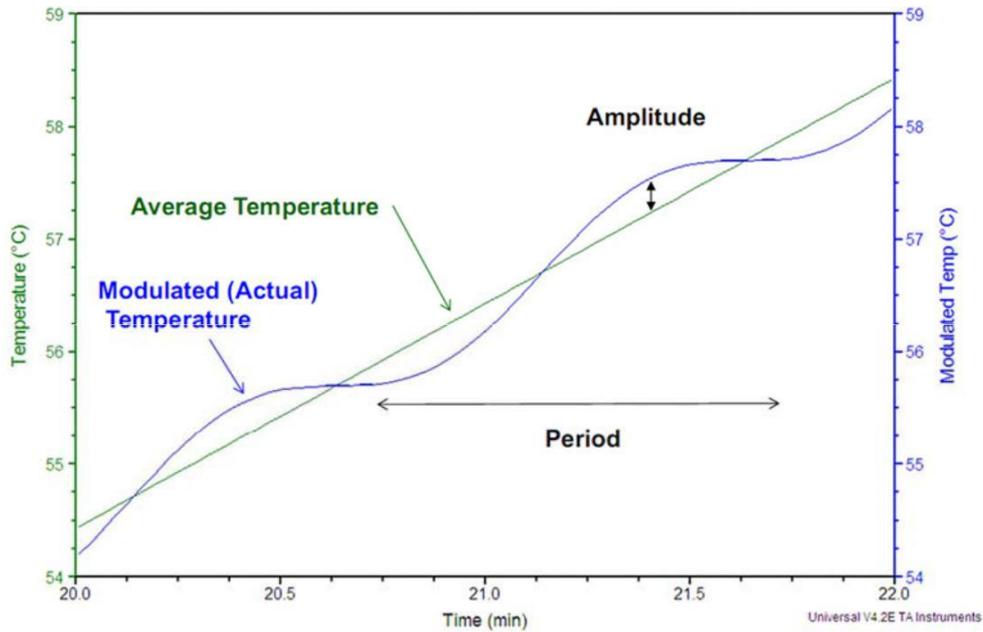


Figure III.7. Rampe de température modulée sinusoidalement (Source TA Instruments)

L'utilisation de la DSC modulée présente différents avantages par rapport à la DSC classique:

- Séparation d'évènements thermiques lorsque ceux-ci se superposent

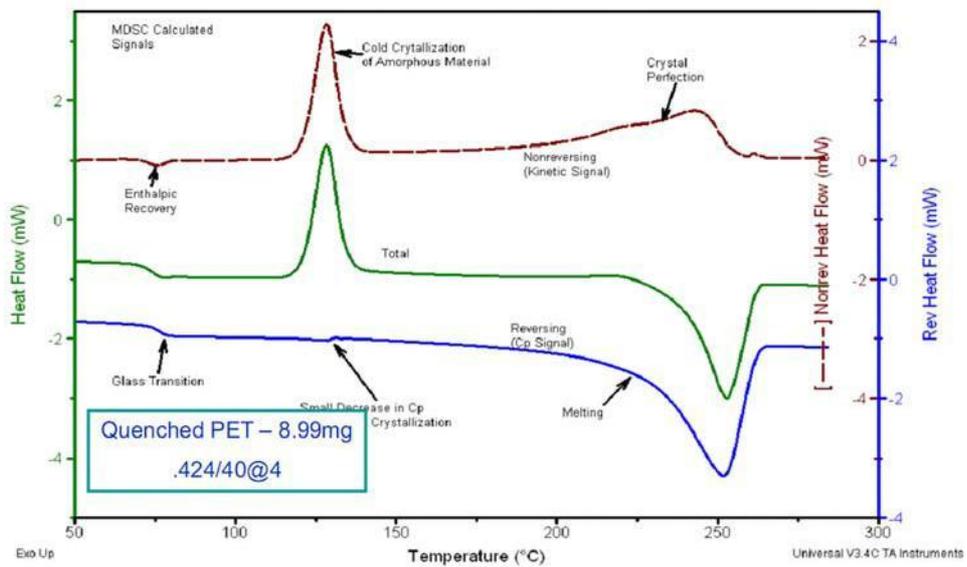


Figure III.8.DSC Modulé  
Source TA Instruments

- Optimisation de la sensibilité et de la résolution. La sensibilité est améliorée par une vitesse instantanée de chauffage élevée (grâce à la modulation), mais on maintient la résolution grâce à une vitesse moyenne de chauffage lente.
- Mesure simple de la capacité thermique massique

**PARTIE**  
**EXPÉRIMENTALE**

## **Introduction**

Dans cette partie nous présentons les essais mis en œuvre pour parvenir à nos objectifs. En premier lieu nous allons aborder les techniques de détermination des propriétés mécaniques du matériau.

## **Présentation du matériau**

Au cours de cette étude, un grade de polyéthylène haute densité a été utilisé, notre intérêt s'est porté sur Le TR 144 désigne un grade de PEHD fournis par la société CP/2K, pur et chargé de noir de carbone

### **A) Essai de traction**

Afin d'accéder aux propriétés mécaniques de la couche de HDPE déposée sur le tube acier,

Des éprouvettes standards haltères ont été préparés mécaniquement par une découpeuse d'empreintes. Cette opération permet de conserver l'histoire thermomécanique du matériau en utilisant une méthodologie de préparation reproductible et en minimisant les contraintes de contact durant la découpe selon l'ISO 527 (ou ASTM D-638).



***Figure VI.1. Machin de traction***

### **Procédure expérimentale :**

Les éprouvettes ont été soumises à des essais de traction monotones avec une machine d'essai Universelle Zwick, particulièrement conçu pour la caractérisation des polymères. Une vitesse D'essai de 100 mm/min a été utilisée. Le déroulement des essais a été contrôlé par le logiciel

TestXpert® Version 9.0 qui a permis de les effectuer exactement de la même manière en se basant sur les recommandations générales de la norme. Afin d'atteindre la rupture finale de l'éprouvette, la longueur calibrée choisie a été de 64 mm adaptée à la géométrie de l'éprouvette, Et à la course maximale de la machine. L'acquisition des données sur ordinateur A été assurée en temps réel par une interface RS232. L'analyse statistique instantanée a été Réalisée sur demande pendant chaque acquisition de données suivant un programme d'essai Précédemment déclaré. Cette étape a assuré le calcul des moyennes et des écarts -type pour chaque ensemble d'éprouvettes appartenant à un même lot et constituant la courbe moyenne contrainte-déformation. Toutes les éprouvettes ont été testées à la température ambiante. Une fois l'essai ou la série d'essais réalisés



*Figure VI.1.2 Éprouvettes après l'essai*

## **B) Essai de choc**

L'essai doit consister à vérifier la résistance du revêtement au choc d'un poinçon de forme définie tombant directement sur le revêtement d'une hauteur fixée et à une température fixée. Réaliser l'essai sur des tubes ou des échantillons découpés. Ne pas réaliser cet essai sur des tubes de diamètre inférieur à 50 mm.

**Équipement de chute de masse :** L'équipement doit consister en :

- **Une machine d'essai de chute de masse**, comprenant :
- **Un guide rectiligne en acier**, aluminium ou plastique, rigide et non-déformable, de diamètre intérieur compris entre 40 mm et 60 mm, de longueur au moins 1,30 m et de surface interne lisse et régulière. Equiper le guide avec :

- **Un support et des dispositifs de mise à niveau** (par exemple, deux niveaux à bulle pour le plan horizontal et un fil à plomb pour le plan vertical).
- **Une tige graduée** qui permet de déterminer la hauteur de chute avec une exactitude de 5 mm.
- **Un poinçon en acier dur**, avec une tête hémisphérique, exempt d'entailles, de porosités ou autres irrégularités de surface et avec un diamètre de  $25 \text{ mm} \pm 1 \%$ .

Fixer une petite tige métallique de diamètre 6 mm perpendiculairement à la face plane de

La tête et en son centre, où cette tige doit être suffisamment longue pour supporter les

Masses additionnelles requises pour les essais. Equiper le poinçon avec un système approprié pour la hisser à la hauteur requise ; la masse de cet ensemble doit être appropriée pour l'énergie qui est vérifiée et être exacte à  $\pm 2 \%$ .

- **Des masses**, formées de disques métalliques (de préférence en acier inoxydable) avec un diamètre extérieur adapté au diamètre intérieur du guide rectiligne et comportant un trou central d'un diamètre approprié ; la masse de chaque disque doit être connue avec une exactitude de  $\pm 2 \%$ .

### **Mode opératoire :**

L'essai doit être réalisé à une température de  $23 \text{ °C} \pm 3 \text{ °C}$ . Si des dispositions ont été prises pour réaliser cet essai en dehors de cet intervalle de température, adapter la méthode décrite, après accord, si nécessaire, entre l'applicateur et l'acheteur.

Le tube revêtu doit être placé sur un support horizontal, rigide et stable, et si nécessaire, supporter le tube intérieur pour réduire sa réponse élastique.

Avant de réaliser l'essai de choc (voir Annexe B), un essai de détection des porosités doit être réalisé pour identifier les points défectueux et éviter de réaliser le choc à ces emplacements.

Pour chaque point d'impact, la machine d'essai de chute de masse doit être positionnée perpendiculairement à la surface du revêtement de façon que le poinçon chargé puisse tomber librement sans frottement ou résistance. Dix impacts doivent être réalisés avec la masse correspondant à l'énergie spécifiée, en tombant d'une hauteur de 1 m. Les points d'impact doivent être choisis et doivent éviter toutes soudures proéminentes. De plus, la distance entre les points d'impact et l'extrémité du tube doit être au moins 1,5 D et on doit avoir au moins 50 mm entre les axes des impacts.

L'essai de détection des porosités doit être entrepris à chaque emplacement.

Le poinçon en acier dur doit être vérifié tous les 30 impacts. S'il est endommagé, il doit être remplacé.

### **C) Calorimétrie différentiel à balayage pour polyéthylène chargé de noir de carbone**

L'essai doit consister à étudier la température de fusion, cristallisation, transition vitreuse, polymérisation du polyéthylène haut densité neutre et chargé de noir de carbone

Pour parvenir à identifier

**Équipement :** L'équipement doit consister en :

- **Un calorimètre différentiel à balayage (DSC)** avec des accessoires de refroidissement.
- **Une balance**, précise à 0,1 mg.
- **Une presse d'enrobage des échantillons.**
- **Des récipients en aluminium**, avec des couvercles
  - **Une alimentation en azote**, sec, de qualité analytique.

## Mode opératoire et mesure pour le PEHD

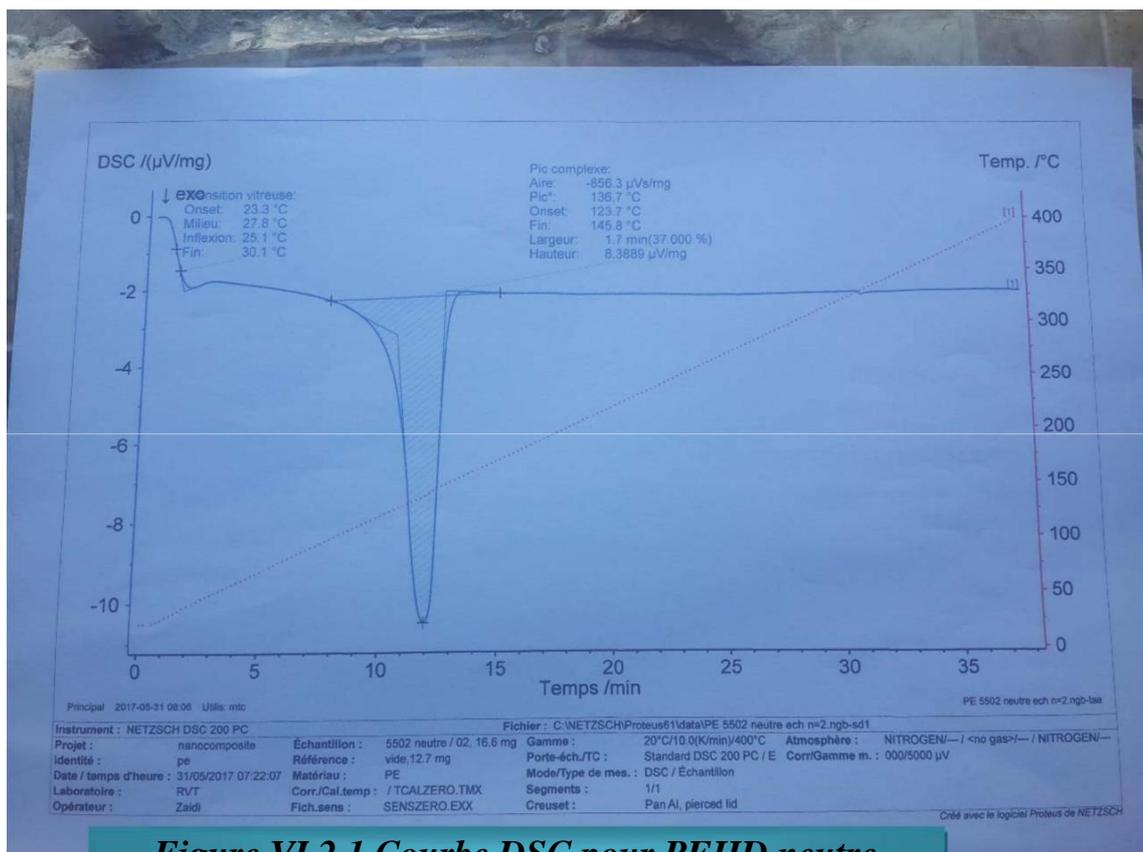
: Réaliser les cycles de chauffages suivants, en commençant par le cycle

(a) Comme opération de conditionnement seulement pour le PEHD:

Cycle (a) Chauffer l'échantillon de  $25\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$  à  $70\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$  à une vitesse de  $20\text{ °C/min}$ , puis refroidir immédiatement l'échantillon à  $25\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ .

Cycle (b) Chauffer l'échantillon de  $25\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$  à  $275\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$  à une vitesse de  $20\text{ °C/min}$ , puis refroidir immédiatement l'échantillon à  $25\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ .

Cycle (c) Chauffer l'échantillon de  $25\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$  à  $T_g + 40\text{ °C}$  (typiquement  $150\text{ °C}$ ) à une vitesse de  $20\text{ °C/min}$ , puis refroidir immédiatement l'échantillon à  $25\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ .



**Figure VI.2.1 Courbe DSC pour PEHD neutre**



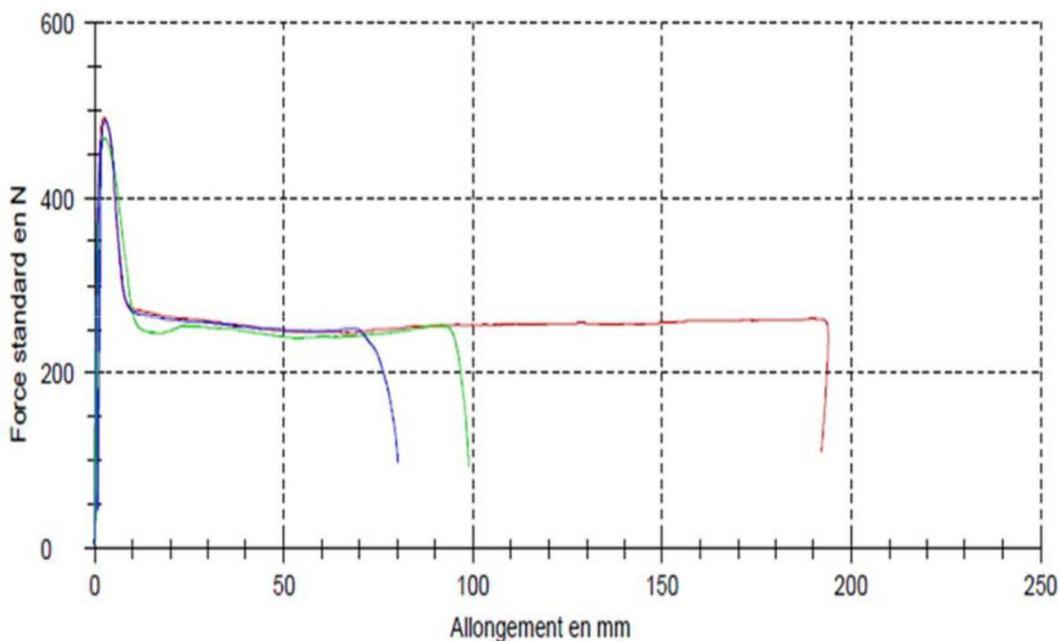
**Figure VI.2.2** Courbe DSC pour PEHD + 2.5% NC

# ANALYSE DES RÉSULTATS

## A) Essai de traction

Grace au logiciel cité, le tracé de la courbe est obtenu automatiquement. A partir de cette courbe on déduit les paramètres nécessaires dans le but de faire une comparaison entre le TR144 neutre et le TR144 additionné au NC.

### ➤ TR144 NEUTRE



**Figure IV.3.1.** courbe de traction sur éprouvette du TR144 neutre

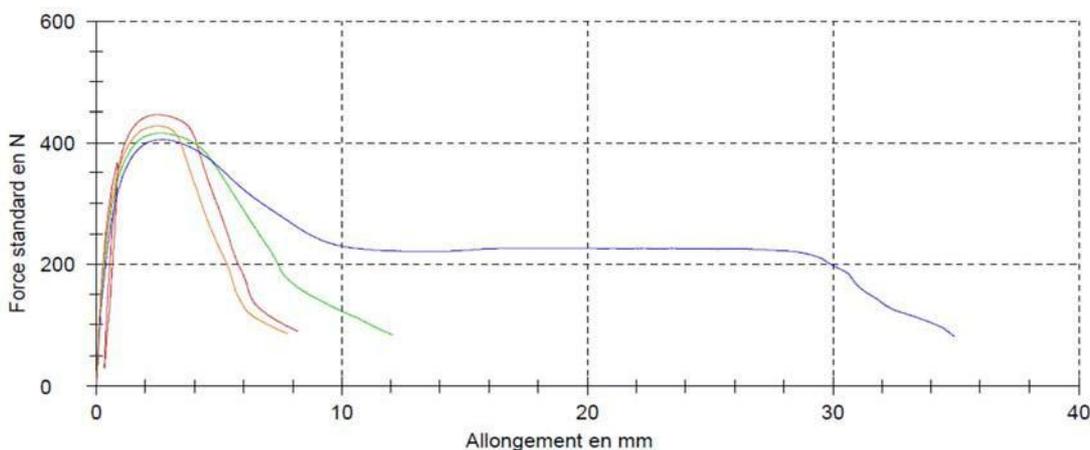
La figure VI.2. Montre les tracés des résultats des essais de traction sur des éprouvettes en TR144 vierge. Malgré que les trois éprouvettes proviennent de la même plaque, les courbes des essais de traction présentent des écarts dans les mesures, mais elles conservent la même allure. Chaque courbe est caractérisée par une zone élastique, caractéristiques des matières plastiques. La

traction engendre une augmentation rapide de la force dès le début de l'essai, Suite à ça, il y a apparition d'un palier caractérisé par l'augmentation de la l'allongement sans augmentation de la charge, Nous entrons dans la zone plastique. La troisième phase est caractérisée par une augmentation proportionnelle de la charge et de la l'allongement jusqu'à la rupture de l'éprouvette.

Le tableau **IV.5**, donne une idée sur les résultats obtenus lors des différents essais de traction.

N°	G mm	a0 mm	b0 mm	S0 mm <sup>2</sup>	$\Delta L_{rup}$ mm	F <sub>max</sub> N	F <sub>rup</sub> N	F <sub>0,1%</sub> N	W <sub>max</sub> (N.mm)	W <sub>rup</sub> (N.mm)
1-5502 neutre	33	3	6	18	191,9	492	110	395	986,12	50506,75
2-5502 neutres	33	3	6	18	98,8	468	93,5	434	1039,60	25594,64
3-5502 neutre	33	3	6	18	80,0	488	97,6	567	1167,40	21158,30

➤ **TR144+2.5%NC**



**Figure IV.3.2.** Courbe de traction sur éprouvette 5502+2.5%.

On garde le même protocole d'essais et on ajoute aux éprouvette 2.5% de noir de carbone. La figure 3.IV et le tableau IV.6 donnent une idée sur les résultats de l'essai de traction sur quatres éprouvettes taillées dans la même plaque. Les résultats obtenus montrent une similitude de

forme des courbes avec un décalage dans la valeur. Cela est dû à l'ajout du noir de carbone et la zone élastique devient plus importante.

N°	G mm	a <sub>0</sub> mm	b <sub>0</sub> mm	S <sub>0</sub> mm <sup>2</sup>	ΔL <sub>rup</sub> mm	F <sub>max</sub> N	F <sub>rup</sub> N	F <sub>0,1%</sub> N	W <sub>max</sub> (N.mm)	W <sub>rup</sub> (N.mm)
1- 5502+2.5nc%	33	3	6	18	8,0	446	89.1	337	919,89	2419,61
2- 5502+2.5nc%	33	3	6	18	11,9	416	83.0	298	878,37	3097,47
3- 5502+2.5nc%	33	3	6	18	5,1	405	80.9	402	865,93	8308,05
- 5502+2.5nc%	33	3	6	18	34,5	428	85.4	164	353,84	2104,03

## **B) Essai de choc**

Pour les essais de résilience, nous avons élaboré deux plaques en TR 144 vierge et au noir de carbone. Après découpage des éprouvettes selon les normes, nous avons réalisé des encoches au milieu de ses dernières pour faciliter leur rupture lors du choc.

Après essais, nous avons reporté les résultats sur le tableau IV.7. Et sous forme de courbes sur la figure IV.5. Ces résultats montrent que les éprouvettes avec noir de carbone sont plus fragiles et cèdent plus facilement que les neutres. Les écarts de résilience pour les deux cas avec et sans noir de carbone sont minimes, ce qui donne une idée sur la fiabilité des résultats et l'homogénéité des éprouvettes.

Résilience (j/m <sup>2</sup> )	
TR 144 neutre	TR 144 + 2.5 % noir de carbone
0.36	0.077
0.16	0.077
0.21	0.098
0.18	0.075
0.20	0.045
0.22	0.066

## **C) Calorimétrie différentiel à balayage pour polyéthylène chargé de noir de carbone**

### **Interprétation des courbes**

De petites quantités de noir de carbone sont souvent ajoutées au PE-HD pour en modifier les caractéristiques mécaniques. pour objet de déterminer par la DSC la température des transformations physico-chimiques (fusion, de cristallisation, et la transition vitreuse)

#### **Conditions expérimentales**

Echantillons: PE-HD neutre avec 2.7 %, de noir de carbone

Cellule de mesure: DSC netszsch

Préparation des échantillons: pastilles de 10 mg environ dans des creusets en aluminium

Vitesse de chauffe: 20 c /10 K/min

### **Résultats**

Le but de ce travail est faire la comparaison entre les deux échantillons un echantillon avec un pehd neutre et l'autre echantillon avec un pehd chargé de noir de carbone

Les mesures DSC des différents échantillons ont montrées que Le large pic du PE-HD est légèrement visible.

l'effet du noir de carbone sur les température des transformations physico-chimiques (fusion, de cristallisation, de transition vitreuse.

Figure. 1 de l'échantillon-1 montre la courbe DSC pour un polymère polyéthylène haute densité (PEHD). A partir de cette courbe, nous avons observé que la température de fusion et de cristallisation pour HDPE neutre est de 123,7 °C et 126.0 °C respectivement. Du graphe supérieur, il est remarquable que le polymère a commencé à perdre sa forme solide à environ 23 °C, ce qui est considéré comme la température de transition vitreuse du PEHD. Il est à noter que les polymères entièrement cristallins n'ont pas de transition vitreuse et leur structure reste intacte jusqu'au point de fusion. Pour cette raison, le polyéthylène (HDPE) est considéré comme un polymère semi-cristallin.

## **Conclusion**

L'objectif principal de ce mémoire est de mettre en évidence l'effet du noir de carbone sur la résistance du PEHD.

1. il a été montré que les propriétés mécaniques sont fortement dépendantes de la morphologie spécifiques ainsi que ceux développée au cours des procédés.
2. L'incorporation de noir de carbone en HDPE a agi comme un additif de renforcement.

Enfin, Il est à noter que la mise au point des propriétés physiques des polymères semi cristallins orientés est bénéfique pour comprendre les principes fondamentaux associée aux propriétés de la structure. et pourrait être utilisée pour la mise au point de nouveaux polymères qui présentent des propriétés améliorées

## Bibliographie

1. Etienne, S. Et L. David, Introduction à la physique des polymères. 2002, Dunod.
2. Rault, J., Les polymères solides. 2002, CEPADUES.
3. Halary, J.L., et al, Mécanique des matériaux polymères. Echelles ed. 2008, Belin
4. S.H. Hamid. Handbook of polymer degradation. CRC, 2000.
5. Mendes, L.C., et al., Mechanical, thermal and microstructure evaluation of HDPE after weathering in Rio de Janeiro City. *Polymer Degradation and Stability*, **79**(3), p. 371-383, 2003.
6. Philippart J.L. et Gardette J.L. Thermo-oxidation of isotactic polypropylène in 32O<sub>2</sub>-36O<sub>2</sub>, comparison of type mechanisms of thermo-and photo-oxidation, *Polymer Degradation and Stability*, Vol.73, 185-187, 2001.
7. Hsuan, Y.G. and Koerner, R.M.. Antioxidant Depletion Lifetime in High Density Polyethylene Geomembranes, *Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering*, Vol. 124, No. 6, June, pp.532-541, 1998.
8. Hsuan Y.G. Approach to the study of durability of reinforcement and yarns in geosynthetics clay liners, *Geotextiles and Geomembranes*, Vol.20, p.63-76 , 2002.
9. F. Djouani, E. Richaud, B. Fayolle, et J. Verdu. Investigation of model fuel effects on
10. thermal oxidation of polyethylene. In V International Conference on Times of Polymers (TOP) and Composites. AIP Conference Proceedings, 1255, 7-9, 2010.
11. Koerner R.M., Koerner G.R. and Hsuan Y.G. (2012). Lifetime Prediction of Laboratory UV Exposed Geomembranes: Part I – Using a Correlation Factor. GRI Report #42, Geosynthetic Institute, Folsom, PA, U.S.A
12. Kay, D., Blond, E. And Mlynarek, J. Geosynthetics Durability, A Polymer chemistry Issue. Proceeding on the 57th Canadian Geotechnical Conference, 2004.
13. Klemchuk P.P. Horng P.L Perspectives on the stabilization of hydrocarbon polymers against thermo-oxidative degradation, *Polymer Degradation and Stability*, vol.7, 131-151, 1984.
14. Weiland M., Daro A., David , Biodegradation of thermally oxidized Polyethylene, *Polymer Degradation and Stability*, Vol 48, 275-289, 1995.

15. Bonhomme S., Cuer A., Delort A-M., Lemaire J., Sancelme M., Scott G.  
Environmental biodegradation of polyethylene, *Polymer Degradation and Stability*, Vol.81, 441-452, 2003.
16. Fayolle B., Colin X., Audouin L., Verdu J. Mechanism of degradation induced embrittlement in polyethylene, *Polymer Degradation and Stability*, vol. 92(2), 231-238 . 2007.
17. Richaud E., Colin X., Fayolle B., Audouin L., Verdu J. Induction period in the low temperature thermal oxidation of saturated hydrocarbons :example of polyethylene ,*International Journal of Chemical Kinetics*, Vol.40(12), 769-777, 2008.
18. Khabbaz F., Albertsson A.C., Karlsson S. Chemical morphological changes of Environmentally degradable polyethylene films exposed to thermo-oxidation. *Polymer Degradation and Stability*, 63, 127-138, 1999.
19. Fayolle B., Richaud E., Colin X., Verdu J. Review: Degradation-induced embrittlement in semi-crystalline polymers having their amorphous phase in rubbery state, *J. Mater. Sci.*, vol. 43, 6999-7012 , 2008.
20. Fayolle B, Fragilisation des polymères induite par dégradation, aspects cinétiques, *Habilitation à Diriger des Recherche* . 2009.
21. J. W. Tambllyn, *App. Polym. Symposia*, 4, 119 1967.
22. Zhang, X.M., Elkoun, S., Ajjji, A. And Hunneault, M.A. (2004). Effect of Crystalline Structure on Tear Resistance of LDPE and LLDPE-blown Films, *J. Plast. Film. Shtg.* 20(1), 43–53. 2009
23. Lu, J.J. and Sue, H.J. Morphology and Mechanical Properties of Blown Films of a Low-density Polyethylene/Linear Low-density polyethylene Blend, *J. Polym. Sci. Part B: Polym. Phys.*, 40(6): 507–518. 2002.
24. Zhang, X.M., Elkoun, S., Ajjji, A. And Hunneault, M.A. Oriented Structure and Anisotropy Properties of Polymer Blown Films: HDPE, LLDPE and LDPE, *Polymer*, 45(1): 217–229. 2004.
25. C.R. López Barrón, J. R. Robledo-Ortiz, D. Rodríguez, and González-Núñez, R. Film Processability, morphology, and Properties of Polyamide-6/low Density Polyethylene Blends, *Journal of Plastic film & Sheeting*, Vol. 23, No. 2, 149-169 2007

- [26]. Fu, Q., et al., Understanding of the tensile deformation in HDPE/LDPE blends based on their crystal structure and phase morphology. *Polymer*, **44**(6): p. 1927-1933. 2003
- [27]. Wypych G., *Handbook of Material Weathering*, 2nd Edition, chemtec Publ., , 328-337, 505. 1995Canada
- [28]. Christie R. M., *Pigments, Structures and Synthetic Procedures*, Oil & Colour Chemists Association, Scotland 9.1993,
- [29]. Davis A., Sims D., *Weathering of Polymers*, Applied Science Publishers, London (1983).
- [30]. Bigger S. W., Delatycki O., *J. Mat. Sc.*, **24** 1946-52. 1989,
- [31]. Donnet J.B. and Voet A. *Carbon Black*. Dekker, New york, 1976.
- [32]. Medalia A.I. *Carbon-black-polymer composites : the physics of electrically conducting composites. Nature of carbon black and its morphology on composites.* New York : M.Dekker, 1982.
- [33]. Mwila J., Mirafab M., Horrocks A. R., *Effect of Carbon Black on the Oxidation of Polyolefins – an overview*, *Pol. Deg. Stab.*, **44** 351-356.1994
- [34]. Kovacs E., Wolkober Z., *The Effect of the Chemical and Physical Properties of Carbon Black on the Thermal and Photooxidation of Polyethylene*, *J. Pol. Sc.*, Symposium No 57, 171-180. 1976
- [35]. Wolff S, Donnet J-B. *Rubber Chem Technol*;63:32. 1990
- [36]. Brennan JJ, Jermyn TE, Bonnstra BB. *J Appl Polym Sci*;8:2687. 1964
- [37]. John V. Accorsi john v. accorsi impact de la morphologie et de la dispersion du noir de carbone sur la resistance du polyethylene au vieillissement Billerica, Massachusetts, **USA** International Wire and Cable Symposium, Atlantic City, 18 novembre 1999
- [38]. Donnet J-B. *Rubber Chem Technol*;71:3231998
- [39]. Kanai T and Campbell GA. *Film processing*. Cincinnati, Ohio: Hanser/Gardner Publications, 1999.
- [40]. Zhang, X.M., Elkoun, S., Aji, A. and Hunneault, M.A. (2004). Effect of Crystalline Structure on Tear Resistance of LDPE and LLDPE-blown Films, *J. Plast. Film & Shtg.*, 20(1): 43–53.

- [41]. Kim, S., Fang, Y.L., Lafleur, P.G. and Carreau, P. (2004). Dynamics and Criteria for Bubble Instabilities in a Single Layer Film Blowing Extrusion, *Polym. Eng. Sci.*, 44(2): 283–302.
- [42]. ASTM-D-1505 Standard Test Method for Density of plastics by the density-gradient column method 2001
- [43]. ASTM-D-1238 Standard Test Method for Melt flow rates of thermoplastics by extrusion plastomer 2004