

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية  
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

UNIVERSITÉ BADJI MOKHTAR - ANNABA  
BADJI MOKHTAR – ANNABA UNIVERSITY



جامعة باجي مختار – عنابة

Faculté : Sciences De L'ingénierat

Département : Génie Mécanique

Domaine : Science et Technique

Filière : Génie Mécanique

Spécialité : Génie Des Matériaux

## Mémoire

Présenté en vue de l'obtention du Diplôme de Master

Thème :

**RUPTURE DES TUBES EN HDPE SOUS LE MODE  
IMPACT(Charpy) : EFFETS DE QUELQUES MILIEUX  
AGRESSIFS**

Présenté par : *Lalaymia Imene*

Encadrant : *Chaoui kamel*

Professeur

UBM-ANNABA

## Jury de Soutenance :

Zemouri Zahia	Professeur	UBM-Annaba	Président
Chaoui kamel	Professeur	UBM-Annaba	Encadrant
Merabtine Abd el madjid	MCB	UBM-Annaba	Examineur

Année Universitaire : 2020/2021

## REMERCIEMENTS

A dieu la tout puissant de m'avoir donné le courage, la santé, et m'a accordé son soutien durant les périodes les plus difficiles.

Je voudrais remercier mon encadreur Pr : **Kamel Chaoui** professeur à l'université d'Annaba le témoignage de ma profonde reconnaissance pour les conseils qu'ils ont de me prodiguer au cours de ce travail.

Je remercie les membres du jury, pour l'honneur qu'ils nous ont accordé en acceptant de juger notre travail.

Je remercie aussi l'ensemble des enseignants du département de génie mécanique, qui ont contribué à notre formation.

Je remercie aussi l'ensemble du personnel de laboratoire lr3mi et je remercie aussi Dr.Melais Zohra pour sa participation aux essais réalisée au niveau du département de génie civil, je remercie aussi l'unité AMM –SIDER et Mme.Hamloui qui 'ils ont participé aux travaux d'usinage.

Je remercie aussi mon très cher ami. Je remercie vivement tous ceux qui nous ont aidés à élaborer cet ouvrage.

MERCI.

# Dédicace

C'est avec l'aide de Dieu, que j'ai pu réaliser ce travail que je dédie à

**Mon père, ma mère, mes grandes parents, mes frères**

Pour leur bienveillance et leur abnégation de m'avoir encouragé à  
terminer mon travail dans les meilleures conditions.

A tous mes ami(e)s en particulier les compagnons du long chemin  
avec tous mes vœux de succès. A tous ceux que j'aime.

**A tous ceux que j'aime.**

**A tous ceux qui m'aiment.**

*Lalaymia*

*imene*

## Sommaire

### **CHAPITRE I :Etude bibliographique sur la rupture des tubes en hdpe sous le mode impact**

I.1 Introduction :	1
I.2 Le matériau polyéthylène :	1
I.2.1 Histoire et développement :	2
I.2.2 Polyéthylènes de haute densité (HDPE) :	2
I.2.3 Structure et morphologie du PE :	3
I.3 Tubes en polyéthylène :	4
I.3.1 Caractéristiques usuelles :	4
I.3.2 Avantages :	5
I.3.3 Utilisation :	5
I.3.4 Aspect.....	5
I.3.5 Dimensions.....	5
I.3.6 Conditionnement .....	5
I.3.7 Stockage .....	5
I.3.8 Propriétés des polyéthylènes à haute densité .....	6
I.4 Mode d'obtention des polyéthylènes à haute densité .....	8
I.4.1 Le polyéthylène un choix durable .....	8
I.4.2 Contrôle du polyéthylène à haute densité .....	9
I.4.3 L'extrusion comme procédé de mise en œuvre .....	9
I.5 Généralités sur les essais mécaniques .....	11
I.5.1 Essais mécaniques .....	11
I.5.2 Essai de traction .....	11
I.5.3Essai de compression .....	11
I.5.4 Essai de flexion .....	12
I.5.5 Essai de cisaillement .....	12
I.5.6 Essai de torsion :	13
I.6 Essai de Charpy.....	13
I.6.1 Principe de l'essai Charpy.....	13
I.6.2 Le mouton pendule Charpy .....	14
I.6.3 Utilisation des éprouvettes non standards .....	14
I.6.4 Réalisation de l'essai.....	15

I.7 Vieillessement physique .....	16
I.7.1 Influence de l'environnement chimique sur les polymères.....	16
I.7.2 Environnemental Stress Cracking (ESC) .....	16
I.7.3 Facteurs influençant l'ESC.....	17
I.7.4 Facteur de contrainte .....	17
I.8. Agents agressifs .....	17
I.8.1 Cas des solvants organiques .....	18
I.8.2 Acide sulfurique .....	18
I.8.3 Eau distillée .....	19
I.8.4 Hypochlorite de sodium :.....	19
I.8.5 Toluène- Méthanol .....	19
I.9 Synthèse .....	20

## **CHAPITRE II : Methodes experimentales d'essais de choc sur tubes en HDPE soumis a un vieillissement**

II.1 Introduction .....	22
II.2 Description du matériau.....	22
II.2.1 Matériau .....	22
II.2.2 Notion de MRS .....	23
II.2.3 Notion de SDR.....	23
II.2.4 Correspondance MRS/SDR .....	24
II.2.5 Dimensionnement du tube en polyéthylène (PE).....	24
II.2.6 Marquage du tube en PE .....	24
II.2.7 Domaine d'emploi .....	25
II.3 Conditions d'usinage du HDPE.....	25
II.4 Facteurs influençant la qualité de surface en tournage.....	26
II.5 Préparation de l'éprouvette non standard .....	26
II.5.1 Opération de tournage.....	27
II.5.2 Opération de fraisage .....	28
II.5.3 Préparation des entailles .....	28
II.5.4 Conditions expérimentales avant essai .....	29
II.6 Preparation des milieux .....	35
II.7 Déroulement des essais de choc .....	35
II.7.1 Le mouton pendule Charpy.....	36

## **CHAPITRE III : Etude de l'absorption des fluides par des eprouvettes sous forme d'arcs**

III.1 Introduction .....	38
III.2 Procédure expérimentale .....	38
III.3 Résultats et Analyse .....	40
III.3.1 Mesure de pH.....	40
III.3.2 Absorption massique .....	40
<b>III.4 Conclusion.....</b>	<b>46</b>
<b>CHAPITRE IV : Etude de la résistance au choc du tube HDPE vieilli dans des milieux agressifs .</b>	
IV.1 Introduction :.....	48
IV.2 Approche expérimentale .....	51
IV.2.1 Eprouvettes d'essai de choc .....	51
IV.2.2 Mesure des sections réelles .....	53
IV.3 Résultats .....	57
IV.3.1 Rupture d'éprouvettes non standards .....	57
IV.3.2 Air ambiant.....	58
IV.3.3 Eau distillé (DW).....	60
IV.3.4 Résultats du milieu Hypochlorite de Sodium (Eau javellisée).....	61
IV.3.5 Résultats du milieu H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> .....	62
IV.3.6 Résultats du milieu Toluène Méthanol.....	63
IV.4 Interprétations et discussions des résultats.....	64
IV.5 Conclusion .....	67
<b>CONCLUSION GENERALE .....</b>	<b>69</b>
<b>References bibliographies .....</b>	<b>71</b>
<b>ANNEXE : .....</b>	<b>76</b>

## **LISTE DES FIGURES**

*Figure I.1: Microstructure d'un polyéthylène.*

*Figure I.2: Matière première PE sous forme de granulés et tube HDPE.*

*Figure I.3: Ligne d'extrusion de tube en polyéthylène.*

*Figure I.4: Les différentes fonctions de l'extrudeuse, et l'impact sur la forme de la vis.*

*Figure I.5: Dispositif de traction uni axial.*

*Figure I.6: Présentation essai de compression.*

*Figure I.7: Dispositif de flexion trois points.*

*Figure I.8: (a) Schéma illustrant le principe de l'essai de cisaillement*

*Figure I.9: Principe de l'essai de torsion.*

*Figure I.10: description machine d'essai.*

*Figure I.11: (a) Proportions standard pour l'échantillon en forme d'arc .*

*Figure I.12: Surface de fracture de l'échantillon après essai.*

*Figure I.13: Diffusion d'eau dans un matériau polymère.*

*Figure II.1: Tube HDPE destiné à la distribution de l'eau potable.*

*Figure II.2 : exemple des dimensions des tubes HDPE.*

*Figure II.3: Exemple de marquage d'un tube d'eau potable.*

*Figure II.4: l'outil de tournage utilisé pour découper les anneaux.*

*Schéma II.1: opération d'usinage pour obtenir des éprouvettes en forme d'arc avec entaille.*

*Figure II.6: géométrie et dimensions selon ASTM 399-90.*

*Figure II.7: Préparation des éprouvettes.*

*Figure II.8: Machine d'outil, Tour type TOS TRENCIN-SN40.*

*Figure II.9: découpage des éprouvettes avec une fraise scie.*

*Figure II.10: éprouvette entaillé avec fraisage.*

*Figure II.11: l'outil utilisé pour réaliser les entailles.*

*Schéma II.2: Opération préliminaires de préparation pour l'essai.*

*Figure II.13: Dispositif de l'essai de choc ZWIKI 5113.*

*Figure II.14: Le différent mouton pendule 7,5 J, 15J, 25J.*

*Figure III.1: Spécimens pour tests de d'absorption. .*

*Figure III.2: éprouvette avec fil et étiquette.*

*Figure III.3: Bocal en verre pour l'immersion des éprouvettes.*

*Figure III.4: Balance OUHAUS instrument.*

*Figure III.5: PH mètre.*

*Figure III.6: courbe de tendance des masses après (7j ,14j ,28j) d'exposition dans DW.*

*Figure III.7: courbe de tendance des masses après (7j ,14j ,28j) d'exposition dans Eau de javel.*

*Figure III.8: courbe de tendance des masses après (7j ,14j ,28j) d'exposition dans H2SO4.*

*Figure III.9: courbe de tendance des masses après (7j ,14j ,28j) d'exposition dans TM.*

*Figure IV.1 : Courbe type charge-déplacement de Charpy instrumenté Pour le matériau HDPE-100*

*Figure IV.2 : Evolution de la ténacité de Charpy du HDPE en fonction de la T° et des propriétés physiques (Pigmentation, MFI et Masse volumique).*

*Figure IV.3 : Evolution de la ténacité de Charpy du HDPE en fonction de la T° et des propriétés physiques (Pigmentation, MFI et Masse volumique)*

*Figure IV.4: Eprouvette sous forme d'arc pour essai de choc selon la norme ASTM E 399-10.*

*Figure IV.5 : Vues de l'éprouvette d'essai montée sur les appuis de la machine ; (a) côté externe du tube et (b) côté interne.*

*Figure IV.6: tableau d'affichage numérique de la machine.*

*Figure IV.7: éprouvettes après la réalisation de l'essai.*

*Figure IV.8 : Echantillons d'éprouvettes des groupes 2 et 3.*

*Figure IV.9: Représentation des résultats de la résilience après (7j, 14j, 28j) d'exposition dans Eau distillé(DW) avec l'air ambiant.*

*Figure IV.10: Représentation des résultats de la résilience après (7j, 14j, 28j) d'exposition dans l'eau de javel avec l'air ambiant.*

*Figure IV.11: Représentation des résultats de la résilience après (7j, 14j, 28j) d'exposition dans H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> avec l'air ambiant.*

*Figure IV.12: Représentation des résultats de la résilience après (7j, 14j, 28j) d'exposition dans TM avec l'air ambiant.*

*Figure IV.13.: Récapitulation des résultats des résiliences moyennes des 4 milieux (TM, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, DW, Eau de javel) et comparées avec l'air ambiant.*

## **LISTE DES TABLEAU**

*Tableau I.1: Composition de base.*

*Tableau I.2: Quelques propriétés mécanique des tubes en HDPE.*

*Tableau I.3: Quelques propriétés physiques du HDPE.*

*Tableau I.4: Quelques Propriétés thermiques du HDPE.*

*Tableau II.1: MRS du Polyéthylène tubulaire.*

*Tableau II.2: Correspondance MSR/SDR pour les tubes d'eau potable.*

*Tableau II.3: Dimensions et masse initiale des éprouvettes (air).*

*Tableau II.4: Dimensions et masse initiale des éprouvettes (DW).*

*Tableau II.5: Dimensions et masse initiale des éprouvettes(Javel) .*

*Tableau II.6: dimensions et masse initiale des éprouvettes(H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) .*

*Tableau II.7: dimensions et masses initiales des éprouvettes(TM) .*

*Tableau II.8: les différents milieux pour cette étude.*

*Tableau III.1: Valeurs des PH pour les agents chimique.*

*Tableau III.2: les résultats obtenus après l'immersion des éprouvettes dans DW après*

*Tableau III.3: les résultats obtenus après l'immersion des éprouvettes dans L'eau de javel*

*Tableau III.4 : les résultats obtenus après l'immersion des éprouvettes dans H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.*

*Tableau III.5: les résultats obtenus après l'immersion des éprouvettes dans TM après.*

*Tableau III.6: Somme des masses moyennes après (7j, 14j, 28j) d'exposition dans (DW, Eau de javel, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, TM).*

*Tableau VI.1: Dimensions des éprouvettes destinées au milieu de conditionnement air ambiant (Air ; as-received).*

*Tableau VI.2: Dimensions des éprouvettes destinées au milieu de conditionnement eau distillée (DW).*

*Tableau VI.3: Dimensions des éprouvettes destinées au milieu de conditionnement Hypochlorite de Sodium (HClO<sub>2</sub>-, Eau chlorée).*

*Tableau VI.4: Dimensions des éprouvettes destinées au milieu de conditionnement Acide Sulfurique (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>).*

*Tableau VI.5: Dimensions des éprouvettes destinées au milieu de conditionnement Toluène-Méthanol 50%-50% (TM 50-50).*

*Tableau VI.6: résultats de l'énergie pour les éprouvettes qui ne sont pas exposé a aucun milieux (Air ambiant).*

*Tableau VI.7: Résultats d'essai des éprouvettes destinées au milieu de conditionnement eau distillée (DW) .*

*Tableau VI.8: Résultats d'essai des éprouvettes destinées au milieu de conditionnement eau distillée (Eau de javel).*

*Tableau VI.9: Résultats d'essai des éprouvettes destinées au milieu de conditionnement eau distillée (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>).*

*Tableau VI.10: Résultats d'essai des éprouvettes destinées au milieu de conditionnement eau distillée (TM).*

*Tableau VI.11: valeur moyenne de la résilience pour tous les milieux.*

# NOTATION

*HDPE = polyéthylène haute densité*

*PE = polyéthylène*

*ESC = Fissuration sous contrainte environnementale : Environmental Stress Cracking*

*MDPE = moyenne densité polyéthylène*

*PP = propylène*

*LDPE = Basse densité polyéthylène*

*PEDR = polyéthylène basse densité radicalaire*

*SDR : standard dimensional ratio*

*D=diamètre extérieur (mm)*

*P= pression interne (Bar)*

*D=diamètre extérieur (mm)*

*K<sub>IC</sub>=facteur d'intensité des contraintes critique (MPa.m<sup>1/2</sup>)*

*MRS= minimum required strength (contrainte minimale requise) (MPa)*

*a =Longueur de l'entaille (mm)*

*SCG = Slow Crack Propagation*

*G<sub>IC</sub> \ J<sub>IC</sub> = énergie critique en mode de rupture I (ouverture) (kJ/m<sup>2</sup>)*

*B = épaisseur d'éprouvette (mm)*

*W= largeur de l'éprouvette (mm)*

*L = la longueur du ligament (mm)*

*SENT = single edge notched test*

*e= Epaisseur de la paroi du tuyau (mm)*

*G<sub>c</sub> = Taux critique de restitution d'énergie (KJ/m<sup>2</sup>)*

*G<sub>I</sub> =Taux de restitution d'énergie élastique (KJ/m<sup>2</sup>)*

*G<sub>1c</sub> =Taux de rejets d'énergie (KJ/m<sup>2</sup>)*

*E<sub>rel</sub> =constante d'élasticité*

*E<sub>rup</sub> = Energie absorbée par l'éprouvette lors de la rupture (mJ)*

*E =Module de Young (MPa)*

*η<sub>rel</sub> = Constante de raideur*

$\eta_0$  = Amortisseur de viscosité

$\sigma_0$  = Charge constante (N)

$\sigma$  = Contrainte globale maximale. (MPa)

$\varepsilon_0$  = Déformation élastique

$\varepsilon_{v(t)}$  = Déformation visqueuse

$t$  = Temps (S)

$\varepsilon_{tot}(t)$  = Déformation totale (MPa /m<sup>2</sup>)

$T_N$  = Point de fusion

$N$  = Nombre des maillons

$\frac{\sigma_0}{\varepsilon_{tot}(t)}$  = Module de fluage

$T_{fd}$  = Température de transition

$K_c$  = Facteur d'intensité de contrainte critique (MPa m<sup>1/2</sup>)

$J$  = Intégral de contour (ou intégral de Rice)

$\rho$  = Masse volumique (g /cm<sup>3</sup>)

$\rho_c$  = Masse volumique cristalline (g /cm<sup>3</sup>)

$\rho_a$  = Masse volumique cristalline (g /cm<sup>3</sup>)

$T_g$  = Température de transition vitreuse (K)

$\theta$  = Normale au plan de glissement

$\tau$  = Contrainte de cisaillement ou de glissement (MPa)

$\sigma_y$  = Contrainte d'écoulement

$\sigma_1; \sigma_2; \sigma_3$  = Contraintes principales (MPa)

$P$  = Pression hydrostatique (MPa)

$\mu$  = Coefficient de frottement

$\sigma_{yc}$  = Seuil de plasticité en traction uniaxiale

$\sigma_{yt}$  = Seuil de plasticité en compression uniaxiale

$E_{rup}$  =Energie absorbée par l'éprouvette lors de la rupture (mJ)

$w$  =Largeur de l'éprouvette (mm)

$dE$  =Rapport d'énergie

$bw\phi$  =Énergie cinétique soustraite (mJ)

$K_c$  =Contrainte critique

$J$  =Intégral de contour (ou intégral de Rice)

$\nu$  =Coefficient de Poisson

$r$  = Rayon du tube (mm)

$r_{int}$  =Rayon intérieur (mm)

$r_{ext}$  = Rayon extérieur (mm)

$x$  = Rapport de la longueur de fissure par la largeur d'éprouvette

$U$  = Energie de rupture d'impact. (KJ/m<sup>2</sup>)

$\phi$  = Fonction de correction.

$\delta$  = Déplacement (mm)

$\alpha$  = Constante géométrique.

$S$  = Distance entre appuis (mm)

$M$  =Masse molaire (g/mol)

$n$  = Degré de polymérisation

$N$  = Nombre de mayons

$\ln$  = Logarithme népérien

$S$  =Distance entre appuis

$H_0$  =Hauteur correspond à une énergie de départ

$\frac{\Delta m}{m}$  = Rapport changement de masse sur masse initiale

$m_0$  =Masse initial

$RG$  = Régulière

$IRG$  = Irrégulière

$F$  = Fraise

$R$  =Rasoir

$S = \text{Scie}$

$\Delta m = \text{Variation de masse}$

$M_F = \text{Masse finale}$

$M_{0i} = \text{Masse initiale avec fil et étiquette}$

$M_{07} = \text{Masse après 7 jours}$

$M_{014} = \text{Masse après 14 jours}$

$M_{028} = \text{Masse après 28 jours}$

## Résumé

L'utilisation des tubes en polyéthylène de haute densité (HDPE) pour le transport sous pression a considérablement augmenté ces dernières années pour des raisons d'efficacité et d'économie. Cette étude s'intéresse à la dégradation d'éprouvettes sous forme d'arcs prélevées de tube en polyéthylène de haute densité de 200mm de diamètre externe. Un vieillissement dans 4 milieux différents de durées 7, 14 et 28 jours est imposé aux éprouvettes dans les conditions de laboratoire. Les milieux ciblés sont l'eau distillée (DW), l'hypochlorite de sodium, l'acide sulfurique ( $H_2SO_4$ ) concentré à (20%) et le mélange équimolaire de toluène méthanol. La quantification des effets de l'interaction solide-liquide a été investiguée en deux parties. Des expérimentations d'absorption du liquide ont été menées pour déterminer l'évolution des gains en masse ( $\Delta m/m_0$ ). Ensuite, la mesure de la résilience a été effectuée sur des éprouvettes préparées du tube. La résilience du HDPE exposé à l'air libre est en moyenne égale à environ 16 kJ/m<sup>2</sup> suivant la méthode utilisée. Les 4 milieux de l'étude affectent de manières différentes la résilience du tube HDPE. Pour l'eau distillée, la résilience a augmenté entre 7 et 14 jours et les changements observés ne sont assez importants. Pour l'hypochlorite de Na, la résilience a augmenté de manière uniforme entre 7j et 28j. Dans le cas de l'acide sulfurique, les valeurs de la résilience sont presque les mêmes pour la 3 durées. Cependant, elles sont toutes en dessous de celle de l'air. Enfin, pour le solvant TM, la résilience a augmenté de manière uniforme de 20,06 kJ/m<sup>2</sup> jusqu'à 38,42 kJ/m<sup>2</sup> respectivement à 7 jours et à 28 jours dépassant ainsi celle de l'air ambiant.

## Abstract

The use of high-density polyethylene (HDPE) pipes for pressurized transport has increased dramatically in recent years because of higher efficiency and more economy. This study examines the degradation of arc test specimens machined from 200mm OD HDPE tubing. Aging in 4 different environments for periods of 7, 14 and 28 days is imposed on the test pieces under laboratory conditions. The target media are distilled water (DW), sodium hypochlorite, sulfuric acid ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) concentrated at 20% and an equimolar mixture of toluene methanol. The quantification of the effects of solid-liquid interaction was investigated in two ways. Liquid absorption experiments were carried out to determine the evolution of mass gains ( $\Delta m/m_0$ ). Then, the measurement of the resilience was carried out on prepared test pieces. The resilience of as-received HDPE (exposed to free air) is on average is  $\sim 16 \text{ kJ/m}^2$  depending on the employed method. The liquid media affected the values of the resilience of HDPE pipe in different ways. For distilled water, the resilience increased between 7 and 14 days and the observed changes are not large enough. For sodium hypochlorite, the resilience increased uniformly between 7 and 28 days. In the case of sulfuric acid, the resilience values are almost the same for the 3 periods. However, they are all below that of the air (as-received). Finally, for the TM solvent, the resilience increased uniformly starting at 20.06 to 38.42  $\text{kJ/m}^2$  respectively at 7 and at 28 days, thus exceeding that of the ambient air case.

# Introduction Générale

Les polymères représentent une classe importante des matériaux dans la vie moderne. La famille des polymères semi-cristallins reste très sollicitée car elle présente des avantages multiples. Il englobe le polyéthylène à haute densité, le Nylon, le PVC et le polyéthylène téréphtalate entre autres. Ils sont des matériaux à intérêts technologiques particuliers de par leur grande déformabilité associée à de bonnes propriétés mécaniques.

Le phénomène de fissuration sous contrainte environnementale (ESC : Environmental Stress Cracking) est l'une des causes prépondérantes de l'endommagement des canalisations enfouies construites en polyéthylène de haute densité (pipes en HDPE). Aussi la pression des fluides transportés dans les tubes favorise la propagation de fissures qui sont soutenues par d'autres paramètres comme la concentration des agents chimiques. En général, l'agressivité du milieu engendre la dégradation des pipes et fait diminuer la durée de vie.

L'objectif de cette étude est d'investiguer les effets des environnements chimiques sur la résistance des pipes en HDPE sous le mode choc. Ceci est réalisé par la détermination de la résilience en utilisant pour cette étude des éprouvettes usinée en forme d'arc.

**CHAPITRE I**

**ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE SUR LA  
RUPTURE DES TUBES EN HDPE SOUS  
LE MODE IMPACT**

## **I.1 Introduction :**

Le succès des pipes en polyéthylène de haute densité (HDPE) dans les applications de transport de fluides a été atteint grâce à une longue histoire d'évolution, la première génération en 1950, la deuxième génération en 1970 (PE 80), la troisième génération en fin des années 1980 (PE 100) et arrivant à 2011 le PE 125. Il est possible à présent d'avoir un polyéthylène (PE) qui fournisse un bon accommodement entre résistance, rigidité, robustesse et durabilité sous pressions à long terme en service sous l'influence de la charge du sol et de l'environnement. Malgré l'évolution et l'optimisation des procédés de fabrication des pipes en HDPE, ainsi que l'ajout des additifs limitant son oxydation en service, sa rupture fragile reste un majeur inconvénient. L'utilisation ascendante des matériaux polymères dans de nouvelles applications technologiques demande le recours à des méthodologies et à des techniques d'essai nouvelles dans le but d'établir leur culpabilité à résister aux charges de service. La seule connaissance des caractéristiques mécaniques déduites de l'essai de traction est en général insuffisante, puisque des ruptures obtenues pour des contraintes inférieures à la limite d'élasticité dans des conditions particulières peuvent rendre le matériau fragile. Ces conditions ont un facteur commun qui est une concentration de contrainte liée à la présence d'un défaut et elles varient fortement en fonction de la température, de la vitesse de déformation ou de géométrie des pièces sollicitées. Un des moyens le plus classique et le plus ancien pour caractériser la fragilisation du matériau sous l'action d'un choc est l'essai de résilience. L'essai de choc instrumenté a gagné considérablement de place ces dernières années grâce à son approche pratique et le fait qu'il permette de donner la ténacité dans les conditions les plus critiques sachant la vitesse de déformation et la configuration de l'entaille.

## **I.2 Le matériau polyéthylène :**

Le polyéthylène à haute densité (HDPE) est un polymère semi-cristallin. La famille des polyéthylènes comporte en général deux phases, l'une amorphe et l'autre cristalline. On peut aussi assimiler ces phases respectivement à un élastomère amorphe et des cristallites rigides. Les propriétés à l'état solide des polyéthylènes dépendent de plusieurs éléments : il y a la proportion des deux phases, la perfection des cristallites, la ténacité de la phase amorphe et la cohésion entre les deux phases du PE et entre cristallites eux-mêmes [1]. Dans la pratique courante, les PE sont caractérisés d'une part par leur viscosité à l'état fondu, mesurée par l'indice de fluidité, qui donne une idée de leur masse moléculaire, d'autre part par leur masse volumique qui reflète le taux de cristallinité. Ils peuvent se présenter sous plusieurs formes : polyéthylène à basse densité-haute pression ; à basse densité linéaire ; ainsi que le polyéthylène

à haute densité, ce dernier est rencontré dans plusieurs domaines d'application grâce à ces caractéristiques. Le polyéthylène à haute densité a une excellente stabilité chimique, et une meilleure tenue aux radiations, une moindre sensibilité à la fissuration sous tension (Environmental Stress Cracking ; ESC), une meilleure tenue au chaud et au froid [2].

### **I.2.1 Histoire et développement :**

Les essais réalisés sur le polyéthylène révélèrent d'excellentes propriétés diélectriques et de haute résistance. Concrètement, sa résistance à l'eau en fait un parfait isolant pour les câbles sous-marins. Pendant la deuxième guerre mondiale, la majeure partie du polyéthylène fut utilisée pour isoler les câbles dans les installations radar. Pendant les années 50, de nouvelles techniques ont été développées pour la production de polyéthylène avec différents catalyseurs et conditions d'opération tel que des productions à basse pression, les systèmes développés furent :

- a) Le procédé Standard Oil (procédé Zletz), basé sur l'emploi d'un catalyseur à l'oxyde de molybdène ( $\text{MoO}_3$ ), maintenant il est abandonné ;
- b) Le procédé Phillips utilise un catalyseur d'oxyde de chrome ( $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ) sur alumine de silice ;
- c) Le procédé Ziegler qui emploie un catalyseur de métal alkylo aluminium.

Le polyéthylène produit par les procédés précédemment cités, s'identifie comme polyéthylène linéaire ou polyéthylène à haute densité (HDPE). Comme son nom l'indique, le polyéthylène est essentiellement linéaire dans sa structure.

### **I.2.2 Polyéthylènes de haute densité (HDPE) :**

Le HDPE est un polymère thermoplastique de grande diffusion. Il fait partie de la famille des polyoléfines, au même titre que les polyéthylènes basse densité (LDPE) ou moyenne densité (MDPE), et le propylène (PP). Parmi les principales qualités du HDPE, on peut citer une bonne résilience même à basse température, une résistance aux produits chimiques, faible sensibilité à l'eau et une imperméabilité à la vapeur d'eau, ainsi que d'excellentes propriétés électriques. Ceci fait de lui un matériau de choix pour des applications variées comme l'extrusion-soufflage de corps creux, l'injection de divers articles, l'extrusion de films, de tubes et de câbles. Couramment utilisé pour ses propriétés mécaniques intéressantes et son faible coût, le HDPE est également utilisé pour les conduites de gaz du fait de sa grande résistance au fluage. Le HDPE est obtenu par une polymérisation basse pression, la cristallinité de ce polymère peut atteindre 90%, avec une plage de densité de 0,941 à 0,965  $\text{g}/\text{cm}^3$  selon la norme ASTM D883. La densité peut être abaissée par copolymérisation avec de

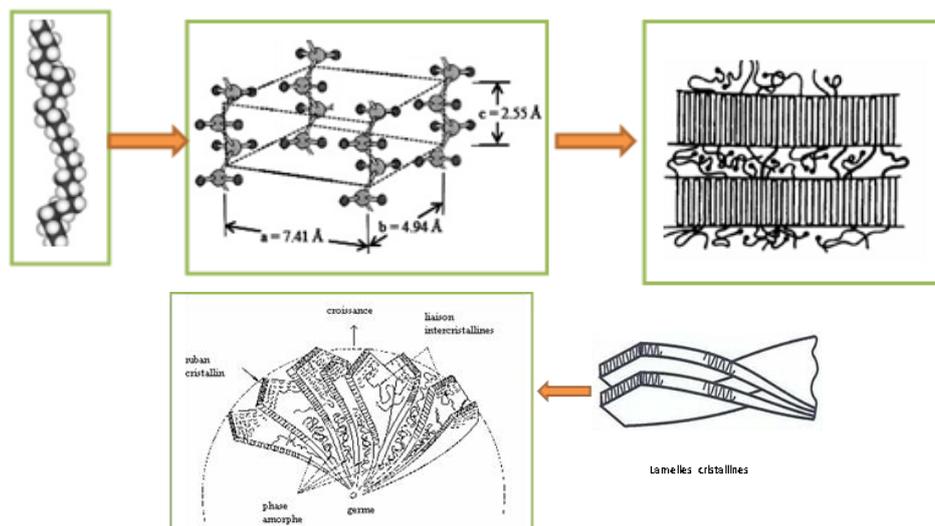
faibles quantités d'oléfines telles que le propylène, butène, ou l'hexane. Le HDPE présente une résistance et un module élevés ; ainsi, il est préféré pour une utilisation dans la fabrication de tubes en plastique. Le polyéthylène de haute densité est habituellement présent sous forme de granulés cylindriques ou lenticulaire de quelques millimètres. Ces granulés sont incolores et translucides à l'état naturel. Certaines applications nécessitent l'utilisation de composés colorés dans la masse.

### I.2.3 Structure et morphologie du PE :

L'objectif recherche ici est de définir et de décrire les différents éléments formant la microstructure du PE. La morphologie des polymères semi cristallins est très complexe, elle s'organise sur plusieurs échelles (microscopique, mésoscopique et macroscopique) ; comme le polyéthylène présente au moins deux phases différentes : la phase amorphe et la phase cristalline. Elle est analysée à plusieurs échelles, de la chaîne macromoléculaire aux sphérolites (Fig.I.1) [3].

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

- A l'échelle nanoscopique, les chaînes se replient sur elles-mêmes et peuvent ainsi participer à l'édification de lamelles. L'épaisseur des lamelles cristallines, déterminée par



**Figure I.1:** Microstructure du polyéthylène [4,5].

Diffraction des rayons X aux petits angles, est comprise entre 10 et 30 nm dans le cas du polyéthylène. Les lamelles amorphes et cristallines sont organisées sous forme d'empilements lamellaires.

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

### I.3 Tubes en polyéthylène :

Le [Tableau I.1](#) regroupe quelques spécifications pour une composition de base de tubes en PE.

**Tableau I.1** : Quelques caractéristiques et spécifications.

Caractéristique	Spécification	Paramètres	Standard d'essai
Teneur en matière volatile	$\leq 350$ mg/kg		NF EN 12099
Teneur en noir de carbone	2,0 à 2,6% en masse		ISO 6964 NF T51-140
Dispersion du noir de carbone	$\leq 3$		ISO 11420 NF T51- 142
Tenue aux composants des gaz	$\geq 20$ h	80°C, 2 MPa	NF-T54-065

#### I.3.1 Caractéristiques usuelles :

Les tubes en HDPE sont utilisés pour la distribution d'eau potable (lignes principales et branchements). La résine de polyéthylène utilisée dans la fabrication des tubes est de qualité organoleptique, elle supporte une résistance minimum exigée (RME) correspondant à au moins 10 Mega pascals pendant 50 ans, cette matière est insensible à la corrosion. Ces tubes sont fabriqués pour être résistants aux chocs et non cassants parmi ces caractéristiques :

- Légèreté et flexibilité élevées ;
- Excellente résistance aux chocs ;
- Étanchéité absolue aux gaz et aux vapeurs ;
- Forte résistance aux agents atmosphériques et aux altérations provoquées par les rayonnements ultraviolets ;
- Haute résistance aux agents chimiques et bactériologiques. Cette dernière caractéristique conseille l'utilisation de ce produit dans l'acheminement des fluides agressifs qui peuvent transiter dans les canalisations de l'industrie chimique et sidérurgique. En outre, la haute résistance aux agents bactériologiques est confirmée aussi par les recherches réalisées par l'Institut de Botanique de l'Ecole Polytechnique de Karlsruhe en Allemagne, où il a été démontré que le PE ne constitue pas un terrain nutritif pour les bactéries, les algues, les spores, etc.

- Résistance aux basses températures. L'emploi de canalisations en PE est possible à basse température ; de -40°C à + 40°C ;
- Possibilité de fabriquer des tuyaux de différentes longueurs, en respectant les possibilités de transport. Il est possible de fabriquer des tubes de longueur standard, soit en couronnes soit en barres ;

### **I.3.2 Avantages :**

Les tubes en polyéthylène possèdent les avantages suivants :

- Flexibilité surtout pour les petits diamètres ;  
Fiabilité au niveau des branchements ;
- Résistance à la corrosion ;
- Résistance chimique lors du transport des fluides toxiques ;
- Insensibilité aux mouvements de terrain (voir la norme EN 12201) ;

### **I.3.3 Utilisation :**

Tubes susceptibles d'être enterré ou non, destinés à la conduite des fluides avec pression, chargés ou non de particules solides. C'est le cas des HDPE utilisé pour la collecte et le transport des eaux usées généralement utilisés par l'ONA (Office National de l'Assainissement ; corrugated HDPE pipes).

### **I.3.4 Aspect :**

- Surfaces extérieur et intérieur propres et lisses, exemptes de défauts importants et fréquents nuisibles à sa qualité (rayures-piqures-bullesgrains-criques et soufflures)
- Filets (bandes) de repérage bleus au nombre de trois au minimum.

### **I.3.5 Dimensions :**

- Epaisseurs ;
- Diamètre nominal ;
- Ovalisation ;

### **I.3.6 Conditionnement :**

- Longueur de 6ml et 12ml, pour les produits du diamètre 125 au 630mm ;
- Couronnes de 50ml et 100ml, pour les produits du diamètre 20 au 110mm ;

### **I.3.7 Stockage :**

- A l'air libre sur des palettes ;
- protection contre la lumière solaire par une couverture opaque si la durée de stockage dépasse les 12mois ;

### **I.3.8 Propriétés des polyéthylènes à haute densité :**

#### **I.3.8.1 Taux de cristallinité :**

Le taux de cristallinité est étroitement dépendant de la structure moléculaire. Il est faible dans le cas du polyéthylène basse densité radicalaire (PEBDR), du à sa structure branchée qui empêche pratiquement les molécules de se serrer les unes contre les autres, et est élevé dans le cas du HDPE homopolymère, dû à la structure linéaire de ses chaînes qui se replient facilement pour former des cristallites. L'incorporation des branches courtes dans les chaînes linéaires, favorisant l'encombrement stérique, abaisse la cristallinité. La diminution du taux de cristallinité amène à la diminution de la densité, et par conséquent à l'augmentation de certaines propriétés mécaniques comme la résistance au choc.

#### **I.3.8.2 Masse moléculaire :**

D'une manière générale, plus les chaînes polymériques sont longues (masse moléculaire grande) plus la viscosité à l'état fondu est élevée, la mise en œuvre est plus difficile et les propriétés mécaniques sont meilleures. Dans la pratique, la détermination de l'indice de fluidité à chaud (IF) du PE, qui est inversement proportionnel à la viscosité, donne une estimation sur sa masse moléculaire.

#### **I.3.8.3 Distribution de la masse moléculaire :**

En plus de la densité et de la masse moléculaire, la répartition des masses moléculaires est un facteur qui peut aussi affecter les propriétés du PE. Un polymère avec une distribution étroite se cristallise plus rapidement avec un grand uniforme permettant d'avoir une grande rigidité et un minimum de torsion. Une large distribution assure la facilité de mise en œuvre ainsi qu'une bonne résistance au choc et à la fissuration sous contrainte.

#### **I.3.8.4 Propriétés mécaniques :**

A 23°C les polyéthylènes à haute densité sont au-dessus de leur température de transition vitreuse ( $T_v = -100^\circ\text{C}$ ), leur phase amorphe est caoutchoutique, et ceci est sensible au niveau des propriétés mécaniques. La nature para finie que du polyéthylène à haute densité, en fait un matériau avec de bonnes propriétés de frottement (surtout sous forme injectée) ; les facteurs de frottement dynamique pour une vitesse donnée sont indépendants de la pression de surface ( $s=0,15$  à  $0,25$ ), pression admissible  $\leq 10\text{N/mm}^2$ , vitesse  $\leq 2\text{m/s}$  [6].

**Tableau II.2 :** Quelques propriétés mécaniques des tubes en HDPE [6].

Propriétés	unités	HDPE
Masse volumique	g/cm <sup>3</sup>	≥0,955
Indice de fluidité (190°)	g/10 min	0,3-18
Contrainte au seuil d'écoulement (traction)	MPa	25-30
Résistance à la rupture	MPa	30-35
Allongement rupture	%	500-1100
Module d'élasticité en traction	MPa	800-1100

### I.3.8.5 Propriétés physiques :

Les polyéthylènes à haute densité sont opaques en forte épaisseur et transparents en films. L'augmentation de la cristallinité se traduit par une diminution de la stabilité et de la diffusivité (d'une part de la perméabilité) des diffusants car leur transport ne peut s'effectuer dans la phase amorphe (Tab.I.3) [7].

**Tableau I.3 :** Quelques propriétés physiques du HDPE [6].

Transmission lumineuse	Masse volumique (g/cm <sup>3</sup> )	Absorption d'eau (%)	Taux de cristallinité (%)
Mauvaise	0,95	0,01	70 à 80

### I.3.8.6 Propriétés chimiques :

Les polyéthylènes à haute densité possèdent une grande stabilité chimique, à des températures inférieures à 60°C, ils sont pratiquement insolubles, ils ne sont attaqués ni par les acides (sauf oxydants), ni par les bases, ni par les solutions de sel. Ils sont insolubles dans l'eau, mais ils sont sensibles à l'état naturel à l'action des ultraviolets en présence d'oxygène (air). Pour cela, ils sont chargés de poudres de carbone, 2 à 3% ou de stabilisants lumière. Ils sont sensibles au feu et à la fissuration sous contrainte en présence de savon, alcool... [8].

### I.3.8.7 Propriétés thermiques :

En absence de contraintes, le polyéthylène à haute densité peut supporter une température de 110°C à 120°C (stérilisation par exemple), mais cette température décroît avec la charge ≤ 100°C ; augmente avec le taux de réticulation. Le passage de la température de transition vitreuse est d'autant moins sensible que le polyéthylène à haute densité est plus cristallin.

**Tableau I.4** : Quelques Propriétés thermiques du HDPE [9].

Coefficient de dilatation ( $10^{-5}/^{\circ}\text{C}$ )	Conductivité ( $10^{-4}$ cal/s.cm)	Chaleur spécifique (Cal/g $^{\circ}\text{C}$ )	Fléchissement Sous charge (0 ,186h)	Chaud Continu ( $^{\circ}\text{C}$ )	Comportement Au froid
11 - 13	11 - 12	0 ,55	42 -54	120 $^{\circ}\text{C}$	Bon

### **I.3.8.8 Propriétés électriques :**

Les polyéthylènes à haute densité sont d'excellents isolants électriques pour des conditions varie d'ambiance, ceci explique leur tendance à être électrostatiques. Ils ont une résistivité très élevée et une rigidité électrique élevée. Le faible facteur de perte diélectrique interdira le soudage haute fréquence [9].

### **I.4 Mode d'obtention des polyéthylènes à haute densité :**

La matière première polyéthylène est sous forme de granulés noirs principalement et colorés pour le liseré de couleur déterminant l'application du tube bleu pour les tubes qui transportent l'eau potable, jaune pour le gaz naturel.



**Figure I.2** : Matière première PE sous forme de granulés et tube HDPE [9].

Les granulés sont aspirés par un aspirateur et stockés dans une trémie. (Fig. I.2) [9].

### **I.4.1 Le polyéthylène un choix durable :**

Le HDPE est utilisé depuis plus de 35ans à grande échelle pour la réalisation des réseaux hydrauliques de toutes sortes et sa fiabilité exceptionnelle n'est plus à démontrer. Le HDPE possède donc des caractéristiques mécaniques supérieures et permet de fabriquer des tubes de pression nominale plus élevée (jusqu'à 25 bar) avec épaisseurs réduites. La contribution du PE à l'amélioration du rendement des réseaux est importante et durable :

- Homogénéité des tubes et raccord offrant la garantie d'une absence de corrosion ;

- Flexibilité lui permettant d'accepter sans dommage les éventuels mouvements du terrain ;
- Raccordement par soudage permet d'éliminer le maximum de joints enterrés tout en renforçant mécaniquement la canalisation [10] ;
- Résistance durable à la pression et aux surpressions alliées à une durée de vie importante : 16 à 50 bar à 20°C et avec un coefficient de sécurité à l'éclatement > 3 ;
- Performance hydraulique durable, encrassement insignifiant, pertes de charges réduites et haute résistance à l'abrasion [11] ;

#### **I.4.2 Contrôle du polyéthylène à haute densité :**

Les paramètres de structure des polyéthylènes à haute densité sont mesurés par les techniques suivantes :

- Par chromatographie sur gel perméable (GPC) à haute température pour les masses moléculaires et leur distribution.
- Par analyse d'enthalpie différentielle pour le taux de cristallinité et les paramètres de fusion et de cristallisation.
- Par résonance magnétique du carbone-13 pour la composition en monomères.

Les contrôles courants réalisés par les producteurs sont des tests mécaniques classiques, tenus à la fusion ou à la traction, et des tests spécifiques de chacune des applications envisagées [12].

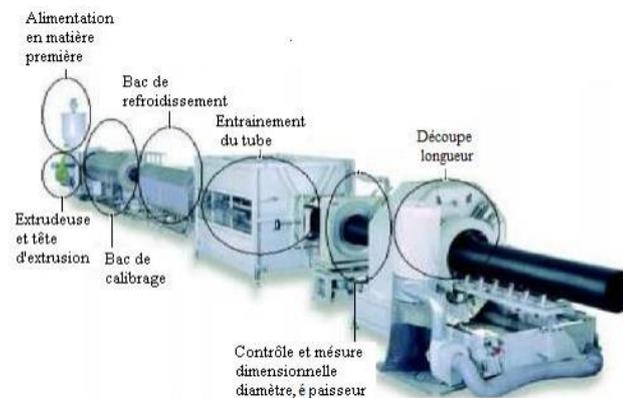
Les tests usuels sont : la mesure de l'indice de fluidité, celle de la masse volumique, et le dosage des adjuvants. L'indice de fluidité est défini comme le poids de matière extrudée en 10 min à réverbère une filière calibrée standardisée à 190°C sous 2,16 Kg. La masse volumique est mesurée à 23°C selon différentes méthodes. La tenue aux adjuvants est contrôlée par spectroscopie infrarouge ou par des méthodes de dosage spécifiques.

#### **I.4.3 L'extrusion comme procédé de mise en œuvre :**

L'extrusion est le procédé le plus utilisé pour la mise en forme des polymères, et en particulier les thermoplastiques. Cette opération a pour objet la transformation de la matière thermoplastique en une masse visqueuse homogène, susceptible de s'écouler à débit constant à travers une filière sous l'effet d'une pression pour fabriquer des produits finis ou des semi produits (films, plaques, tubes, profilés, isolations de câbles.....). La Figure I.3 représente les différentes parties d'une ligne d'extrusion. L'extrudeuse est souvent mono-vis, c'est l'élément

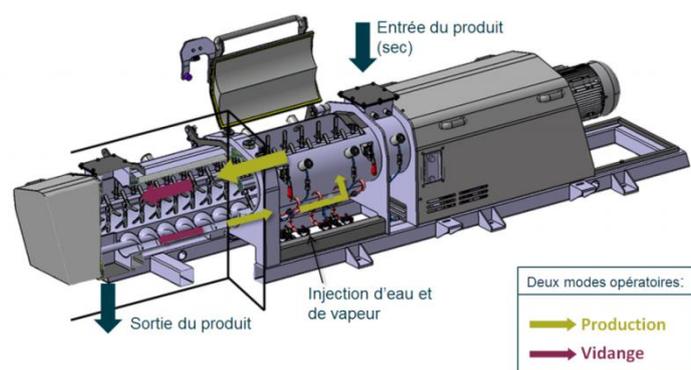
essentiel d'une ligne d'extrusion. La machine est alimentée en matière sous forme de granules par une trémie. La principale fonction de l'extrudeuse est de fondre le polymère, le mettre en pression et le mélange du polymère fondu, afin d'alimenter dans de bonnes conditions la filière en tête, qui donnera sa forme au produit fabriqué.

Lors du passage du polymère dans la tête d'extrusion, celui-ci voit sa morphologie fortement orientée dans le sens de l'extrusion. Le branchement en polyéthylène sera donc un matériau anisotrope dont les propriétés mécaniques devraient varier suivant le sens de sollicitation.



**Figure I.3 :** Ligne d'extrusion de tube en polyéthylène [13].

Cette anisotropie plastique induite devra être prise en considération pour la suite de l'étude. Les principaux problèmes rencontrés lors de l'extrusion de tubes sont les difficultés liées à l'obtention d'une épaisseur homogène sur toute la périphérie du tube, et le contrôle de la température pour éviter tout échauffement préjudiciable à la qualité du produit.



**Figure I.4 :** Les différentes fonctions de l'extrudeuse et l'impact sur la forme de la vis.

Lors du passage du polymère dans la tête d'extrusion, celui-ci voit sa morphologie fortement orientée dans le sens de l'extrusion. Le branchement en polyéthylène sera donc un matériau anisotrope dont les propriétés mécaniques devraient varier suivant le sens de

sollicitation. Cette anisotropie plastique induite devra être prise en considération pour la suite de l'étude.

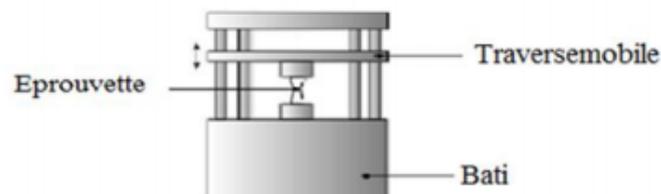
## **I.5 Généralités sur les essais mécaniques :**

### **I.5.1 Essais mécaniques :**

Ce sont des expériences effectuées afin de caractériser les matériaux et de déterminer les lois qui décrivent leur comportements dans des conditions données. Les essais mécaniques normalisés se divisent en deux catégories : les essais unis axiaux et les essais multiaxiaux. Pour la première catégorie les essais les plus classiques et courants sont ceux de traction, de compression, de torsion et de flexion. Tandis que les essais multiaxiaux sont malheureusement peu pratiqués en raison des difficultés expérimentales malgré les informations précieuses qu'ils apportent pour tester les modes de déformation. Ces essais peuvent être effectués suivant deux modes : en phase ou hors phase, selon que l'éprouvette subit simultanément ou non les différentes sollicitations [14].

### **I.5.2 Essai de traction :**

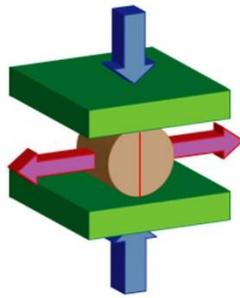
Parmi ces essais, l'essai de traction est l'essai le plus utilisé. Il sert à déterminer les principales caractéristiques mécaniques des matériaux telles que : la limite élastique, le module d'élasticité, le coefficient de poisson et la résistance à la traction [15].



*Figure I.5 : Dispositif de traction uni-axial.*

### **I.5.3 Essai de compression :**

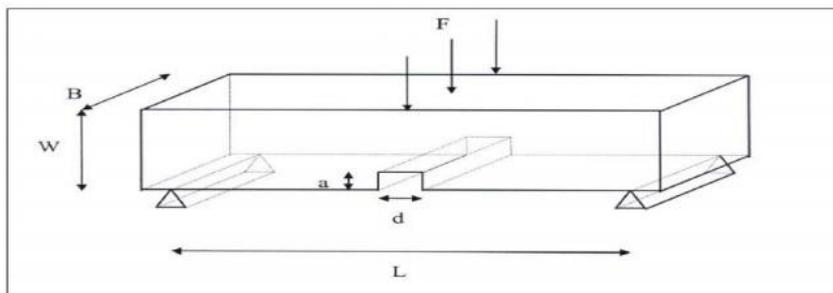
L'essai de compression est l'un des essais les plus faciles à réaliser : il consiste à soumettre une éprouvette de forme cylindrique ou prismatique, placée entre les plateaux d'une presse, à deux forces axiales égales et directement opposées, qui tendent à la comprimer. Si le matériau étudié est ductile, la rupture ne peut être atteinte avec ce test. L'essai de compression est surtout utilisé pour déterminer la contrainte de rupture des matériaux fragiles (céramiques, pierres, fontes, ...) [16].



**Figure I.6 :** Présentation de l'essai de compression.

#### I.5.4 Essai de flexion :

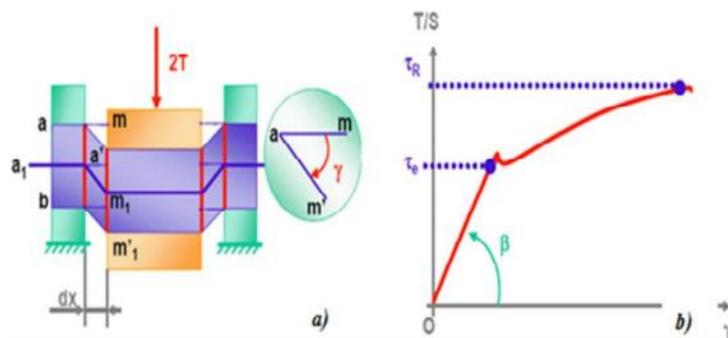
C'est l'essai le plus utilisé pour obtenir la valeur du facteur d'intensité de contrainte critique KIC qui est un paramètre caractéristique de la propagation des fissures dans les solides. Ce paramètre permet, en effet, de déterminer le niveau de contrainte nécessaire pour initier une fissure, ainsi que l'énergie nécessaire pour la faire propager (moyennant le calcul du taux de restitution d'énergie). Cet essai est normalisé et entièrement décrit dans la norme ASTM E 399. Il consiste à solliciter un barreau entaillé, en flexion trois points ou en flexion quatre points. Le barreau est sollicité jusqu'à la rupture [17].



**Figure I.7 :** Dispositif de flexion trois points [17].

#### I.5.5 Essai de cisaillement :

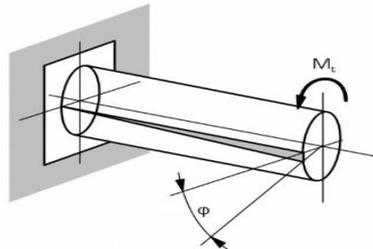
C'est une action de cisailer, de couper, d'entailler ; entaille faite en cisillant. Rupture souvent plane (plan de cisaillement) affectant un ensemble rocheux homogène ou hétérogène, en réponse à des contraintes tangentielles.



**Figure I.8 :** (a) Schéma illustrant le principe de l'essai de cisaillement ;  
(b) Courbe de cisaillement pur

### I.5.6 Essai de torsion :

C'est une méthode utilisée pour caractériser le comportement d'un matériau soumis à une charge de torsion. Les résultats de l'essai de torsion sont utilisés pour tracer une courbe de contrainte déformation qui permet de déterminer la limite d'élasticité, le module d'élasticité en torsion, le module de rupture en torsion et la résistance à la torsion.



*Figure I.9 : Principe de l'essai de torsion.*

### I.6 Essai de Charpy :

L'essai de Charpy sert à caractériser la fragilité des matériaux. La grandeur mesurée dans ces essais est la résilience correspondant à une énergie absorbée par unité de surface. La résilience  $K_{CV}$  est définie comme étant le travail de rupture par unité de surface. Cette résilience est exprimée par la valeur critique de la ténacité  $J_{Ic}$  du paramètre énergétique  $J$ . La détermination de la résilience se fait le plus souvent selon des corrélations empiriques spécifiques à chaque type de problème. L'emploi de ces corrélations s'avère donc peu recommandé dans le domaine industriel, compte tenu de la variété des paramètres qui le caractérise. Il s'agit donc d'établir la relation résilience- ténacité à l'échelle industrielle. Celle-ci permet de définir une corrélation mathématique entre les deux grandeurs  $K_{CV}$  et  $K_{Ic}$ , en se référant aux critères de rupture.

L'essai de Charpy est considéré comme un essai dynamique lent, qui donne l'influence de la vitesse de déformation sur les propriétés mécaniques des matériaux, et plus particulièrement la ténacité. Cette influence est le résultat de l'emploi du critère de plasticité thermiquement activé associé au critère local de rupture. Celle-ci est décrite par la variation de la distribution des contraintes dans les zones de discontinuités géométriques, compte tenu de la forme d'entaille et pour différents types d'éprouvette Charpy.

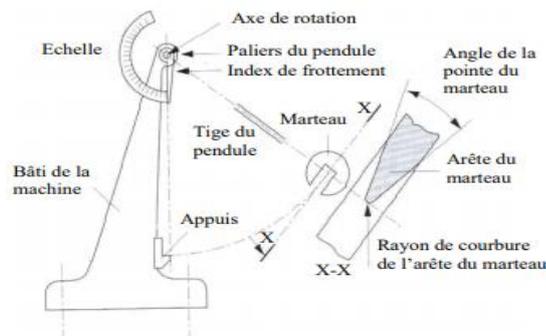
#### I.6.1 Principe de l'essai Charpy :

Le but de l'essai Charpy, nommé essai de flexion par choc Charpy, est de mesurer la résistance d'un matériau à une sollicitation dynamique. Pour cela, une éprouvette entaillée est posée sur deux appuis et est rompue sous l'action du marteau d'une pendule qui vient la solliciter en son centre sur la face opposée. La grandeur obtenue est une énergie qui est la différence entre

l'énergie initiale et finale du pendule. Après correction des pertes dues au frottement, on obtient l'énergie nécessaire à la déformation et à la rupture de l'éprouvette, dont on déduit la résilience  $K_{CV}$ , qui est l'énergie de la rupture, divisée par la section nominale au droit de l'entaille. Cette grandeur s'exprime en Joules par  $cm^2$ . La résilience n'est pas une grandeur intrinsèque du matériau, elle est fonction de la géométrie de l'entaille.

### I.6.2 Le mouton pendule Charpy :

Le mouton pendule Charpy se compose d'un couteau fixé sur un marteau qui oscille dans un plan vertical autour d'un axe. Une partie de l'énergie emmagasinée dans la chute du pendule est utilisée pour rompre l'éprouvette. Le centre de gravité du pendule est toujours très voisin de l'arête du couteau du pendule. Pour exécuter l'essai Charpy, le couteau est écarté de la verticale d'une hauteur  $h_0$  correspondant à une énergie de départ (en général proche de  $W_0=300$  joules). On libère le couteau, qui dans sa chute, en passant à la verticale, rompt l'éprouvette.



*Figure I.10 : Description de la machine d'essai de choc.*

### I.6.3 Utilisation des éprouvettes non standards :

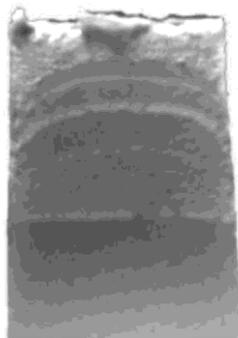
La résistance à la fissuration des tubes en PE peut être distincte dans différentes orientations, selon les normes. La ténacité longitudinale du matériau peut être examinée généralement en flexion sur une éprouvette à entaille latérale ou trois points [18]. A cause de la difficulté d'obtenir un spécimen standard, pour cette raison, des éprouvettes en forme d'arc sont souvent employées avec quelques limitations dans l'application. En premier lieu, le rapport du rayon extérieur de tube est limité dans une certaine mesure. Deuxièmement, la vérification expérimentale n'est pas suffisante. A cet égard, **L. Han et al.** [19] ont proposé une méthode d'essai à multi-éprouvette afin de déterminer la résistance à la fissuration de tubes en PE dans les deux sens. Cet essai utilise trois genres de spécimens non-standards ayant la forme d'un arc, la ténacité est calculée en employant la méthode des éléments finis et l'analyse expérimentale. La validité de cette méthode adoptant des éprouvettes non normalisées par vérifiée par l'essai de flexion à trois points.

#### I.6.4 Réalisation de l'essai :

L'analyse de la ténacité aux chocs des polymères semi-cristallins moulés par injection ou extrusion, tels que le polyéthylène, présente un défi supplémentaire, en raison de l'interaction entre l'orientation et la cristallisation conduisant à une morphologie anisotrope complexe, dépendante de la fabrication. Cette microstructure détermine, dans une large mesure, la rupture et les propriétés ultimes de la pièce moulée. Comprendre la relation complexe entre la résistance aux chocs, le traitement et les paramètres moléculaires nécessite qu'une attention particulière soit portée à la mesure de l'impact elle-même [20,21].

Des essais de rupture ont été réalisés à 1 m/s à l'aide d'une masse tombante instrumentée Fractovis 6789 de CEAST en configuration de flexion trois points (mode I). Deux types de spécimens ont été utilisés : des parallélépipèdes et des en forme d'arc (Fig. I.10). Les parallélépipèdes ont été usinés à partir de sections découpées dans une plaque moulée. La plaque d'origine a été fabriquée par moulage par compression d'un HDPE de qualité commerciale pour injection. Les dimensions finales de l'échantillon étaient la largeur,  $W = 10$  mm, la portée,  $S = 4W$  et l'épaisseur,  $B = 2W$ . D'autre part, des éprouvettes en forme d'arc ont été usinées à partir de viroles découpées du tube [22].

( $a/W$ ) représentant la longueur de la fissure à la profondeur (ayant la même direction que l'épaisseur) variant entre 0,3 et 0,7. Tous les tests ont été effectués à température ambiante. Les contributions parasites à l'énergie mesurée dues à la conformité de la machine et à l'indentation de l'échantillon ont été corrigées selon les pratiques habituelles [23,24]. (Fig. I.10) Est une image des surfaces de rupture avec l'encoche initiale correspondante en bas. Il est possible d'observer une zone de craze qui se développe à partir de l'entaille initiale.



**Figure I.11** : Surface de fracture de l'échantillon après essai.

Cette zone plastique peut être considérée comme limitée à une petite région près du fond de fissure et donc LEFM est applicable. En même temps, il est possible d'observer les marques d'arrêt, qui ne montrent qu'une légère courbure indiquant qu'une condition de déformation plane prévalait.

## **I.7 Vieillissement physique :**

Le vieillissement physique d'un polymère n'altère pas sa composition chimique. Cette notion recouvre l'ensemble des modifications lentes qui touchent la structure physique du matériau et qui pourraient se traduire par une variation dimensionnelle, ou juste une réorganisation interne des chaînes polymères. L'augmentation de la cristallinité, la relaxation des contraintes thermiques ou mécaniques, le gonflement par absorption de petites molécules (eau, CO<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, hydrocarbures, etc.), la migration d'additifs, etc. sont des phénomènes que subissent les polymères au cours de vieillissement, sans que leur chimie ne soit affectée. Ces phénomènes, peuvent être, à l'origine de fissurations, fluage, décoloration, pelage, puisqu'ils peuvent générer des gradients de contraintes. Pour les pipes en HDPE et à long terme, le comportement au vieillissement doit être pris en considération au même titre que le phénomène du SCG. Les vieillissements physique ou chimique concourent à l'altération des propriétés morphologiques ; comme la cristallinité ; et moléculaires comme la réticulation ou la dégradation ; ce qui affectent par la suite les propriétés mécaniques globales des tubes [25-29].

### **I.7.1 Influence de l'environnement chimique sur les polymères :**

Le comportement à la rupture des polymères thermoplastiques est fortement dépendant de l'environnement chimique. Le couplage (contraintes mécaniques-produits chimiques) peut favoriser le développement précoce de micro-craquelures (fissuration sous contrainte en environnement chimique, appelée Environmental Stress Cracking ESC (en anglais) qui vont conduire à une rupture rapide de type fragile.

### **I.7.2 Environmental Stress Cracking (ESC) :**

Le stress cracking du HDPE s'inscrit dans le cadre du vieillissement physique. Les petites molécules du soluté plastifient le HDPE. Sous l'effet de la contrainte, les molécules s'orientent et localement, le taux de cristallinité augmente. Le matériau devient plus fragile et se fissure rapidement [30]. La fissuration sous contrainte (ESC) est un phénomène dans lequel une résine plastique est dégradée sous l'action combinée d'un agent chimique, et d'une contrainte. ESC est la cause principale de rupture des composants en plastique. Le solvant induit un mode de rupture dans lequel les effets synergiques de l'agent chimique et des contraintes mécaniques conduisent à la fissuration. Il a été montré que 25% des défaillances de pièces en plastique est lié à l'ESC.

Dans l'ESC, l'agent chimique ne cause pas directement une attaque chimique ou une dégradation moléculaire. Au lieu de cela, le produit chimique pénètre dans la structure

moléculaire, et interfère avec les forces intermoléculaires liant les chaînes polymères, ce qui conduit à l'accélération des dés enchevêtrements moléculaires. Les étapes impliquées dans le mécanisme de rupture par ESC sont semblable à celles qui sont responsables de la rupture par fluage, et comprennent l'absorption de liquide, plastification, initiation des fissures, la croissance des fissures, et enfin la rupture. Étant donné que le processus ESC dépend de la diffusion de la substance dans la structure du polymère, le taux d'absorption de fluide est un paramètre critique qui est responsable des vitesses de l'initiation et de la propagation de la fissure. Plus l'agent chimique est rapidement absorbé, plus le polymère est soumis à des craquelures suivies par une rupture [31].

### **I.7.3 Facteurs influençant l'ESC :**

L'ESC dépend fortement de la concentration de l'agent agressif, la température, le temps d'exposition, et le taux de contrainte interne/externe appliquée. Nous allons, dans ce qui suit, présenté deux facteurs très importants dans l'apparition du ESC, d'où il tient son nom ; le facteur des contraintes et le facteur des environnements agressifs.

### **I.7.4 Facteur de contrainte :**

Comme le nom le suggère, la fissuration sous contrainte nécessite l'exposition du polymère soit à une contrainte résiduelle intrinsèque et/ou une contrainte extérieurement appliquée. Si le plastique moulé est complètement exempt de toute contrainte, alors aucune fissuration ne se produira. Même si le polymère est exposé aux liquides ou aux vapeurs, qui ont un effet de gonflement ou de mouillage, il ne subira pas l'ESC à moins qu'il y ait une contrainte extérieurement appliquée. La contrainte extérieure peut être le résultat d'assemblage, d'emballage, de stockage inexact ou d'utilisation incorrecte.

### **I.8. Agents agressifs :**

Tous les liquides qui sont sensiblement absorbés par un polymère dans une période courte, dans des conditions simples d'immersion ont une probabilité élevée d'être des agents agressifs sévères, modérés ou moyens, pour ce polymère particulier. Ces paires devraient être évitées en service par un bon choix de conception et de polymère. La plupart des liquides avec une liaison hydrogène faible sont habituellement des agents agressifs sévères ou modérés. Ceux-ci incluent les liquides organiques en tant qu'hydrocarbures aromatiques, hydrocarbures, éthers, cétones, aldéhydes, esters, les halogènes et les composés d'azote et du soufre. Les

hydrocarbures et les liquides aliphatiques avec des liaisons hydrogène fortes, par exemple l'eau et alcools, sont des agents moins agressifs. Généralement les liquides sont plus agressifs aux températures près de leur point d'ébullition alors que les liquides avec un volume molaire élevé sont moins agressifs parce qu'ils ont une haute viscosité et des températures d'ébullition élevées [32].

Les solvants typiques qui causent la fissuration des polymères amorphes enferment l'éther de pétrole, le tétrachlorure de carbone, le toluène, l'acétone, l'éthanol et le chloroforme. Les composants de dispositif médical en plastique souffrent souvent de l'ESC en raison de leur exposition à l'iso-propanol et le lipide. En général, plus les capacités de l'environnement liquide à abaisser l'énergie de surface du polymère sont importantes, plus la limite élastique et le rétrécissement sont inférieurs et vice-versa. Le potentiel de l'agent agressif à favoriser la fissuration du polymère dépend de la force de transmission, par laquelle le liquide agressif transporte la craquelure à travers la structure fibrillaire [32].

### **I.8.1 Cas des solvants organiques :**

Les solvants organiques sont des agents d'ESC sévères pour le polyéthylène. Leur sévérité peut être prédite par l'examen des paramètres de solubilité du polymère/solvant. Tonyali et al. Montrent dans son travail sur l'effet ESC de divers liquides organiques sur LDPE, qu'il existe une corrélation entre la vitesse de fissuration et le paramètre de solubilité de l'environnement. Ils concluent que le mécanisme du ESC implique un phénomène de plastification contrôlée par la viscosité du polymère gonflé, par la constante de diffusion de l'environnement dans le polymère et par le taux de formation d'une interface structure fibrillaire/liquide [33]. La sorption sélective de l'agent agressif dans la zone amorphe réduit localement la force de ramollissement du polymère par plastification et mène à une rupture ductile ou fragile, dépendant de la contrainte et le temps d'exposition [32].

### **I.8.2 Acide sulfurique :**

L'étude de l'interaction de l'acide sulfurique avec le HDPE faisait l'objet de plusieurs études, allant de la modification du polymère par sulfinisation pour l'amélioration de ces propriétés de surface comme l'hydrophobicité, l'adhésion, la biocompatibilité et la biodégradabilité, jusqu'à étudier sa résistance en service ou aussi étudier son effet comme résidu de polymérisation [34-38]. La présence de l'acide sulfurique en contact avec le polyéthylène peut être de plusieurs origines, soit par contamination du sol et des eaux

souterraines soit suite à une activité bactérienne, qui transforme le sulfure d'hydrogène généré ( $H_2S$ ), dans certaines structures d'égout, en acide sulfurique ( $H_2SO_4$ ) [38].

### I.8.3 Eau distillée :

L'eau distillée est une eau qui a subi une distillation. C'est donc une eau libérée de tous ses minéraux et de ses micro-organismes. Dans le cas de l'eau, qui est un environnement chimique puissant, la transmission à travers des parties du polyéthylène se produit par deux façons ; sorption et diffusion (Fig. I.12).

La sorption est l'entrée de molécules d'eau dans la résine, alors que la diffusion est la distribution par mouvement moléculaire aléatoire dans toutes les parties de la résine. Cette transmission cause le gonflement et la plastification [39,40].

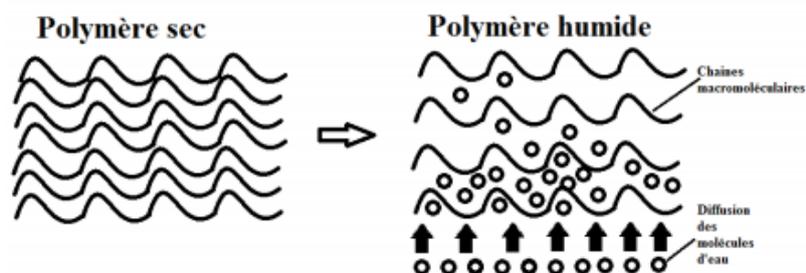


Figure I.10 : Diffusion d'eau dans un matériau polymère.

### I.8.4 Hypochlorite de sodium :

L'eau de javel est une solution aqueuse d'hypochlorite et de chlorure de sodium, en présence d'un excès d'hydroxyde de sodium. Sa composition varie en fonction du pH d'utilisation et du temps écoulé depuis sa fabrication. En fonction de sa concentration elle se présente sous forme de concentré de Javel ou d'eau de Javel proprement dite. Son principe actif est, selon le pH, l'ion hypochlorite  $ClO^-$ , l'acide hypochloreux  $HClO$  ou le dichlore ( $Cl_2$ ) en solution.

### I.8.5 Toluène- Méthanol :

Le toluène est un composé de la famille des hydrocarbures aromatiques issus des matières fossiles. Sa forme simple en fait une des molécules de base de la chimie et de la pétrochimie. Il se présente sous la forme d'un liquide volatil et fait donc partie de la famille des composés organiques volatils (COV). Il a une solubilité dans l'eau de  $515 \text{ mg.L}^{-1}$ .

### **I.9 Synthèse :**

Cette partie a été mise au point pour introduire l'objectif de l'étude. Il est clair que la présentation du matériau HDPE est tributaire de ses multiples utilisations dans le monde des différentes technologies et spécifiquement pour le transport de fluides. Dans ce cas, nous avons concentré notre approche sur l'essai de choc combiné à l'exposition à un milieu agressif. Ce dernier est connu pour faire partie de l'environnement pratique de travail des tubes en polyéthylène. Pour cette raison, cette bibliographie est divisée en 3 parties : le HDPE, l'essai de choc et les environnements agressifs. Cette question d'étude reste originale car elle n'a pas été spécialement traitée dans la littérature. L'originalité de ce travail est encore exprimée par le fait d'utiliser des éprouvettes non standards dans le but de garder toute l'histoire thermomécanique du tube une fois extrudé.

## **CHAPITRE II :**

# **METHODES EXPERIMENTALES D'ESSAIS DE CHOC SUR TUBES EN HDPE SOUMIS A UN VIELLISSEMENT**

## **II.1 Introduction :**

L'utilisation des matériaux polymères dans de nouvelles applications technologiques demande le recours à des méthodologies et à des techniques d'essai nouvelles dans le but d'établir leur prédisposition à résister à la pression de service combinée aux conditions de l'environnement d'utilisation. Les caractéristiques mécaniques à elles seules, telles que déduites de l'essai de traction sont généralement insuffisantes, puisque des ruptures peuvent survenir à des contraintes inférieures à la limite d'élasticité dans des conditions particulières. Cette situation est favorisée dans les cas de fragilité induite par des facteurs externes à long terme. Mais probablement, le facteur plus commun reste une concentration de contrainte liée à la présence d'un défaut et cette fragilité sera fortement influencée par la température, la vitesse de déformation et la géométrie sollicitée par les charges appliquées. Un des moyens les plus classiques et qui a fait ses preuves dans le monde des essais instauré pour caractériser la fragilisation des matériaux est l'essai de Charpy plus connu sous l'essai de choc. Il permet d'obtenir l'énergie de rupture exprimée en  $J/m^2$  communément appelée la résilience (ou la ténacité sous chargement dynamique). L'essai de choc instrumenté a gagné considérablement de place ces dernières années grâce à son approche pratique et le fait qu'il permette donner la ténacité dans les conditions les plus critiques sachant la vitesse de déformation et la configuration de l'entaille. Dans ce chapitre, nous présentons (1) le matériau de notre étude ; (2) la méthode de fabrication d'éprouvettes à partir des tubes HDPE ; (3) le protocole de vieillissement des éprouvettes dans des milieux agressifs choisis ; (4) la méthode de détermination de l'absorption en masse et enfin (5) les essais de résilience.

## **II.2 Description du matériau :**

### **II.2.1 Matériau :**

Le tube utilisé est en polyéthylène de haute densité HDPE-100 ayant un SDR 17,5 et un diamètre extérieur 200 mm Il est extrudé et pigmenté avec du noir de carbone, Il est conçu pour des réseaux d'eau pouvant travailler avec des pressions allant jusqu'à 16 bars effectifs. Il a été extrudé à partir de granulés de polyéthylène par l'entreprise TUB-O-GAZ située à El-Bouni (Annaba, Algérie). C'est un thermoplastique, semi-cristallin, comportant une phase amorphe dominante et une phase cristalline ; dans l'ensemble, les deux phases se présentent sous forme d'un agrégat sphérolitique.



**Figure II.1 :** Tube HDPE destiné à la distribution de l'eau potable.

### II.2.2 Notion de MRS :

Chaque matière (résine) PE est caractérisée par la résistance qu'elle procure à la canalisation vis-à-vis de la pression du fluide qui y circule. Cette caractéristique est traduite par la notion de MRS (Minimum Required Strength) dont la valeur est obtenue à travers une série d'essais au laboratoire. Cette valeur de MRS est pondérée par un coefficient de sécurité ( $C=1,25$  pour l'eau) pour calculer la contrainte hydrostatique utilisée dans les calculs C'est à partir de la connaissance de la résistance hydrostatique à long terme d'une résine que sera calculé le dimensionnement des tubes (l'épaisseur de leur paroi) pour permettre le fonctionnement en toute sécurité de la canalisation (Tab I.1).

**Tableau II.1 :** MRS du Polyéthylène tubulaire.

Désignation de la résine	MRS(MPa)	Contrainte hydrostatique à LT (MPa)
PE 100	10	8
PE 80	8	6,3

### II.2.3 Notion de SDR :

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

$$SDR = \frac{D}{e} \quad (II.1)$$

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

#### II.2.4 Correspondance MRS/SDR :

Chaque couple MRS/SDR désigne une PN (pression nominale) bien définie. Le

Tableau II.2 ci-dessous, illustre les différents cas de figure pour l'eau potable.

**Tableau II.2 :** Correspondance MSR/SDR pour les tubes d'eau potable.

SDR	PE80	PE100
7	PN 16	-
11	PN 12,5	PN 16
17	PN 8	PN 10

#### II.2.5 Dimensionnement du tube en polyéthylène (PE) :

La formule de base utilisée pour déterminer les épaisseurs des tubes est la formule de G. Lamé :

$$e = \frac{p \cdot D}{2 \cdot \sigma} \quad (\text{II.2})$$

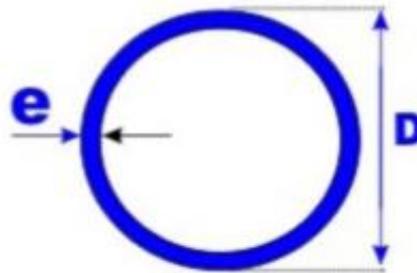
Où :

e : épaisseur du tube en (mm)

P : Pression à l'intérieur du tube, en (MPa)

D : Diamètre extérieur du tube, en (mm)

$\sigma$  : Contrainte en (MPa)



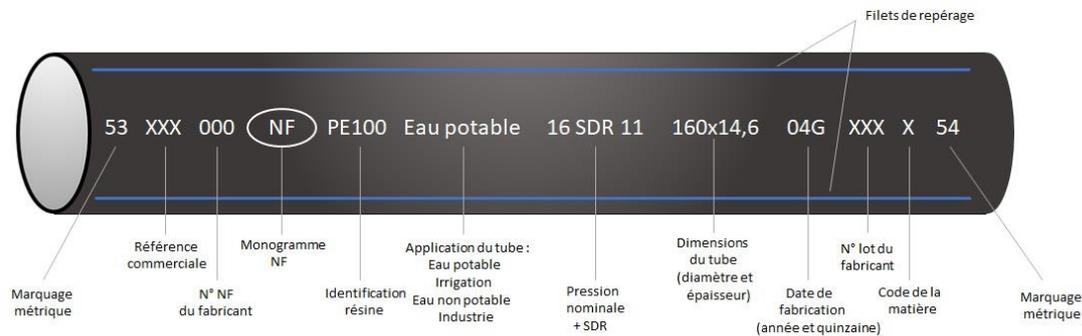
*Figure II.2 : Exemple des dimensions des tubes HDPE.*

#### II.2.6 Marquage du tube en PE :

Les éléments de marquage ci-dessous doivent être portés obligatoirement sur le tube en PE. Il s'agit de :

- Nom du fabricant ou sigle commercial ;
- Pression nominale PN (bars) ;
- Nature du fluide : EAU ;

- Dimensions nominales : diamètre x épaisseurs ;
- Matière & désignation, N° du lot, date de fabrication ;



**Figure II.3 :** Exemple de marquage d'un tube d'eau potable.

### II.2.7 Domaine d'emploi :

Le tube en PE est utilisé comme canalisation d'eau potable jusqu'à une PN de 16 bars à 20 °C, Dans le cas où les conditions de fonctionnement présentent un risque vis à vis de la pérennité de la canalisation (températures > 20°C, nature du fluide, type de pose...).

### II.3 Conditions d'usage du HDPE :

Les matériaux d'outils peuvent être en acier rapide qui a le coût le moins cher à l'achat. Ils ont une durée de vie moins longue, surtout avec les matériaux renforcés de fibre de verre, ou de carbure qui a la plus grande résistance à l'abrasion que les aciers rapides et il est d'un bon rapport prix/usure (Fig. II.4).



**Figure II.4 :** Outil de tournage utilisé pour découper les anneaux.

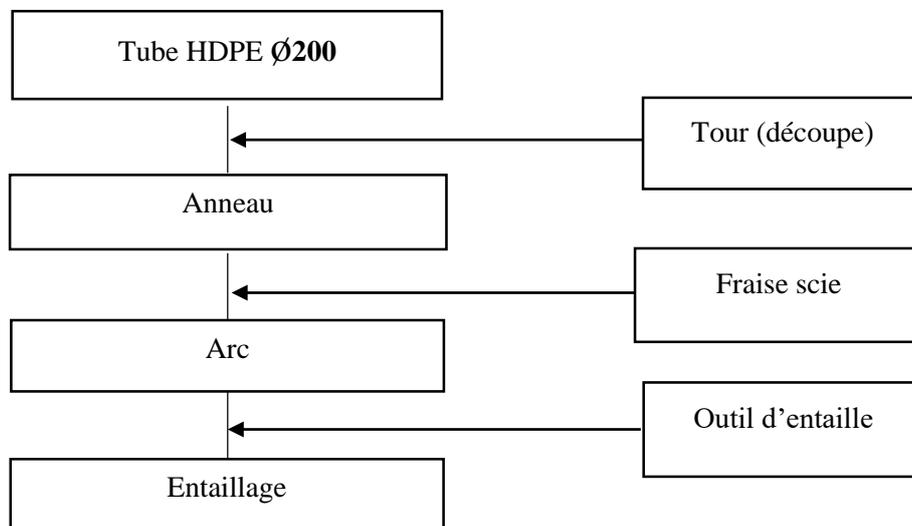
Pendant l'usinage, Parfois le refroidissement n'est pas nécessaire. C'est le cas de certain usinage de matières plastique à faible coefficient de frottement, par exemple polyéthylène. La précaution essentielle consiste à éviter toute déformation. Il faut penser aussi que l'effort d'usinage est inférieur à celui nécessaire pour usiner une pièce similaire en acier ; il n'est donc pas nécessaire de serrer la pièce avec le même effort. Ce qui nous à pousser

d'utiliser des montages spéciaux. Les mesures des cotes doivent toujours être effectuées après retour de la pièce à la température ambiante. Une tolérance de 0,1 à 0,2% de la cote nominale est accessible sans précautions spéciales.

#### II.4 Facteurs influençant la qualité de surface en tournage :

Dans le tournage la surface engendrée n'est pas rigoureusement cylindrique, elle comporte des sillons hélicoïdaux résultants de la forme plus ou moins pointue de l'outil de coupe et du mouvement hélicoïdal outil/pièce. Ces sillons ont un profil d'autant plus profond que le rayon du bec de l'outil est faible, Par ailleurs ils sont d'autant plus larges que l'avance par tour est grande [41].

Plusieurs facteurs affectent la qualité et l'intégrité de la surface en tournage, Ces derniers peuvent être classés en facteurs concernant le matériau de la pièce à usiner (dureté, propriétés métallurgique...), facteurs liés à l'outil de coupe (composition chimique du matériau, géométrie...) et les paramètres de coupe, La qualité de la surface est influencée par la dureté et les propriétés du matériau usiné. Il est prouvé que la rugosité de la surface diminue avec l'augmentation de la dureté de la pièce, pour le matériau polyéthylène elle est très inférieure à celle des matériaux coupant, ce qui n'influe donc guère sur la durée de vie de l'outil de coupe (Fig. II.5).

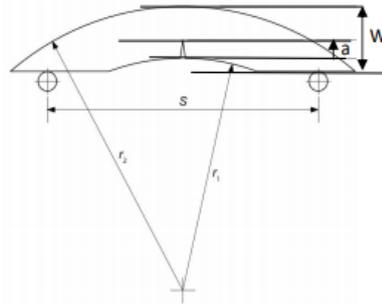


*Schéma II.1: opération d'usinage pour obtenir des éprouvettes en forme d'arc avec entaille.*

#### II.5 Préparation de l'éprouvette non standard :

Préparation des éprouvettes : Les éprouvettes utilisées pour cette étude sont sous forme d'arc ayant une entaille latérale (arc-shaped SEN (B) specimens). Deux lots ont été préparés, Le premier lot regroupe 15 échantillons pour différentes dimensions, Le deuxième

lot contient 30 échantillons de mêmes dimensions et appartenant à différentes positions dans le tube, Les éprouvettes de cette étude sont préparées selon la norme ASTM E 399-90.



**Figure II .6 :** Géométrie et dimensions selon ASTM 399-90 [41,42].

W : Epaisseur de l'éprouvette (mm) ;

B : Largeur de l'éprouvette (mm) ;

E : épaisseur de l'échantillon (mm) ;

S : Distance entre appui (mm) ;

a : Profondeur d'entaille selon la norme  $0,2 < a/w < 1$  (mm) ;

### II.5.1 Opération de tournage :

Les opérations de tournage ont été réalisées sur un tour conventionnel à charioter et a fileter de la société Tchèque TOS TRENCIN modèle SN40 d'une puissance de 6,6 KW sur la broche, ayant une gamme de vitesse de 45 à 2000 tr /min et d'avance de 0,08 à 6,4 mm/tr.



**Figure II.7 :** Préparation des éprouvettes.



*Figure II.8 : Machine d'outil, Tour type TOS TRENCIN-SN40.*

### **II.5.2 Opération de fraisage :**

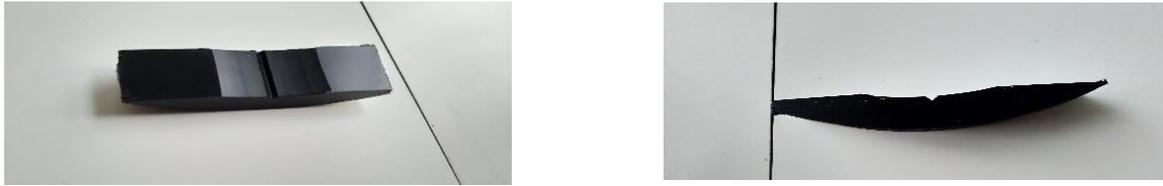
Les éprouvettes de choc, ont été usinées par fraisage, les outils d'usinage utilisés sont des fraises scies, Les éprouvettes sont découpées depuis des anneaux usinés soigneusement dans un tour avec une vitesse lente, de chaque anneau nous obtenons 6 échantillons ; de 12 mm d'épaisseur et 24 mm de largeur chaque condition d'essai doit contenir au moins 4 échantillons valides.



*Figure II.9 : découpage des éprouvettes avec une fraise scie.*

### **II.5.3 Préparation des entailles :**

Les entailles sont réalisés par deux méthode pour les éprouvettes du premier groupe sont entaillé par fraisage à l'aide d'une fraise deux lèvres, La fissure en fond de l'entaille est entre (1,6 - 2mm) avec un angle de  $45^\circ$  et une vitesse de rotation de 468 tr/min ensuite, pour les éprouvettes de seconde groupe les entailles sont faite avec un scie est ont rectifié les entailles avec un passage d'une lame.



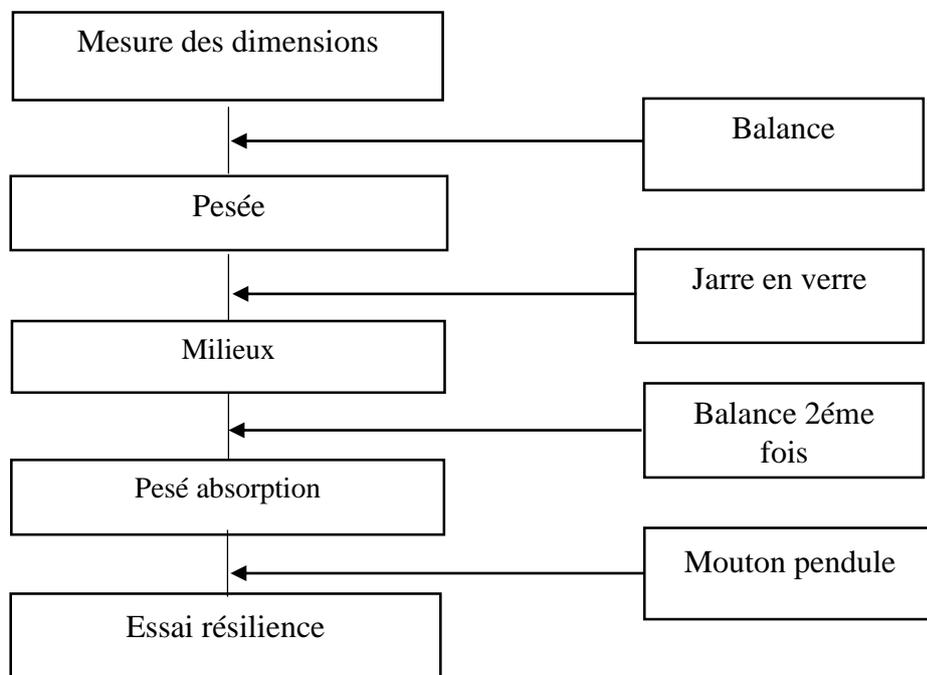
*Figure II.10 : éprouvette entaillé avec fraisage.*



*Figure II.11 : l'outil utilisé pour réaliser les entailles.*

#### II.5.4 Conditions expérimentales avant essai :

- Mesuré (longueur, largeur, l'épaisseur) à l'aide d'un pied a colis ;
- Pesée de toutes les éprouvettes avant immersion dans les environnements choisis à l'aide d'une balance électronique OHAUS Instrument, d'une précision 0,01g ;
- Immersion des éprouvettes dans les milieux pendant 7jr ,14jr, 28jr ;
- Retrait des éprouvettes, séchage a l'air libre pendent 24h ;



*Schéma II. 2 : Opération préliminaires de préparation pour l'essai.*

Les dimensions des éprouvettes pour chaque lot sont regroupées dans les tableaux suivants :

**Tableau II.3 : Dimensions et masses initiale des échantillons (Air ambiant).**

Eprouvette (air)	L (mm)	W (mm)	B (mm)	L <sub>a</sub> corde	L <sub>b</sub> corde	Corde Moy. (mm)	Notch	m <sub>0</sub> (g)	Etat épr.
EAA1	97,00	12,00	23,00	39,00	40,00	39,50	F+R	19,907	RG.
EAA2	96,00	13,00	23,00	41,00	42,00	39,50	F+R	20,363	RG.
EAA3	95,00	12,00	23,00	43,00	45,00	42,00	F+R	20,409	RG.
EAA4	93,00	12,00	23,50	39,00	40,00	39,50	F+R	19,898	RG.
EAA5	96,00	12,00	23,00	39,00	40,00	39,50	F+R	20,214	RG.
EAA6	96,00	12,00	23,00	48,00	50,00	49,00	F+R	21,291	RG.
EAA7	96,00	12,00	23,50	37,00	38,00	37,50	F+R	19,982	RG.
EAA8	92,50	12,00	23,00	37,50	39,00	38,25	F+R	19,678	RG.
EAA9	95,00	11,80	24,00	35,00	37,00	38,00	F+R	19,776	RG.
EAA10	96,00	12,00	23,00	35,00	38,00	36,00	F+R	19,411	RG.
EAA11	93,00	13,00	25,00	34,00	45,00	39,50	F+R	20,117	RG.
EAA12	97,00	12,00	23,00	17,00	39,00	28,00	S+R	20,261	IRG.
EAA13	94,00	12,00	23,50	18,00	39,00	24,00	S+R	17,218	IRG.
EAA14	95,00	11,00	24,00	39,00	42,50	40,75	S+R	20,341	IRG.
EAA15	96,00	12,00	24,00	34,00	43,50	38,75	S+R	20,283	IRG.
EAA16	98,00	12,00	24,00	35,00	42,00	38,50	S+R	20,733	IRG.
EAA17	96,00	11,50	24,50	25,00	40,00	32,50	S+R	20,157	IRG.
EAA18	98,00	11,50	24,50	16,00	42,00	28,50	S+R	16,950	IRG.
EAA19	96,00	12,00	24,50	30,00	47,00	38,50	S+R	21,122	IRG.
EAA20	97,00	11,50	24,00	32,00	40,00	36,00	S+R	20,343	IRG.
EAA21	98,00	12,00	24,10	42,00	42,00	42,00	S+R	21,633	IRG.
EAA22	98,00	11,50	24,30	41,00	41,00	41,00	S+R	21,658	IRG.
EAA23	98,00	12,00	24,50	40,00	41,50	40,75	S+R	21,958	IRG.
EAA24	95,50	12,00	24,00	46,00	46,00	46,00	S+R	22,537	IRG.
EAA25	96,50	12,00	24,00	40,00	42,00	41,00	S+R	21,114	IRG.
EAA26	99,00	11,80	24,20	38,00	40,00	39,00	S+R	21,734	IRG.

**Tableau II.4 :** Dimensions et masse initiale des échantillons destinée pour (DW).

Eprouvette (DW)	Durée	L (mm)	W (mm)	B (mm)	L <sub>a</sub> corde	L <sub>b</sub> corde	Corde Moy. (mm)	Notch	m <sub>0</sub> (g)	Etat épr.
EAW1	7j.	98,00	12	24	37,00	38,00	56,50	F+R	20,422	RG.
EAW2		98,00	12	24	39,00	39,00	58,50	F+R	20,576	RG.
EAW3		99,00	12	24	40,00	40,00	60,00	F+R	29,678	RG.
EAW4		98,00	12	24	36,00	39,00	57,00	F+R	20,250	RG.
EAW5	14j.	95,00	12	24	39,00	40,00	59,00	F+R	20,641	RG.
EAW6		97,50	12	24	39,00	40,00	59,00	F+R	20,308	RG.
EAW7		96,00	12	24	36,00	39,00	55,50	F+R	19,933	RG.
EAW8		94,00	12	24	39,00	40,00	59,50	F+R	20,413	RG.
EAW9	28j.	96,00	12	24	36,00	37,00	55,00	F+R	19,741	RG.
EAW10		95,00	12	24	36,00	37,00	55,00	F+R	19,823	RG.
EAW11		98,00	12	24	38,00	47,50	66,50	F+R	20,300	RG.
EAW12		98,00	12	24	36,00	36,50	54,50	F+R	19,940	RG.
EAW13	LT.	96,00	12	24	36,50	37,50	55,75	F+R	19,981	RG.
EAW14		98,00	12	24	38,00	39,00	58,00	F+R	20,061	RG.
EAW15		89,00	12	24	35,00	37,00	54,50	F+R	19,510	RG.
EAW16		96,00	12	24	35,50	36,00	53,75	F+R	19,684	RG.

**Tableau II.5 :** Dimensions et masse initiale des échantillons destiné pour (L'hypochlorite de sodium)

Eprouvette (javel)	Durée	L (mm)	W (mm)	B (mm)	l <sub>a</sub> corde	l <sub>b</sub> corde	Corde moy(mm)	Notch	m0	Etat d'épr.
EAH1	7j.	96 ,00	12 ,00	24 ,00	33,50	42,00	37,75	F+R	20,866	RG.
EAH2		95 ,00	12 ,00	24,00	24,00	39,00	31,50	F+R	20,022	RG.
EAH3		96 ,00	12 ,00	24,00	32,50	41,00	36,75	F+R	20,076	RG.
EAH4		95 ,00	12 ,00	24,00	22,00	31,00	26,50	F+R	19,812	RG.
EAH41		91 ,00	12 ,00	23,60	32,00	44,00	38,00	S+R	20,324	IRG.
EAH42		95 ,00	12 ,00	23,00	29,00	41,00	35,00	S+R	20,534	IRG.
EAH5	14j.	95 ,00	12 ,00	24,00	38,00	40,00	39 ,00	F+R	20,435	RG.
EAH6		98 ,00	12 ,00	24,00	16,00	39,00	27,50	F+R	20,213	RG.
EAH7		96 ,00	12 ,00	24,00	33,00	40,00	36,50	F+R	19,789	RG.
EAH8		97 ,00	12 ,00	24,00	26,00	40,00	33,00	F+R	20,324	RG.
EAH81		97 ,00	12 ,00	23,50	26,00	26,50	26,25	S+R	18,511	IRG.
EAH82		95 ,00	12 ,00	24,50	30,00	45,00	37,50	S+R	21,985	IRG.
EAH9	28j.	95 ,00	12 ,00	24,00	30,00	31,00	30,50	F+R	20,265	RG.
EAH10		95 ,00	12 ,00	24,00	30,00	31,00	30,50	F+R	20,470	RG.
EAH11		91 ,00	12 ,00	24,00	29,00	50,00	39,50	F+R	19,977	RG.
EAH12		96 ,00	12 ,00	24,00	40,00	40,00	40,00	F+R	20,533	RG.
EAH121		94 ,00	12 ,00	24,60	16,00	38,00	25,50	S+R	20,376	IRG.
EAH122		96 ,00	12 ,00	23,50	31,00	40,00	35,50	S+R	20,125	IRG.
EAH13	LT.	98 ,00	12 ,00	24,00	38,50	40,00	39,25	F+R	21,044	RG.
EAH14		87 ,00	12 ,00	24,00	39,00	39,00	39,00	F+R	20,155	RG.
EAH15		96 ,00	12 ,00	24,00	38,00	39,00	38,50	F+R	19,922	RG.
EAH16		95 ,00	12 ,00	24,00	20,00	39,00	29,50	F+R	20,472	RG.
EAH161		94 ,00	12 ,00	23,00	30,00	31,00	30,50	S+R	18,692	IRG.
EAH162		91 ,00	12 ,00	23,10	31,00	31,00	31,00	S+R	18,091	IRG.
EAH163		96 ,00	12 ,00	24,00	32,00	40,00	36,00	S+R	20,486	IRG.
EAH164		95 ,00	12 ,00	23,60	24,00	35,00	29,50	S+R	20,117	IRG.

**Tableau II.6 :** dimensions et masse initiale des échantillons destiné pour (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>).

Eprouvette (H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> )	Durée	L (mm)	W (mm)	B (mm)	l <sub>a</sub> corde	l <sub>b</sub> corde	Corde Moy(mm)	notch	m0	Etat ér.
EAS1	7j.	92,00	12,00	24,00	36,50	39,00	37,75	F+R	19,833	RG.
EAS2		94,50	12,00	24,00	37,00	39,00	38,00	F+R	19,624	RG.
EAS3		96,00	12,00	24,00	36,00	36,50	36,25	F+R	20,498	RG.
EAS4		91,00	12,00	24,00	38,00	40,00	39,00	F+R	20,277	RG.
EAJ15		93,00	12,00	23,40	25,00	26,00	25,50	S+R	17,921	IRG.
EAS5	14j.	94,00	12,00	24,00	38,00	39,00	38,50	F+R	20,598	RG.
EAS6		93,50	12,00	24,00	38,00	38,00	38,00	F+R	19,854	RG.
EAS7		94,00	12,00	24,00	40,00	40,00	40,00	F+R	20,056	RG.
EAS8		94,00	12,00	24,00	35,50	37,00	36,25	F+R	19,798	RG.
EAJ2		95,00	12,00	24,00	25,00	40,00	32,50	S+R	19,699	IRG.
EAS9	28j.	88,50	12,00	24,00	33,00	34,00	33,50	F+R	18,631	RG.
EAS10		98,00	12,00	24,00	34,50	39,00	36,75	F+R	20,071	RG.
EAS11		98,00	12,00	24,00	36,00	38,00	37,00	F+R	19,914	RG.
EAS12		92,00	12,00	24,00	33,50	34,50	34,00	F+R	19,297	RG.
EAJ14		92,00	12,00	24,00	30,00	39,00	34,50	S+R	20,219	IRG.
EAS13	LT.	98,00	12,00	24,00	46,00	47,00	46,50	F+R	21,429	RG.
EAS14		96,00	12,00	24,00	37,50	38,00	37,75	F+R	19,932	RG.
EAS15		99,00	12,00	24,00	44,00	44,00	44,00	F+R	20,923	RG.
EAS16		97,00	12,00	24,00	35,00	38,00	36,50	F+R	20,211	RG.
EAJ5		97,00	12,00	23,50	38,00	40,00	39,00	S+R	20,890	IRG.

**Tableau II.7** : dimensions et masses initiales des éprouvettes destinées pour (TM).

Eprouvette( TM)	Durée	L (mm)	W (mm)	B (mm)	L <sub>a</sub> corde	l <sub>b</sub> corde	Corde Moy (mm)	notch	m0	Etat épr.
EAC1	7j.	94,00	12	23,50	39,00	39,00	39,00	F+R	19,511	RG.
EAC2		98,00	12	23,60	39,00	40,00	39,50	F+R	20,333	RG.
EAC3		95,00	12	23,80	38,00	40,00	39,00	F+R	20,234	RG.
EAC4		96,00	12	24,00	36,00	38,00	37,00	F+R	20,099	RG.
EAJ16		90,00	12	24,00	24,00	26,00	25,00	S+R	18,080	IRG.
EAC5	14j.	93,00	12	23,50	39,00	40,00	39,50	F+R	20,598	RG.
EAC6		96,00	12	23,80	40,00	40,00	40,00	F+R	20,167	RG.
EAC7		95,00	12	24,00	37,50	39,00	38,25	F+R	20,411	RG.
EAC8		94,50	12	23,60	38,00	40,00	39,00	F+R	20,300	RG.
EAJ11		99,00	12	23,30	34,00	42,00	38,00	S+R	20,833	IRG.
EAC9	28j.	89,00	12	24,00	31,00	36,00	33,50	F+R	18,855	RG.
EAC10		95,00	12	23,50	34,00	37,00	35,50	F+R	19,490	RG.
EAC11		93,00	12	23,80	34,50	36,00	35,25	F+R	19,157	RG.
EAC12		97,00	12	23,60	37,00	39,00	38,00	F+R	19,833	RG.
EAJ13		86,00	12	23,00	29,00	29,00	29,00	S+R	17,887	IRG.
EAC13	LT.	95,00	12	23,80	35,00	36,00	35,50	F+R	19,354	RG.
EAC14		93,50	12	24,00	38,00	39,00	38,50	F+R	20,231	RG.
EAC15		96,00	12	24,00	39,00	40,00	39,50	F+R	20,442	RG.
EAC16		97,00	12	24,00	36,00	39,00	37,50	F+R	20,011	RG.
EAC161		96,00	12	24,00	37,00	40,00	38,50	F+R	20,466	RG.

## II.6 Préparation des milieux :

Les environnements choisis sont une combinaison entre la nature des sols et les différents agents chimiques,

Quatre milieux sont choisis dans cette étude pour des durée (7j, 14j, 28 j) :

**Tableau II.8** : les différents milieux pour cette étude.

Milieux	Formule chimique	fournisseur	observation
DW	$H_2CO_3$	SARL AA Ain-Smara (Constantine)	Eau distillé par deminéralisation
Hypochlorite de sodium (Eau de javel)	$NaClO$	SARL Very Net	Eau de javel
Acide sulfurique	$H_2SO_4$	Laboratoire de chimie (LCOA)	Concentration 20%
TM	$(C_7H_8)$ , $(CH_3OH)$	Laboratoire de chimie (LCOA)	(50-50)%

## II.7 Déroulement des essais de choc :

Les essais ont été effectués sur une machine de choc (CHARPY) Allemande ZWICKI 5113, qui sert à déterminer l'énergie de choc et la résilience sur des éprouvettes entaillées en matière plastique ou métallique et leurs alliages, de même que le bois ou encore le verre. L'appareil est conforme aux normes EN 10045-2, DIN 51 222, DIN 51 233, ISO 442 et ASTM D 256, selon la matière à tester et leurs dimensions, la machine offre différents pendules : 7,5, 15, 25 et 50 J, jeux d'appuis et portes éprouvettes interchangeableables avec énergie nominale comprise entre 0,5 et 50 J. Nous avons utilisé dans nos essais un marteau de 25J, L'interface sérielle de l'appareil permet de raccorder à un PC, un logiciel TestXpert dont l'interface permet le traitement des données déterminé en essais.



**Figure II.13** : Dispositif de l'essai de choc ZWIKI 5113.

### II.7.1 Le mouton pendule Charpy :

Le mouton pendule Charpy se compose d'un couteau fixé sur un marteau qui oscille dans un plan vertical autour d'un axe. Une partie de l'énergie emmagasinée dans la chute du pendule est utilisée pour rompre l'éprouvette, Le centre de gravité du pendule est toujours très voisin de l'arête du couteau du pendule Pour exécuter l'essai Charpy, le couteau est écarté de la verticale d'une hauteur  $h_0$  correspondant à une énergie de départ (en général proche de  $(W_0 = 300 \text{ joules})$ , On libère le couteau, qui dans sa chute, en passant à la verticale, rompt l'éprouvette.



*Figure II.14 : Le différent mouton pendule 7,5 J, 15J, 25J.*

**CHAPITRE III :**

**ETUDE DE L'ABSORPTION DES  
FLUIDES PAR DES EPROUVETTES  
SOUS FORME D'ARCS DESTINEES A  
L'ESSAI DE CHOC**

### III.1 Introduction :

Le mécanisme de l'absorption des fluides présents dans l'environnement par le HDPE (ESC) comprend plusieurs étapes, commençant par un changement massique donnant lieu à une plastification. Ensuite l'initiation des craquelures et leur coalescence prend place. Enfin, l'apparition de la fissure et sa propagation à travers la paroi causant l'ultime rupture du pipe. La vitesse du processus dépend, en grande partie, du facteur de diffusion du liquide agressif dans le polymère, puisque différentes combinaisons liquide-polymère produisent différentes réponses. Le taux d'absorption, la formation de la craquelure et sa propagation sont influencés par plusieurs facteurs, à savoir la nature chimique du liquide et sa concentration [34, 38, 40], l'intensité de la contrainte appliquée, la température du milieu, le temps d'exposition et les irrégularités de la surface [43-48].

### III.2 Procédure expérimentale :

L'essai d'absorption a été planifié pour différentes périodes pour des échantillons avec différentes dimensions (Voir Chapitre II, Tableaux II.4, II.5, II.6 et II.7), (Fig. III.1). Les échantillons ont été immergés dans les milieux cités antérieurement et qui sont : eau distillée, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (20%), TM, eau de Javel.



*Figure III.1 : Spécimens pour tests de d'absorption.*

Après la pesée des masses initiales, les échantillons ont été perforés avec une perceuse pour attacher un fil en crin et une étiquette par échantillon comme indiqué dans la (Figure III.2) Ensuite, ils ont été repesés avec le fil et l'étiquette avant de les mettre dans les milieux.

Les éprouvettes choisies pour l'essai d'absorption sont les mêmes éprouvettes destinées pour l'essai de choc [45]. Le premier prélèvement des éprouvettes immergées a été opéré après 7 jours d'imprégnation, alors que le second a été effectué après 14 jours et le dernier après 28 jours (Fig. III.3).



*Figure III.2 : éprouvette avec fil et étiquette.*



*Figure III.3 : Bocal en verre pour l'immersion des éprouvettes.*

La procédure consiste à retirer l'éprouvette de l'environnement testé en l'essuyant doucement avec une lingette en papier, de sorte que tout le liquide pénétrant est retiré de sa surface. La pesée des échantillons est effectuée à l'aide d'une balance électronique de type OUHAUS ayant une précision de 0,001 mg (Fig.III.4). La même procédure de travail est reprise avec tous les échantillons durant les différentes durées.

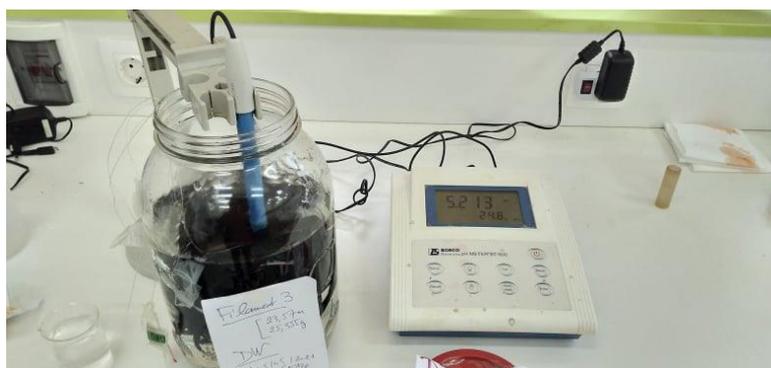


*Figure III.4 : Balance OUHAUS instrument.*

### III.3 Résultats et Analyse :

#### III.3.1 Mesure de pH :

Les solutions considérées dans cette étude ont été soumises à la mesure du pH en utilisant un pH mètre de marque BOECO pH meter Type BT 600 (Germany) ; (Fig. III.5). Cette opération a été faite pour caractériser l'acidité ou bien, en d'autres termes, l'agressivité de chaque milieu.



*Figure III.5 : Dispositif pour la mesure du pH de l'environnement considéré.*

Les valeurs de pH des quatre milieux sont indiquées dans le (Tableau III.1). Il ressort que les 3 premiers milieux sont plutôt acides ( $\text{pH} < 7$ ). Il faut noter que DW est très proche de l'état neutre ( $\text{pH} = 7$ ). Il a fallu attendre un certain temps pour que les valeurs se stabilisent lors de la mesure. Le milieu acide sulfurique à 20% est fortement acide. Par contre le milieu TM a affiché un  $\text{pH} > 7$  indiquant une alcalinité prononcée.

**Tableau III.1 :** Valeurs des pH pour les quatre milieux d'étude.

Milieu	pH
DW	6,68
Eau de javel	3,40
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ; 20%	0,10
TM (50 ; 50)%	11,77

#### III.3.2 Absorption massique :

Les résultats de l'absorption sont représentés dans les Tableaux III.2, III.3, III.4 et III.5. La méthode de calcul pour les masses absorbées est donnée par les équations suivantes [43,44] :

$$\Delta m = m_{finale} - m_{0i} \quad (III.1)$$

Et

$$\frac{\Delta m}{m_0} = \frac{m_f - m_{0i}}{m_{0i}} \times 100\% \quad (III.2)$$

Avec  $m_{0i}$  la masse initiale de l'échantillon avec fil et étiquette et  $m_f$  cette masse après immersion. Chaque tableau compte les mesures faites à l'air libre ( $m_{0i}$ ) et pour les durées de 7j, 14j et 28j respectivement désignées par ( $m_{07j}$ ,  $m_{14j}$  et  $m_{28j}$ ).

**Tableau III.2** : Résultats obtenus après l'immersion des éprouvettes dans DW

N° Epr. (DW)	$m_{0i}$ (g)	$m_{07j}$ (g)	$m_{14j}$ (g)	$m_{28j}$ (g)	$\Delta m$ (g)	$\frac{\Delta m}{m_{0i}} \times 100\%$	$\Sigma \frac{\Delta m}{m_{0i}} \times 100\%$
EAW1	20,462	20,513			0,051	0,249	0,13
EAW2	20,651	20,666			0,015	0,072	
EAW3	20,733	20,745			0,012	0,057	
EAW4	20,305	20,334			0,029	0,142	
EAW5	20,725		20,735		0,01	0,048	0,047
EAW6	20,390		20,396		0,006	0,029	
EAW7	20,001		20,011		0,01	0,049	
EAW8	20,472		20,485		0,013	0,063	
EAW9	19,813			19,820	0,007	0,035	0,109
EAW10	19,854			19,900	0,046	0,231	
EAW11	20,337			20,369	0,032	0,157	
EAW12	20,029			20,032	0,003	0,014	

Le **Tableau III.2** donne les % d'absorption correspondants au 3 durées considérées. Les résultats indiquent une faible absorption qui se fait probablement à la surface. Dans le temps, l'absorption diminue puis augmente. Ceci peut être du à la méthode de mesure qui ne montre pas des valeurs importantes. Ceci a été observé pour DW dans d'autres études (faibles valeurs) car le HDPE n'est un matériau homogène et comporte plusieurs additifs dont on ne connaît pas le comportement à l'absorption.

Le **Tableau III.3** donne les % d'absorption correspondants au 3 durées considérées pour le cas de l'eau de javel. Les résultats indiquent aussi une faible absorption mais plus grande que celle de DW. Les valeurs sont aux alentours de 1% après 7j mais diminuent drastiquement au bout de 14 et 28j. Ces données pourraient être intéressantes surtout les eaux javellisées et leurs effets sur le HDPE à long terme.

**Tableau III.3 : Résultats de l'immersion des éprouvettes dans l'eau de javel.**

N° Epr. (Javel)	m <sub>0</sub> (g)	m <sub>0i</sub> (g)	m7j (g)	m14 j (g)	m28 j (g)	Δm (g)	$\frac{\Delta m}{m_{0i}} \times 100\%$	$\Sigma \frac{\Delta m}{m_{0i}} \times 100\%$
EAH1	20,866	20.889	20,977			0,088	0,421	0,982
EAH2	20,022	20.120	20,127			0,007	0,034	
EAH3	20,076	20.374	20,394			0,02	0,098	
EAH4	19,812	19.890	20,112			0,222	1,116	
EAH41	20.31	20.420	21,064			0,644	3,153	
EAH42	20.530	20.584	20,804			0,22	1,068	
EAH5	20,435	20.450		20,579		0,129	0,630	0,197
EAH6	20,213	20.280		20,292		0,012	0,059	
EAH7	19,789	19.877		19,921		0,044	0,221	
EAH8	20,324	20.420		20,430		0,01	0,048	
EAH81	18,511	18.609		18,625		0,016	0,085	
EAH82	21,985	22.069		22,100		0,031	0,140	0,283
EAH9	20.261	20.291			20,403	0,112	0,551	
EAH10	20.476	20.642			20,744	0,102	0,494	
EAH11	19.977	20.093			20,096	0,003	0,014	
EAH12	20.533	20.584			20,678	0,094	0,456	
EAH121	20.376	20.492			20,512	0,02	0,097	
EAH122	20.125	20.276			20,293	0,017	0,083	

**Tableau III.4 : Résultats de l'immersion des éprouvettes dans le H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.**

N° Epr (H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> )	m <sub>0</sub> (g)	m <sub>0i</sub> (g)	m7j (g)	m14 j (g)	m28 j (g)	Δm (g)	$\frac{\Delta m}{m_{0i}} \times 100\%$	$\Sigma \frac{\Delta m}{m_{0i}} \times 100(\%)$
EAS1	19.764	19.901	19.791			0,027	0,136	2,073
EAS2	19.582	20.022	19.896			0,314	1,603	
EAS3	20.452	20.541	20.489			0,037	0,180	
EAS4	20.233	20.322	20.257			0,024	0,118	
EAJ15	17.884		17.890			0,006	0,033	
EAS5	20.555	20.697		20.626		0,071	0,345	1,354
EAS6	19.812	19.900		19.839		0,027	0,136	
EAS7	20.013	20.141		20.074		0,061	0,304	
EAS8	19.751	19.782		19.819		0,068	0,344	
EAJ2	19.661	19.600		17.705		0,044	0,223	
EAS9	18.594	18.744			18.645	0,051	0,274	1,246
EAS10	20.033	20.300			20.099	0,066	0,329	
EAS11	19.873	19.933			19.926	0,053	0,266	
EAS12	19.261	19.376			19.300	0,039	0,202	
EAJ14	20.181	20.291				0,035	0,173	

Le [Tableau III.4](#) résume les données du milieu H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Nous avons eu un problème de détérioration complète de la partie du fil de crin immergée dans l'acide. Donc il fallait récupérer les échantillons et les identifier à partir des marquages sur la surface et qui ont survécus à

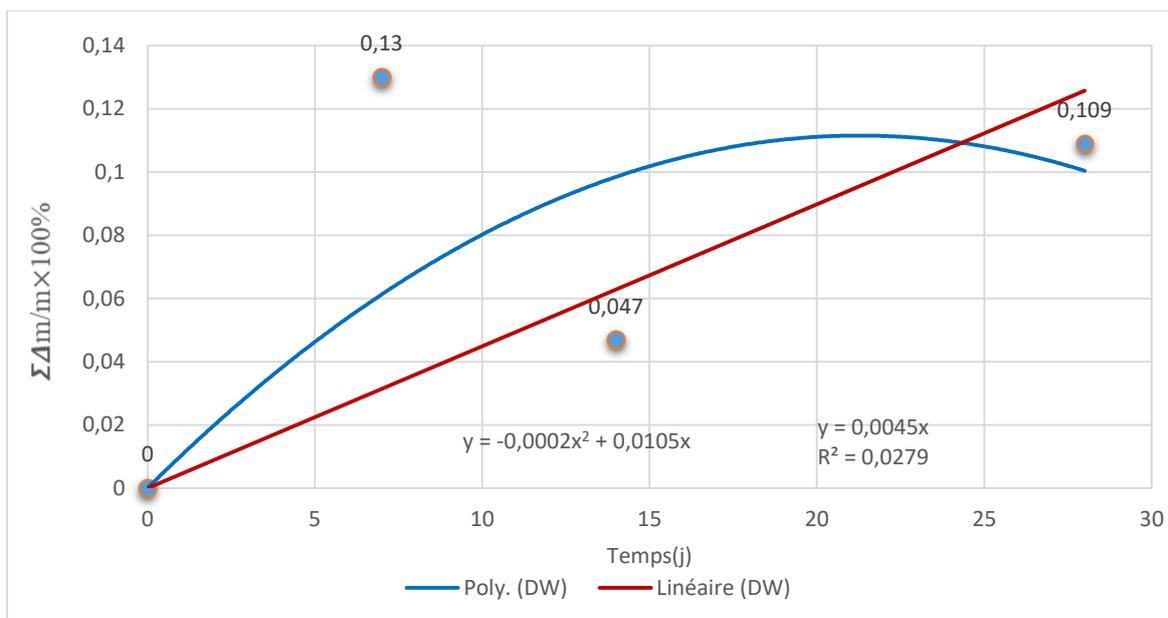
l'attaque de l'acide. Cette situation doit nous emmener à réfléchir sur une autre méthode d'identification pour les milieux incompatible avec les acides. Les absorptions sont entre 1.3 et 2%. Ceci est nettement plus grand que les cas de DW et Eau de Javel. De la même manière, on assiste à une fluctuation des valeurs de l'absorption qui ont diminué entre 7j et respectivement à de l'ordre 14j et 28j. Normalement, la littérature montre une certaine absorption croissante dans le temps [43,44].

**Tableau III.5 :** Résultats de l'immersion des éprouvettes dans le mélange TM.

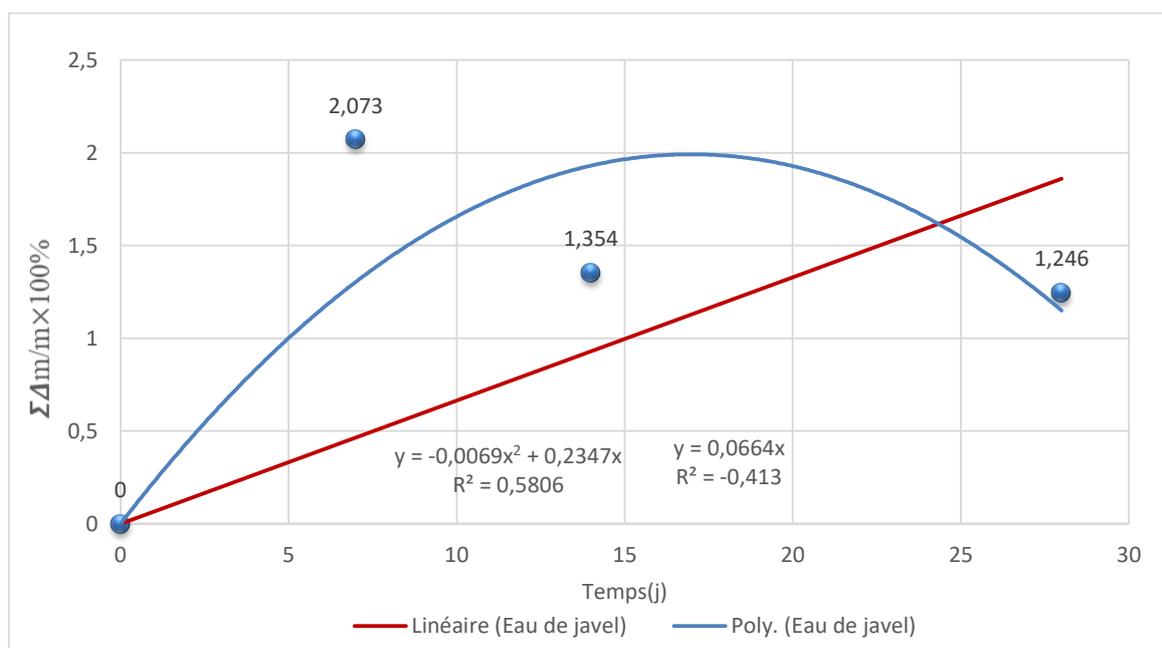
N° Epr. (TM)	m <sub>0</sub> (g)	m <sub>0i</sub> (g)	m <sub>7j</sub> (g)	m <sub>14 j</sub> (g)	m <sub>28 j</sub> (g)	Δm (g)	$\frac{\Delta m}{m_{0i}} \times 100\%$	$\Sigma \frac{\Delta m}{m_{0i}} \times 100\%$
EAC1	19,511	19,587	19,775			0,188	0,959	1,186
EAC2	20,333	20,373	20,688			0,345	1,693	
EAC3	20,234	20,294	20,496			0,202	0,995	
EAC4	20,099	20,102	20,366			0,264	1,313	
EAJ16	18,080	18,118	18,294			0,176	0,971	
EAC5	20,598	20,722		21,161		0,439	2,118	1,987
EAC6	20,167	20,233		20,665		0,432	2,135	
EAC7	20,411	20,671		20,969		0,298	1,441	
EAC8	20,300	20,323		20,799		0,476	2,342	
EAJ1	20,833	20,970		21,369		0,399	1,902	
EAC9	18,855	18,944			19,537	0,593	3,130	2,988
EAC10	19,496	19,667			20,254	0,587	2,984	
EAC11	19,157	19,229			19,828	0,599	3,115	
EAC12	19,833	19,911			20,541	0,630	3,164	
EAJ13	17,887	18,008			18,467	0,459	2,548	

Le **Tableau III.5** résume les résultats de l'immersion des éprouvettes dans le mélange TM. Dans ce cas, TM. Dans ce cas, la progression de l'absorption est plus claire dans le temps puisqu'il y a une augmentation de 1% à 2% et enfin à 3% respectivement pour 7, 14 et 28 jours. On peut dire que le cas solvants est caractéristique pour les semi-cristallins comme il a été observé dans d'autres études [43,44].

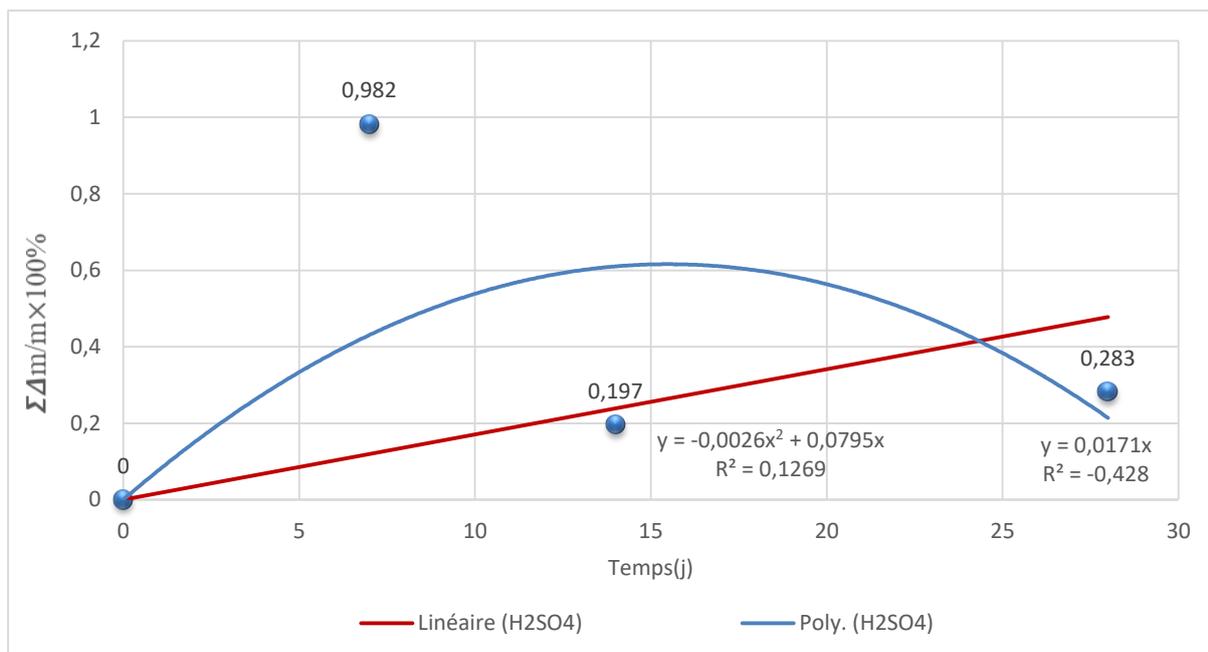
Les (**Figures III.6** jusqu'à III.10) représentent les variations de masse avec le temps et les courbes de tendance des différents cas. Chaque courbe de tendance a son coefficient de détermination.



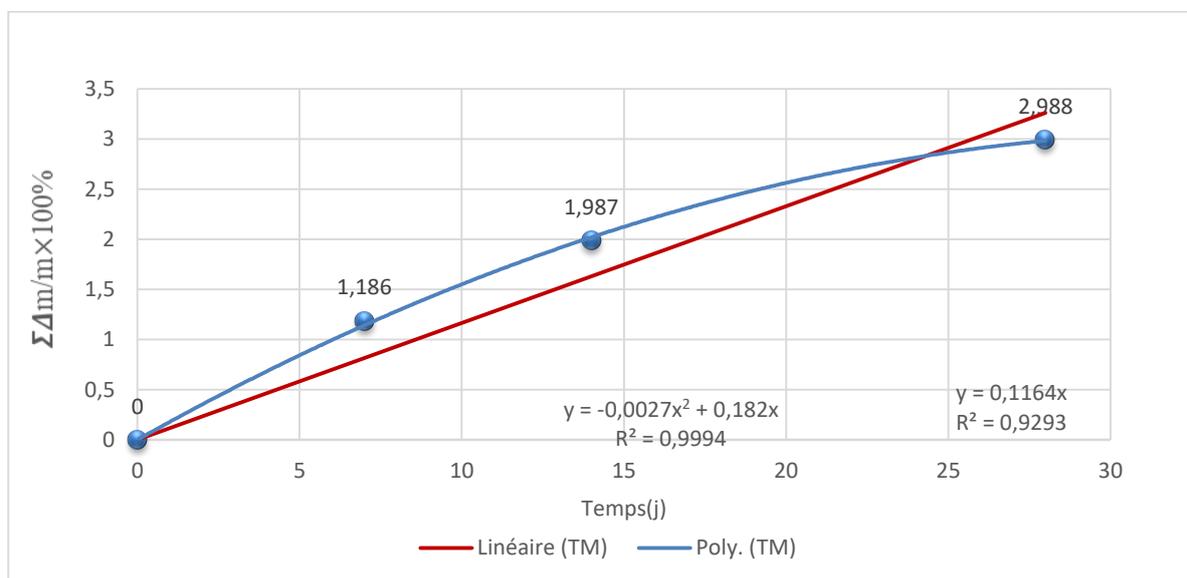
**Figure III.6 :** Evolution de la variation de la masse absorbée pour DW en fonction du temps.



**Figure III.7 :** Evolution de la variation de la masse absorbée pour l'eau de javel en fonction du temps.



**Figure III.8 :** Evolution de la variation de la masse absorbée pour l'acide sulfurique en fonction du temps.



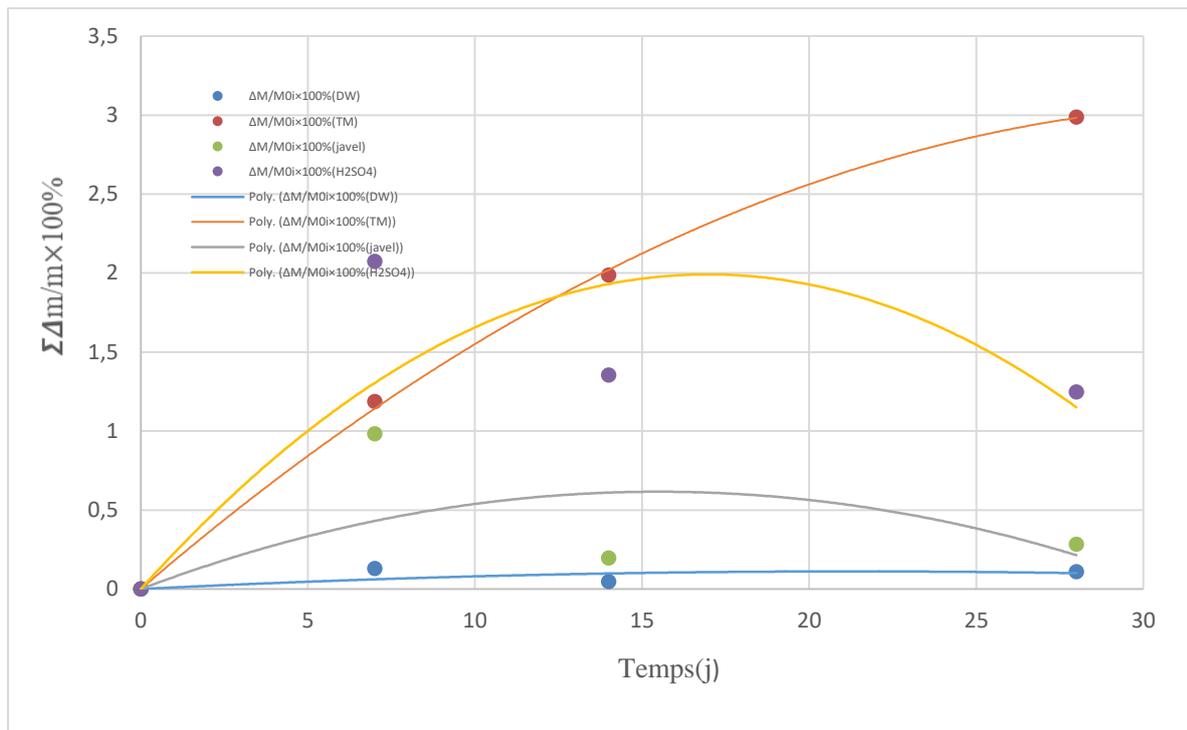
**Figure III.9 :** Evolution de la variation de la masse absorbée pour le mélange toluène-méthanol en fonction du temps.

Le cas TM a présenté la meilleure corrélation entre  $\frac{\Delta m}{m}$  % et le temps d'immersion des éprouvettes :

$$\frac{\Delta m}{m} = -0,0027 t^2 + 0,182 t$$

Avec un coefficient de détermination :  $R^2=0,9994$

Dans les autres cas, les corrélations n'étaient pas bonnes comme montré dans la [Figure III.10](#). Il est recommandé de faire au moins 2 actions : La première est de continuer pour des durées plus grandes pour avoir une meilleure vision dans le temps et plus de data. La seconde action sera de reprendre les essais avec des éprouvettes plus petites et destinées seulement à l'absorption comme effectué dans une autre étude [43].



**Figure III.10** : Récapitulatif des différentes courbes d'absorption en fonction du temps.

### III.4 Conclusion :

Dans ce chapitre nous avons étudié le comportement de  $\frac{\Delta m}{m_0}$  (%) en fonction du temps pour quatre milieux différents. Il a été trouvé que le milieu absorbé le plus par HDPE est le TM ou  $\frac{\Delta m}{m_0}$  (%) a avoisiné le 3%. Ceci est normal car le TM est un puissant solvant et donc peut pénétrer le polymère facilement cependant, la valeur reste faible. En fonction du temps le comportement le plus régulier serait aussi celui du milieu TM en effet la courbe  $\frac{\Delta m}{m_0} = f(t)$  donne une corrélation très satisfaisante ( $R^2 > 0,999$ ). Il est intéressant de voir l'effet du temps pour des durées plus grandes c'est-à-dire à long terme

## **CHAPITRE IV :**

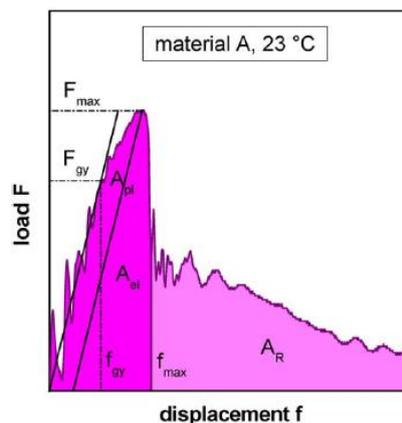
# **ETUDE DE LA RESISTANCE AU CHOC DU TUBE HDPE VIEILLI DANS DES MILIEUX AGRESSIFS**

#### IV.1 Introduction :

Les études de la résistance des tubes en HDPE a gagné plusieurs espaces dans le domaine des transports et de distribution de fluides. En Algérie, l'utilisation des tubes en HDPE connait un essor considérable pour les entreprises commercialisant le gaz naturel comme la SONELGAZ et celles intéressées par l'acheminement et la gestion de l'eau potable comme l'ADE et ses différentes filiales (SEAAL, SEOR, EPEA ...). Il y a aussi les tubes HDPE utilisés dans l'assainissement et pour le drainage (Office National de l'Assainissement ONA, l'Agence Nationale des Barrages ANB, ...).

Pour ces utilisations qui nécessitent plus de fiabilité et d'assurance dans la conception des réseaux de conduites, il faut des techniques de vérification et de contrôle rigoureuses pour des structures comme celles-ci dont dépend la sécurité des personnes et des biens. De plus, la quasi-totalité des ouvrages de transport de fluides (gaz ou eau) sont enterrés notamment dans les villes, ce qui implique des essais et des tests grandeur nature pour assurer un fonctionnement sécurisé dans le temps et pour réduire les risques éventuels.

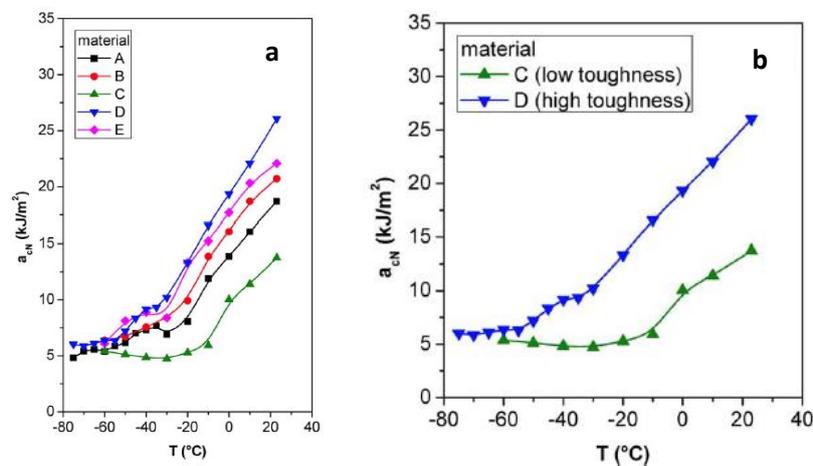
Parmi les essais normalisés pour les tubes HDPE, il y a l'essai de choc (impact testing) destiné à s'assurer de valeur de la résilience de la matière de fabrication. Aussi, ce test peut être utilisé pour trouver la température de transition fragile ductile du matériau en effectuant des essais de rupture sous choc à différentes températures. Le point d'inflexion de la courbe (Résistance – Température) donnera la température de transition de rupture fragile (basse  $T^{\circ}$ ) vers ductile ( $T^{\circ}$  modérée). L'essai de choc instrumenté (Fig. IV.1) a aussi gagné considérablement de place ces dernières années grâce à son approche pratique et le fait qu'il



**Figure IV.1** Courbe type charge-déplacement de Charpy instrumenté  
Pour le matériau HDPE-100 [60].

Permette donner la ténacité dans les conditions les plus critiques sachant la vitesse de déformation ( $d\epsilon/dt$ ) et la configuration de l'entaille (en V, en U, slit, ...). Aussi, cet essai est

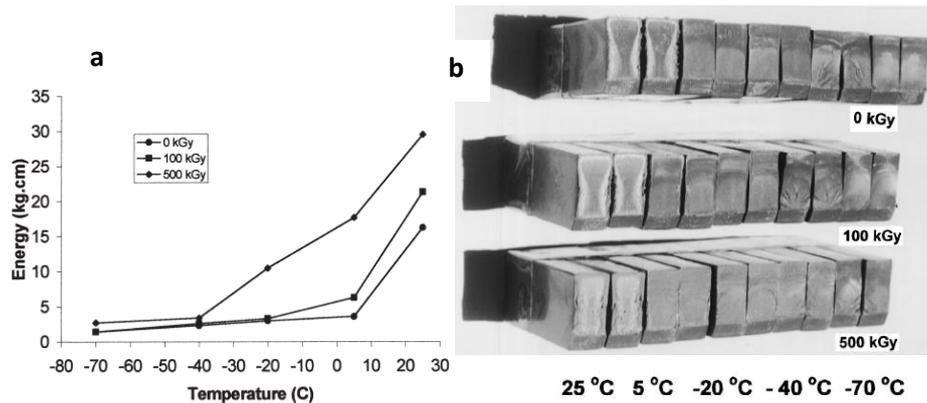
un moyen classique pour caractériser la fragilisation du matériau sous l'action d'un choc, généralement appelé l'essai de résilience. Dans la [Figure IV.2a](#), l'énergie de rupture sous choc (est représentée en fonction de la température pour plusieurs HDPE ayant respectivement les caractéristiques suivantes en termes de couleur, MFI (g/10min) et masse volumique (g/m<sup>3</sup>) : (A : Noir, 0.34, .958 ; B : Naturel, 0.34, 0.948 ; C : Noir, 0.70, 0.955 ; D : Noir, 0.22, 0.959 et E : Bleu, 0.33, 0.950) [60]. On remarque que la fragilité est prononcée aux basses températures située en dessous de -20°C. La résilience est dans l'intervalle 4-9 kJ/m<sup>2</sup> alors que dans le domaine ductile elle augmente jusqu'à ~26 kJ/m<sup>2</sup>. De même pour les HDPE bimodaux (C : faible ténacité et D : haute ténacité), la résilience mesurée est largement affectée ([Fig. IV.2b](#)). Dans le cas D (courbe bleue), la transition fragile-ductile (BDT) commence vers -50°C, alors que pour le matériau C (Courbe verte), la transition commence vers -10°C.



**Figure IV.2** Evolution de la ténacité de Charpy du HDPE en fonction de la T° et des propriétés physiques (Pigmentation, MFI et Masse volumique) [60].

Dans un autre travail, le matériau recyclé 75/25 LDPE/LDPE) a été testé au choc après exposition à un rayonnement variable [61]. La [Figure IV.3a](#) montre la variation de la résilience en fonction de la température. La résistance de rupture se trouve diminuée à mesure que la dose de rayonnement augmente. La chute est de 12 à 3 kg.cm et l'écart se creuse encore plus à mesure que la T° augmente. L'intensité du rayonnement joue aussi un rôle dans la dégradation de la résilience. La [Figure IV.3b](#) présente une vue générale de la surface de rupture après impact des spécimens irradiés et non-irradiés. La surface révèle des événements caractéristiques pour ce type d'exposition et de la quantité d'énergie absorbée. La morphologie a changé d'une mixture de régions corses (accentuées) et plates vers une région complètement aplatie et écrasée à mesure que le T° diminue. Ceci indique que le phénomène de rupture évolue vers une

fragilité suffisamment exprimée. A T° ambiante, la surface est caractérisée par de larges lèvres de cisaillement de couleur blanchâtre sur les deux bords et d'une zone centrale sombre et plane.



**Figure IV.3** Evolution de la ténacité de Charpy du HDPE en fonction de la T° et des propriétés physiques (Pigmentation, MFI et Masse volumique) [61].

Cette observation est caractéristique de la rupture ductile dans les polymères. Ce phénomène commence à disparaître à mesure que la T° décroît vers TTFD (BDTT).

Dans son mémoire de magister, A. Chabbi [41] a étudié la rupture du HDPE-80 destiné à la distribution du gaz naturel sous le mode choc. Deux valeurs de la largeur de l'éprouvette ont été considérées (8 et 32 mm) avec différents milieux de vieillissement. En plus du cas air, il y avait DW (ED), H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (différentes concentrations), l'eau javellisée et un mélange de toluène méthanol (TM) comme indiqué dans la **Tableau IV.1**. Il a été trouvé que la résistance au choc augmentait dans le cas du TM et de l'acide sulfurique pour une durée de 7 jours. Les valeurs de G<sub>choc</sub> ont atteint la valeur de 9,18 kJ/m<sup>2</sup> pour le cas de TM.

**Tableau IV.1** : Milieux considérés et valeurs obtenues pour G dans l'étude A. Chabbi [45]

Milieu	G (kJ/m <sup>2</sup> )
Air	6,37
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> [1%]	6,69
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> [20%]	6,30
Eau de Javel	6,69
Toluène-méthanol	9,18
Eau distillée	6,58

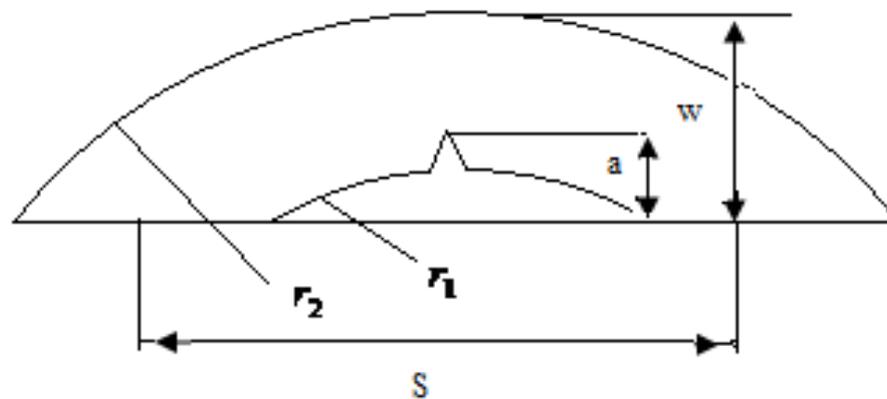
L'objectif de ce chapitre est d'évaluer expérimentalement l'énergie de rupture d'un tube d'eau en HDPE-100 à partir d'éprouvettes non standards et vieilles. En d'autres termes,

on cherche à explorer s'il y a un impact des environnements agressifs sur la résistance au choc et quel est l'effet du temps d'exposition au-delà de 7 jours.

## IV.2 Approche expérimentale :

### IV.2.1 Epreuves d'essai de choc :

Les éprouvettes étudiées dans ce travail sont sous forme d'arcs de largeur  $B = 24$  mm qui est en même temps la largeur de l'éprouvette. L'épaisseur de l'éprouvette ( $W$ ) est représentée par l'épaisseur du tube lui-même et elle vaut 12mm. Ces dimensions sont déduites de l'étude de Niglia et al. [41]. L'intérêt de l'utilisation de ce type des éprouvettes est de juger l'influence globale de l'ensemble des paramètres liés à la géométrie, la structure chimique et aux conditions de transformation propre au tube extrudé avec son histoire thermomécanique.



*Figure IV.4: Eprouvette sous forme d'arc pour essai de choc selon la norme ASTM E 399-10.*

Les éprouvettes sous forme d'arc avec une entaille interne sont testées avec une machine de choc type ZWIKI 5113. Le pendule adopté est celui de 25 J car la partie d'impact permet de prendre en charge un  $W$  de 24mm. L'angle de déclenchement est de  $160^\circ$ . Comme nous avons eu des difficultés à mettre en marche les enregistrements par le biais du logiciel TestXpert qui permet une analyse automatique, nous avons fait l'acquisition manuellement ainsi que le traitement afin de s'assurer de validité des résultats.

La [Figure VI.5](#) montre le dispositif de choc avec une éprouvette en arc prête à l'essai. Il est clair que l'impact va se faire sur la partie externe du tube, c'est-à-dire la partie non entaillée ([Fig. IV.5a](#)).



**Figure IV.5 :** Vues de l'éprouvette d'essai montée sur les appuis de la machine ;  
(a) côté externe du tube et (b) côté interne.

La lecture de la valeur de l'énergie d'impact s'effectue sous la forme d'un pourcentage (%) de la valeur en Joules indiquée sur le marteau choisi. Le marteau adapté à notre cas est celui de 25 Joules. L'afficheur numérique donne le numéro de l'éprouvette dans la série d'essais et le % comme indiqué dans la [Figure IV.6](#). Par rapport au logiciel, quand les paramètres de la machine (J du marteau) et les paramètres dimensionnels de l'éprouvette (épaisseur, largeur, la profondeur d'entaille...) sont correctement introduits, les paramètres énergétiques sont automatiquement donnés ou calculés. Il s'agit de J en %, l'énergie en Joules, la résilience en  $J/m^2$ , la résilience par entaille en  $J/m$  avec le numéro de l'éprouvette. L'afficheur numérique permet aussi de faire les réglages nécessaires et traiter de la même manière les moyennes et les données acquises.



*Figure IV.6 : Afficheur numérique de la machine avec (n) le numéro de l'essai et (x) l'énergie mesurée en %.*

#### IV.2.2 Mesure des sections réelles :

La mesure des sections réelles est effectuée après l'essai. Les résultats obtenus sont indiqués dans les Tableaux (IV.2, IV. 3, IV.4, IV.5 et IV.6) pour chaque milieu.

**Tableau IV.2 : Dimensions des éprouvettes testées as-received ; Air.**

N° Epr.	Ligament (mm)	Profond. entaille (mm)	Section réelle (mm <sup>2</sup> )
EAA1	10,25	1,75	235,75
EAA2	10,50	2,50	241,50
EAA3	10,00	2,00	230,00
EAA4	10,50	1,50	246,75
EAA5	10,50	1,50	241,50
EAA6	10,00	2,00	230,00
EAA7	10,00	2,00	235,00
EAA8	10,25	1,75	241,50
EAA9	10,50	1,30	252,00
EAA10	10,00	2,00	230,00
EAA11	10,00	3,00	250,00
EAA12	10,25	1,75	235,75
EAA13	10,00	2,00	235,00
EAA14	9,25	1,75	222,00
EAA15	9,75	2,25	234,00
EAA16	9,00	3,00	216,00
EAA17	10,00	1,50	240,00
EAA18	10,00	1,50	245,00
EAA19	10,00	2,00	245,00
EAA20	10,50	1,50	252,00
EAA21	10,00	2,00	240,00
EAA22	9,75	1,75	243,00
EAA23	9,50	2,50	232,75
EAA24	10,25	1,75	246,00
EAA25	10,50	1,50	252,00
EAA26	10,00	1,80	242,00

La méthode de détermination de la section réelle de rupture ( $s$ ) et de la longueur du ligament ( $l$ ) de chaque éprouvette est comme suit :

$$l = (w - a) \quad (\text{IV.1})$$

Et

$$s = (l \times B) \quad (\text{IV.2})$$

**Tableau IV.3 :** Dimensions des éprouvettes du milieu eau distillée (DW).

N° Epr.	Ligament (mm)	Profond. entaille (mm)	Section réelle (mm <sup>2</sup> )
EAW1	10,00	2,00	235,00
EAW2	10,75	1,25	247,25
EAW3	10,00	2,00	235,00
EAW4	11,00	1,00	258,50
EAW5	10,75	1,25	248,32
EAW6	10,00	2,00	233,00
EAW7	10,75	1,25	252,62
EAW8	10,00	2,00	235,00
EAW9	10,50	1,50	245,70
EAW10	11,00	1,00	253,00
EAW11	10,75	1,25	247,25
EAW12	10,00	2,00	230,00

**Tableau IV.4 : Dimensions des éprouvettes du milieu de conditionnement  
Hypochlorite de Sodium (HClO<sup>-</sup> ; Eau chlorée).**

N° Epr.	Ligament (mm)	Profond. entaille (mm)	Section réelle (mm <sup>2</sup> )
EAH1	10,50	1,50	247,80
EAH2	10,00	2,00	235,00
EAH3	10,25	1,75	246,00
EAH4	10,00	2,00	240,00
EAH41	10,25	1,75	241,90
EAH42	10,00	2,00	230,00
EAH5	11,00	1,00	261,80
EAH6	10,50	1,50	246,75
EAH7	10,00	2,00	235,00
EAH8	10,00	2,00	240,00
EAH81	9,75	2,25	229,12
EAH82	10,00	2,00	245,00
EAH9	11,00	1,00	264,00
EAH10	10,00	2,00	240,00
EAH11	10,75	1,25	258,00
EAH12	10,75	1,25	258,00
EAH121	9,00	3,00	221,40
EAH122	10,00	2,00	235,00

**Tableau IV.5 : Dimensions des éprouvettes destinées au milieu de conditionnement Acide Sulfurique (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>).**

N° Epr.	Ligament (mm)	Profond. entaille (mm)	Section réelle (mm <sup>2</sup> )
EAS1	10,75	1,25	249,40
EAS2	11,00	1,00	264,00
EAS3	10,50	1,50	252,00
EAS4	11,00	1,00	264,00
EAJ15	9,25	2,75	216,45
EAS5	11,25	0,75	270,00
EAS6	10,75	1,25	252,62
EAS7	11,00	1,00	253,00
EAS8	10,25	1,75	220,38
EAJ2	10,75	1,25	247,25
EAS9	10,00	2,00	235,00
EAS10	11,00	1,00	258,50
EAS11	11,00	1,00	261,80
EAS12	11,00	1,00	256,30
EAJ14	10,00	2,00	240,00

**Tableau IV.6 : Dimensions des éprouvettes destinées au milieu de conditionnement Toluène-Méthanol 50%-50% (TM 50-50).**

N° Epr.	Ligament (mm)	Profond. entaille (mm)	Section réelle (mm <sup>2</sup> )
EAC1	10,25	1,75	240,87
EAC2	11,00	1,00	258,50
EAC3	10,00	2,00	238,00
EAC4	10,25	1,75	246,00
EAJ16	9,25	2,75	220,15
EAC5	10,50	1,50	252,00
EAC6	10,50	1,50	246,75
EAC7	11,00	1,00	260,70
EAC8	10,00	2,00	240,00
EAJ1	10,00	2,00	233,00
EAC9	10,50	1,50	247,80
EAC10	10,50	1,50	252,00
EAC11	10,00	2,00	235,00
EAC12	10,00	2,00	235,00
EAJ13	10,00	2,00	230,00

### IV.3 Résultats

Dans cette partie, nous présentons les résultats relatifs à la rupture sous choc du HDPE ayant été soumis à des milieux agressifs pendant des durées de 7, 14 et 28 jours.

#### IV.3.1 Rupture d'éprouvettes non standards :

Dans cette section, on présente encore une fois la méthode avec les détails pour l'acquisition des données. Après réalisation de l'essai, l'éprouvette peut rester une seule pièce comme montré dans la Figure IV.7 ou bien est littéralement scindée en 2 morceaux.



*Figure IV.7 : éprouvettes après la réalisation de l'essai.*

La méthode de calcul est la suivante :

$$\text{Energie en (J)} = \frac{E\% \times 25J}{100\%} \text{(J)} \quad (\text{IV.3})$$

$$\text{Résilience} = \frac{E(J)}{\text{section}} \quad (\text{J/m}^2) \quad (\text{IV.4})$$

$$\text{Résilience /entaille} = \frac{E(J)}{B} \text{(J/m)} \quad (\text{IV.5})$$

Les tableaux suivants indiquent les résultats calculés en utilisant les équations précédentes.

### IV.3.2 Air ambiant

**Tableau IV.7** : résultats de l'énergie pour les éprouvettes qui ne sont pas exposé a aucun milieux (Air ambiant)

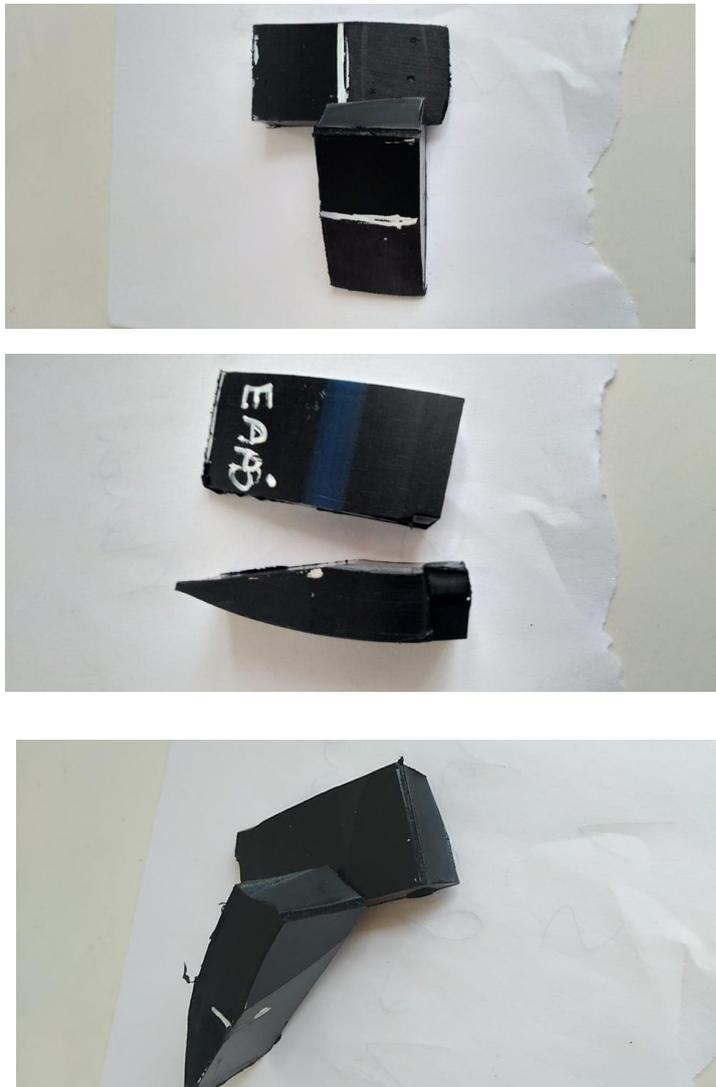
Groupe	N° Epr.	J%	Energie (J)	Résilience kJ/m <sup>2</sup>	Moyenne	Résilience /entaille (J/m)
Eprouvette régulière	EAA11	17,05	4,26	17,05	15,95	170,5
	EAA15	13,42	3,35	14,33		139,79
	EAA16	14,06	3,51	16,27		146,45
	EAA17	14,12	3,53	14,70		147,08
	EAA18	16,54	4,13	16,877		168,77
	EAA19	15,28	3,82	15,59		155,91
	EAA21	16,28	4,07	16,83		168,87
	EAA22	11,79	2,94	12,09		120,98
	EAA23	17,48	4,37	18,77		178,36
	EAA24	19,95	4,98	20,24		207,5
	EAA25	12,09	3,02	11,98		125,83
	EAA26	16,20	4,05	16,73		167,35
Frottement entre éprouvette et marteau	EAA1	70,62	17,65	74,88	70,3	767,60
	EAA3	79,99	19,99	86,94		869
	EAA4	63,07	15,76	63,90		670,95
	EAA5	94,69	23,6	98,02		1029,23
	EAA6	70,14	17,53	76,23		762,39
	EAA7	68,75	17,18	73,13		731,38
	EAA8	74,35	18,58	76,96		808,15
	EAA9	71,98	17,99	71,40		749,79
	EAA10	62,14	15,53	67,54		675,43
	EAA13	47,08	11,77	50,08		500,85
	EAA20	81,5	20,37	80,85		848,95
Placage insuffisant	EAA12	22,33	5,58	23,67	25,21	242,71
	EAA2	25,85	6,46	26,75		280,86

Pour le cas de l'air ambiant, les essais effectués ont été réparti en 3 groupes selon les conditions observées :

- Groupe (1) : éprouvettes régulière ;
- Groupe (2) : éprouvette ayant eu un frottement avec le haut du marteau ;
- Groupe (3) : éprouvette ayant enduré un plaquage insuffisant ;

Il est clair que les groupes 2 et 3 sont à éliminer car ils ne respectent pas les conditions standards de l'essai. Ils sont exposés ici pour montrer que la résilience obtenue se trouve dans les 2 cas largement augmentée car une partie supplémentaire de l'énergie est dépensée par une autre opération (frottement et déformation de l'éprouvette) sans relation avec la rupture au choc.

Dans la figure IV.8, nous montrons quelques déformations non désirées des groupes 2 et 3.



**Figure IV.8 :** Echantillons d'éprouvettes des groupes 2 et 3.

### IV.3.3 Eau distillé (DW)

**Tableau IV.8 :** Résultats d'essai des éprouvettes destinées au milieu de conditionnement eau distillée (DW)

N°Eprv .	Durée	Energie (%)	Energie (J)	Résilience (kJ/m <sup>2</sup> )	résilience/entaille (J/m)	Moyenne résilience	Observation
EAW1	7 j.	11,19	2,80	11,91	119,04	11,95	
EAW2		11,64	2,91	11,76	126,52		
EAW3		11,94	2,98	12,68	127,02		
EAW4		11,86	2,96	11,45	126,17		
EAW5	14 j.	19,59	4,89	19,69	211,68	16,17	Frottement marteau
EAW6		13,26	3,315	14,22	142,27		
EAW7		14,79	3,69	14,60	157,02		
EAW8		15,20	3,80	16,17	161,70		
EAW9	28 j.	13,18	3,26	13,26	141,73	14,94	
EAW10		16,96	4,24	16,75	184,34		
EAW11		11,76	2,94	11,89	127,82		
EAW12		16,45	4,11	17,86	178,69		

#### IV.3.4 Résultats du milieu Hypochlorite de Sodium (Eau javellisée)

**Tableau IV.9 :** Résultats d'essai des éprouvettes destinées au milieu de conditionnement Eau de javel.

N° Eprv ,	Durée	Energie(%)	Energie(J)	Résilience (KJ /m <sup>2</sup> )	Résilience/entaille (J /m)	moyenne	Observation
EAH1	7 j.	11,86	2,96	11,94	125,42	12,95	
EAH2		12,09	3,02	12,85	128,51		
EAH3		11,11	2,77	11,26	157,08		
EAH4		14,87	3,71	15,45	154,58		
EAH41		13,50	3,37	13,93	142,79		
EAH42		11,34	2,83	12,30	123,04		
EAH5	14 j.	14,87	3,71	14,17	155,88	14,28	
EAH6		15,53	3,88	15,72	165,10		
EAH7		16,37	4,09	17,40	174,04		
EAH8		13,98	3,49	14,56	145,625		
EAH81		10,23	2,55	11,12	108,51		
EAH82		12,40	3,12	12,73	127,34		
EAH9	28 j.	13,90	3,47	13,14	141,63	13,35	
EAH10		13,74	3,43	14,29	142,91		
EAH11		12,71	3,17	12,28	132,08		
EAH12		13,26	3,31	12,82	137,91		
EAH121		13,02	3,25	14,67	132,11		Eprouvette irrégulière
EAH122		12,17	3,04	12,93	129,36		

### IV.3.5 Résultats du milieu H2SO4

**Tableau IV.10** : Résultats d'essai des éprouvettes destinées au milieu de conditionnement (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>).

N° Eprv .	Durée	Energie(%)	énergie(j)	Résilience (kJ /m <sup>2</sup> )	Moyenne résilience	résilience/ entaille (kJ /m)
EAS1	7 j.	13,90	3,47	13,91	14,59	149,56
EAS2		19,41	4,85	19,24		206,38
EAS3		15,78	3,94	15,63		136,80
EAS4		14,38	3,59	13,59		149,58
EAJ15		9,23	2,3	10,62		98,2
EAS5	14 j.	14,22	3,55	13,14	15,27	147,91
EAS6		16,71	4,17	16,50		177,44
EAS7		13,98	3,49	15,17		151,73
EAS8		16,54	4,13	18,76		175,95
EAJ2		12,63	3,16	12,78		131,66
EAS9	28 j.	12,17	3,04	12,93	16,37	132,17
EAS10		14,14	3,53	14,30		150,21
EAS11		23,64	5,91	24,22		248,31
EAS12		17,56	4,39	17,12		184,45
EAJ14		12,79	3,19	13,29		132,91

### IV.3.6 Résultats du milieu Toluène Méthanol

**Tableau IV.11** : Résultats d'essai des éprouvettes destinées au milieu de conditionnement (TM).

N° Epr.	Durée	Energie (%)	Energie (J)	Résilience (kJ /m <sup>2</sup> )	Résilience/ entaille (J/m)	Moyenne résilience	Observations
EAC1	7 j.	18,79	4,69	19,47	199,57	20,06	
EAC2		22,89	5,72	22,12	243,40		
EAC3		20,31	5,07	21,30	213,02		
EAC4		19,68	4,92	20,00	205,00		
EAJ16		15,36	3,84	17,44	161,34		
EAC5	14 j.	34,20	8,55	33,92	356,25	26,76	
EAC6		25,55	6,38	25,85	271,48		
EAC7		25,75	6,43	24,66	270,16		
EAC8		23,26	5,815	24,22	242,29		
EAJ1		23,45	5,86	25,150	251,50		
EAC9	28 j.	27,90	6,97	28,14	290,62	38,42	Frottement marteau (éprouvette décalée)
EAC10		25,05	6,26	24,84	266,38		Notch fraise non équilibré
EAC11		53,66	13,41	57,06	563,44		Rupture surface non régulière
EAC12		54,30	13,57	57,74	575		Frottement marteau
EAJ13		22,42	5,60	24,34	243,47		

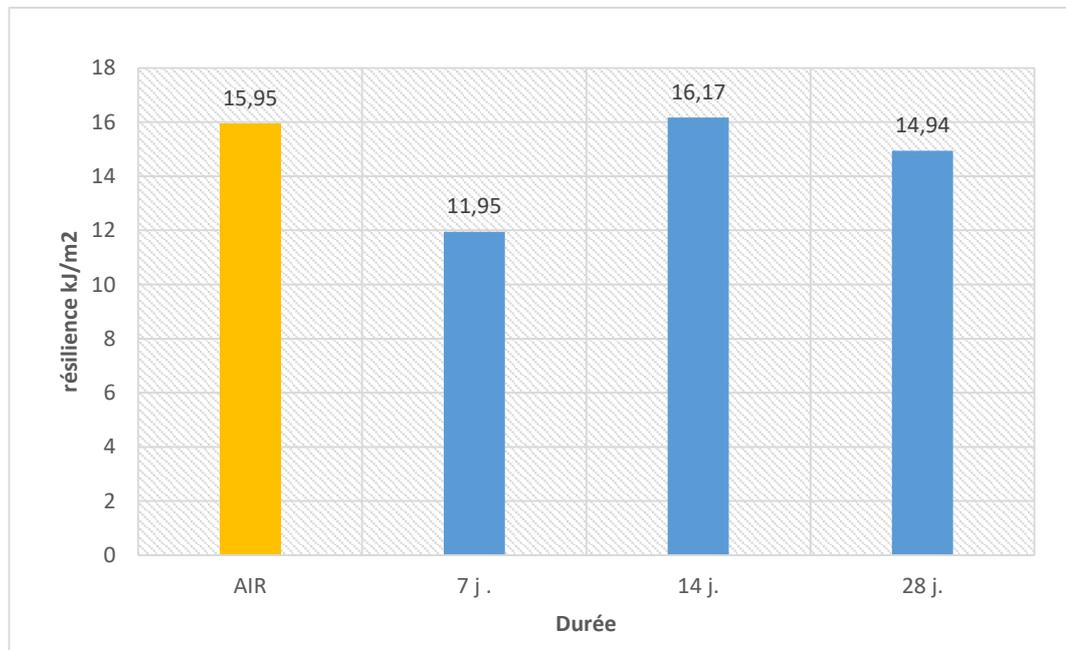
#### IV.4 Interprétations et discussions des résultats :

Dans le Tableau IV.11, une récapitulation des valeurs de la résilience est donnée pour les 4 milieux liquides et les 3 durées considérées.

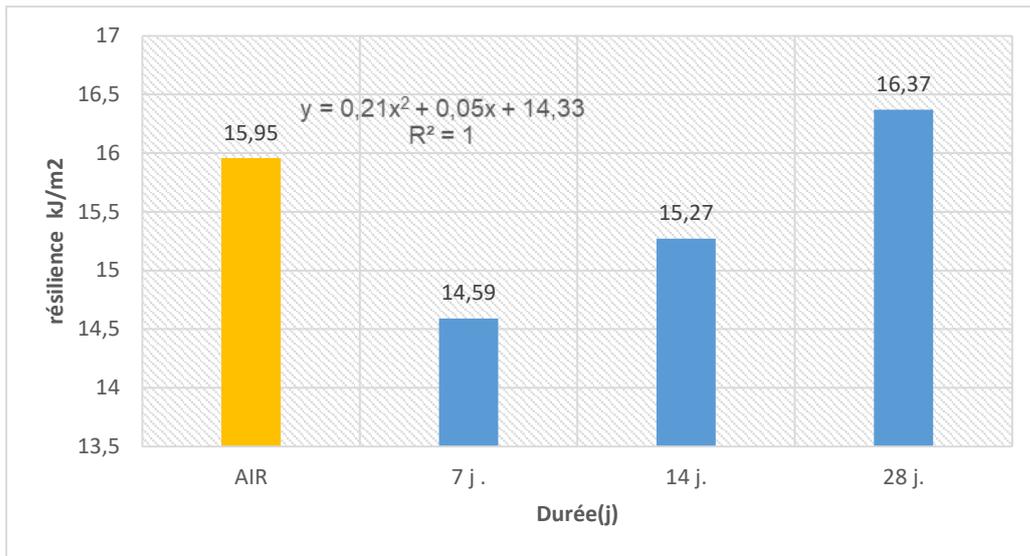
**Tableau IV.12 :** Valeurs moyennes de la résilience (kJ/m<sup>2</sup>) pour tous les milieux

Milieux	Durée		
	7 j.	14 j.	28 j.
DW	11,95	16,17	14,94
TM	20,06	26,76	38,42
H2SO4	14,59	15,27	16,37
Eau de Javel	12,95	14,28	13,35

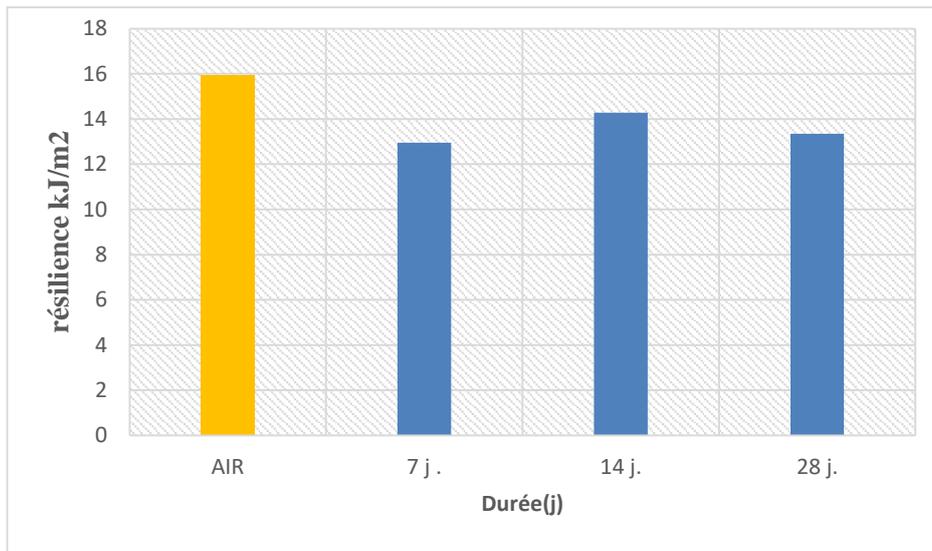
La résistance à la rupture au choc s'échelonne de 11.65 à 38.42 kJ/m<sup>2</sup>. Les grandes valeurs sont observées pour le milieu TM, alors que les plus faibles sont pour l'eau distillée et l'eau javellisée. Dans les Figures IV.9 à 12, nous avons représenté chaque cas avec la référence air.



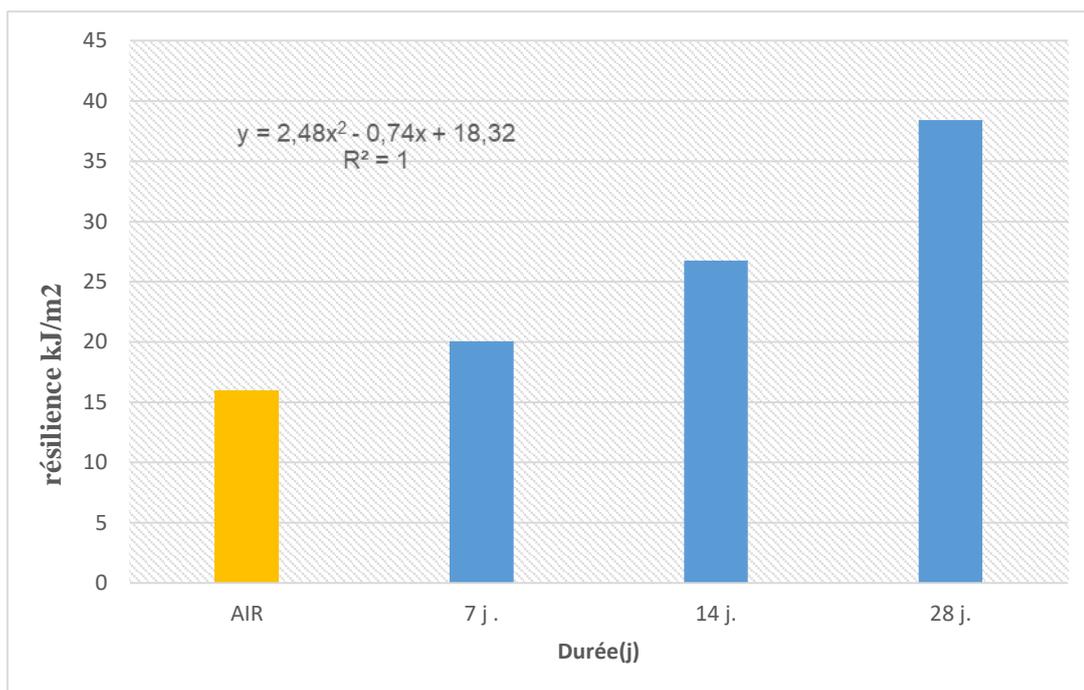
**Figure IV.9 :** Représentation des résultats de la résilience après (7j, 14j, 28j) d'exposition à l'eau distillée (DW) et comparaison avec ceux de l'air ambiant.



**Figure IV.10 :** Représentation des résultats de la résilience après (7j, 14j, 28j) d'exposition à l'eau javellisée et comparaison avec ceux de l'air ambiant.



**Figure IV.11 :** Représentation des résultats de la résilience après (7j, 14j, 28j) d'exposition à l'acide sulfurique et comparaison avec ceux de l'air ambiant.



**Figure IV.12 :** Représentation des résultats de la résilience après (7j, 14j, 28j) d'exposition au TM et comparaison avec ceux de l'air ambiant.

Pour l'eau distillée, la résilience a augmenté entre 7 et 14 jours pour diminuer par la suite au bout de 28j. Les changements ne sont assez importants (entre 12 et 16 kJ/m²). Globalement, les valeurs obtenues sont restées en dessous ou égales à celle de l'air. Pour l'hypochlorite de Na, la résilience a augmenté de manière uniforme entre 7 et 28j. Le maximum de 28j est 16,4 kJ/m². Par rapport à l'air, les valeurs mesurées englobent celle de l'air (15,95 kJ/m²). La relation entre la résilience (G) et le temps d'exposition (t) pour l'eau de Javel est très bien corrélée ( $R^2=1$ ) avec l'équation :

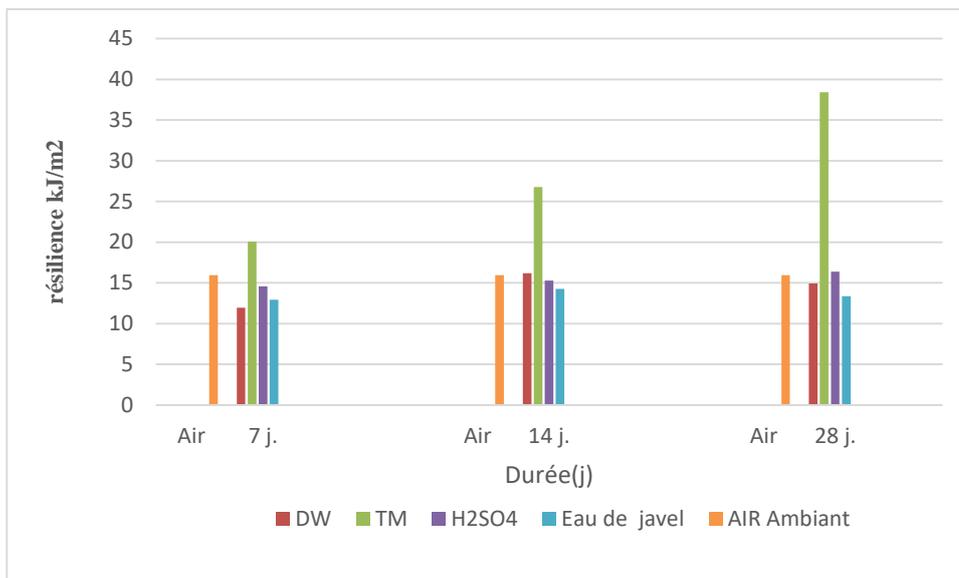
$$G_{HDPE-HClO^-} = 0,21 t^2 + 0,05 t + 14,33$$

Dans le cas de l'acide sulfurique, les valeurs de la résilience sont presque les mêmes pour la 3 durées. Cependant, elles sont toutes en dessous de celle de l'air. Ce qui venu dire que ce milieu a réduit la résistance aux chocs d'une valeur approximative de 2 kJ/m² pour la durée de 14j. Enfin, pour le solvant TM, la résilience augmente de manière uniforme de 20,06 kJ/m²

(à 7j) jusqu'à 38,42 kJ/m<sup>2</sup> (28j) dépassant celle de l'air ambiant l'air (15,95 kJ/m<sup>2</sup>). La relation entre la résilience (G) et le temps d'exposition (t) est très bien corrélée (R<sup>2</sup>=1) avec l'équation :

$$G_{HDPE-TM} = 2,48 t^2 - 0,74 t + 18,32$$

D'une manière générale, le cas TM sort des 3 lots comme indiqué dans la [Figure IV.13](#). Les autres valeurs sont restées aux alentours de celle de l'air ambiant. Il faut noter que le milieu TM fait augmenter la résistance du HDPE au choc. Cette augmentation doit faire l'objet d'investigation pour déterminer les effets négatifs qui pourraient être déclenchés. Il y a par exemple la fragilité accompagnée de changement dans la dureté ou dans la structure.



**Figure IV.13 :** Récapitulation des résultats des résiliences moyennes des 4 milieux (TM, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, DW, Eau de javel) et comparées avec l'air ambiant.

#### IV.5 Conclusion :

Cette étude a permis d'obtenir l'effet de milieux agressifs sur la résilience du matériau HDPE produit sous la forme de tube d'eau. Les conclusions suivantes sont tirées :

1. La résilience du HDPE exposé à l'air libre (as-received) est en moyenne égale à environ 16 kJ/m<sup>2</sup> suivant cette méthode de mesure. Cette valeur est obtenue avec des éprouvettes en arc ce qui veut dire qu'il doit y avoir une correction due à la géométrie. Dans la littérature la résilience est corrigée par une procédure semi-analytique (Note Technique de Niglia et al. 2002). Cette méthode est présentée en Annexe.
2. Les 4 milieux de l'étude affectent de manières différentes la résilience du tube HDPE. Pour l'eau distillée, la résilience a augmenté entre 7 et 14 jours et les changements

observés ne sont assez importants. Pour l'hypochlorite de Na, la résilience a augmenté de manière uniforme entre 7 et 28j. Une relation entre la résilience (G) et le temps d'exposition (t) pour l'eau de Javel a été proposée.

3. Dans le cas de l'acide sulfurique, les valeurs de la résilience sont presque les mêmes pour la 3 durées. Cependant, elles sont toutes en dessous de celle de l'air. Pour le solvant TM, la résilience augmente de manière uniforme de 20,06 kJ/m<sup>2</sup> (à 7j) jusqu'à 38,42 kJ/m<sup>2</sup> (28j) dépassant celle de l'air ambiant l'air. Aussi la relation entre la résilience (G) et le temps d'exposition (t) est très bien corrélée.

## CONCLUSION GENERALE

Les tubes en polyéthylène de haute densité (HDPE) sont sujets à plusieurs études vu la grande demande pour les différentes applications technologiques et dans la vie courante des personnes. Cette étude s'intéresse à la fois à l'absorption de fluides agressifs par le HDPE et à la résistance au choc. Dans l'étude bibliographique, nous avons concentré notre approche sur l'essai de choc combiné à l'exposition à un milieu agressif. Cette partie est divisée en 3 volets : le HDPE, l'essai de choc et les environnements agressifs. L'originalité de ce travail est encore exprimée par le fait d'utiliser des éprouvettes non standards dans le but de garder toute l'histoire thermomécanique du tube une fois extrudé et étudier en même temps l'absorption et la résilience.

Dans le second chapitre, les méthodes expérimentales d'essais de choc sur tubes ont été revues. Nous avons présenté (1) le matériau de notre étude ; (2) la méthode de fabrication d'éprouvettes à partir des tubes HDPE ; (3) le protocole de vieillissement des éprouvettes dans des milieux agressifs choisis ; (4) la méthode de détermination de l'absorption en masse et enfin (5) les essais de résilience.

Dans l'étude de l'absorption, nous avons étudié le comportement de  $\Delta m/m_0$  en fonction du temps pour les 4 milieux (DW, Hypochorite de Na, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> et TM). Il a été trouvé que le milieu absorbé le plus par HDPE est le TM où ( $\Delta m/m_0$ ) a avoisiné les 3%. Ceci est normal car le TM est un puissant solvant et donc peut pénétrer le polymère facilement, cependant, la valeur reste faible. En fonction du temps le comportement le plus régulier serait aussi celui du milieu TM. En effet la courbe d'absorption donne une corrélation très satisfaisante.

La résilience du HDPE exposé à l'air libre est en moyenne égale à  $\sim 16$  kJ/m<sup>2</sup> suivant cette méthode de mesure. Cette valeur est obtenue avec des éprouvettes en arc ce qui veut dire qu'il doit y avoir une correction due à la géométrie. Dans la littérature la résilience est corrigée par une procédure semi-analytique comme montré en Annexe. Les 4 milieux de l'étude affectent de manières différentes la résilience du tube HDPE. Pour l'eau distillée, la résilience a augmenté entre 7 et 14 jours et les changements observés ne sont assez importants. Pour

l'hypochlorite de Na, la résilience a augmenté de manière uniforme entre 7 et 28j. Une relation entre la résilience (G) et le temps d'exposition (t) pour l'eau de Javel a été proposée. Dans le cas de l'acide sulfurique, les valeurs de la résilience sont presque les mêmes pour la 3 durées. Cependant, elles sont toutes en dessous de celle de l'air. Pour le solvant TM, la résilience augmente de manière uniforme de 20,06 kJ/m<sup>2</sup> (à 7j) jusqu'à 38,42 kJ/m<sup>2</sup> (28j) dépassant celle de l'air ambiant l'air. Aussi la relation entre la résilience (G) et le temps d'exposition (t) est très bien corrélée.

## References bibliographies:

- [1] A. P. Molecular model of drawing polyethylene and polypropylene, *Journal of materials science*, 1971b, 6(6), p. 490-508.
- [2] J. Cazenave, thèse de doctorat : le compris rigidité/durabilité du Polyéthylène Haute densité en relation avec la structure de chaîne, la microstructure et topologie moléculaire issues de la cristallisation ; Institut National Appliqué de Lyon, France ; Mai 2005.
- [3] L.h. Hana, Y.c. Deng, C.d. Liu, The determination of JIC for polyethylene pipe using non-standard arc specimen, *International Journal of Pressure Vessels and Piping* ,1999, 42, 647–651.
- [4] J. A. Begley, J.D. Landes, The J integral as a fracture criterion, *ASTM 514*, 1972, 1–20.
- [5] M.K.V. Chan, J.G. Williams, J-integral studies of crack initiation of a tough high density polyethylene. *Int. J. Fract.* 1983, 19, 45–159.
- [6] Gottfried W. Ehrenstein, Fabienne Montagne matériaux polymères : structure, propriétés et application ; Hermès Science publication, 2000.
- [7] Catalogue du Groupe CHIALI, Siège et Direction Générale : Voie A. Zone Industrielle B.P 160. SIDI BELABES, 22000 Algérie. Caractéristiques de la matière PE, p2.
- [8] R. Dossogne ; « polyéthylène haute densité PEHD » technique d'ingénieur, A3315.
- [9] M. frontanille, Yves Gnanou, \_chimie et physico chimie des polymères”, 2eme et 3eme cycle école d'ingénieur.
- [10] S.J.K. Ritchie, P. Davis & P.S. “Leevers, Brittle-tough transition of rapid crack propagation in polyethylene, *Polymer*”, 1998, vol: 39
- [11] H.H. Kausch, R Gensler, C. Grein, C.JG Plummer, P. Scaramuzzino, “Crazing in semicrystalline thermoplastics”, *Journal of macromoleculas science*, part B-Physics, 1999.
- [12] Mihaela TEACA, caractérisation expérimentale et modélisation de la déformation plastique des tôles métalliques, thèse doctorat université Metz, 2009.
- [13] S. Puissan, *Les Techniques de l'Ingénieur*. Lignes d'extrusion de tubes étapes de fabrication.
- [14] Q.Fu, Y.Men et G. Strobl, “A molar mass induced transition in the yield properties of linear polyethylene, *Polymer*”, 44(6), 2003
- [15] P. Krawczak ; \_Essai plastique renforcé traité plastique et composite”, technique d'ingénieurs, AM5405 année 1997

- [16] M. Blétry-Méthodes de caractérisation mécanique des matériaux, 2006-2007
- [17] A. Peterlin, Mechanical properties of fibrous structure, extrait de «Ultra- High Modulus polymers», A Gifferi, I M Ward, London: Appl. Sic. Pub. Ltd, 1979.
- [18] P. Krawczak, technique de l'ingénieur, ASTM 511(1998)
- [19] L. Han, Y. Deng and C. Liu, International journal of pressure vessels and piping, 76, 647(1999).
- [20] Dormier EJ, Yamoska BS, Dan E. Evaluation of linear polyethylene by instrumented impact analysis. Proceedings of ANTEC'84, 1984. p. 294–296
- [21] Lu X, Zhou Z, Brown N. The anisotropy of slow crack growth in polyethylene pipes. Polym Eng Sci 1994; 34:109–15.
- [22] Standard test method for plane-strain fracture toughness of metallic materials. ASTM E399-90-A9
- [23] Pavan A, Williams JG. Development of a standard for determining KIC and GIC for plastics at high loading rates: the ISO/DIS 17281 standard for 1 m/s testing, limitations of test methods for plastics, ASTM STP 1369, 1999
- [24] Plati E, Williams JG. The determination of the fracture parameters for polymers in impact. Polym Eng Sci 1975; 15:470–7
- [25] Frank, G. Pinter, R.W. Lang, 2009, Prediction of the remaining lifetime of polyethylene pipes after up to 30 years in use, J. Polymer Testing, 28, p. 737-745.  
<https://doi.org/10.1016/j.polymeresting.2009.06.004>
- [26] 2007R. Schouwenaars, V.H. Jacobo, E. Ramos, A. Ortiz, 2007, Slow crack growth and failure induced by manufacturing defects in HDPE-tubes, Engineering Failure Analysis, 14 (6), p. <https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2006.11.066>
- [27] B.-H. Choi, A. Chudnovsky, R. Paradkar, W. Michie, Z. Zhou, P.M. Cham, 2009, Experimental and theoretical investigation of stress corrosion crack (SCC) growth of polyethylene pipes, Polymer Degradation & Stability, 94, p. 859-867.  
<https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2009.01.016>
- [28] Kriston, E. Földes, P. Staniek, B. Pukànszky, 2008, Dominating reactions in the degradation of HDPE during long term ageing in water, Polymer Degradation & Stability, 93, p. 1715-1722. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2008.06.006>

[29] B-H. Choi, Z. Zhou, A. Chudnovsky, S.S. Stival, K. Sehanobish, C.P. Bosnyak, 2005, Fracture initiation associated with chemical degradation: observation and modelling, *International Journal of Solids & Structures*, 42, p. 681-695.

<https://doi.org/10.1016/j.ijsolstr.2004.06.028>

[30] N. Kiass, Une nouvelle approche expérimentale pour l'étude de la variabilité des propriétés mécaniques des tubes Semi-cristallins HDPE 80, Thèse de doctorat, Université d'Annaba, 2005 <https://doi.org/10.1002/app.21713>

[31] R.K. Krishnaswamy, Q. Yang, Effect of the distribution of short-chain branches on crystallization kinetics and mechanical properties of high-density polyethylene, *Macromolecules*, 41, pp. 1693-1704, 2008

[32] Wright 1996 D. Wright, 1996, *Environmental Stress Cracking of Plastics*, Rapra Technology Limited, Shawbury, Shrewsbury, Shropshire SY4 4NR, United Kingdom, 147 p.

[33] K. Tonyali, C.E. Rogers, H.R. Brown, 1989, stress cracking of polyethylene in organic liquids, *Polymer*, 28 (2), p. 1472-7 [https://doi.org/10.1016/0032-3861\(87\)90344-2](https://doi.org/10.1016/0032-3861(87)90344-2)

[34] Mouallif, A. Latrach, M. Chergui, A. Benali, and N. Barbe, 2011, FTIR study of HDPE structural changes, moisture absorption and mechanical properties variation when exposed to sulphuric acid aging in various temperatures, *IREvues.I NIST - CNRS France, Maison de la Mécanique, CFM* 2011, 824.

[35] S. Morteza Nia, F. Othman, 2012, Cost analysis of pipes for application in sewage systems, *Journal of Materials and Design*, 33, p. 356- 361. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2011.01.062>

[36] Mouallif, A. Latrach, M. Chergui, A. Benali, M. Elghorba, and N. Barbe, 2013, Effet du vieillissement sulfatique sur les propriétés hygrothermiques et mécaniques des composites polyester/fibre de verre, *Revue Science Lib.*, 5.

[37] S. Lasfar, I. Moulif, A. Latrach, M. Chergui, A. Choukir, and A. Diab, Resistance of different materials used in sewers systems: Polyvinyl chloride (PVC), polypropylene (PP) and High density polyethylene (HDPE) to sulfuric acid and sodium 114 sulfate attack, 2014, *International Journal of Engineering Research and Applications*, 4 (2), p. 670 - 678.

<https://pdfs.semanticscholar.org/4cff/b394202a6684ec4e6a383eed61e2c1954ea5.pdf>

[38] S. Lasfar, A. Latrach, M. Chergui, A. Choukir, A. Diab, 2015, Gravimetric, mechanical and chemical characterization of different materials used in sewers systems: Polyvinyl chloride (PVC), polypropylene (PP) and high density polyethylene (HDPE), aged in sulfuric acid at 60°C, *Research Inventy*

[https://www.academia.edu/12438624/Gravimetric\\_mechanical\\_and\\_chemical\\_characteri](https://www.academia.edu/12438624/Gravimetric_mechanical_and_chemical_characteri)

- [39] E.G. Richards, 1980, an Introduction to Physical Properties of Large Molecules in Solution; Cambridge University Press: Cambridge.
- [40] J. Verdu, 2000, Action de l'eau sur les plastiques, techniques de l'ingénieur [AM3165]
- [41] J. Niglia, A. Cisilino, R. Seltzer, P. Frontini, Determination of impact fracture toughness of polyethylene using arc-shaped specimens. Engineering fracture Mechanics: 69:1391-1399-2002.
- [42] P. Ozbek, Christos Argyrakis and Patrick Leever, Fracture mechanics analysis of arc shaped specimens for pipe grade polymers, Elsevier 2009.
- [43] W. Ghabbeche, Etude de l'effet des agents oxydants et réducteurs (ESC) sur le comportement mécanique des résines HDPE 100+ à court et long terme, Thèse de doctorat, Université d'Annaba, 2020.
- [44] L. Alimi, comportement mécanique de nouvelles résines HDPE dans des milieux agressifs, Thèse de doctorat, Université d'Annaba, 2016.
- [45] A. Chabbi, «Etude de la résistance des matériaux polymériques et composites en interaction avec des fluides», Mémoire de Magistère, Département Génie Mécanique, Université Larbi Ben M'hidi d'Oum El-Bouaghi, 2012,
- [46] X. Colin, L. Audouin, J. Verdu, M. Rozental-Evesque, B. Rabaud, F. Martin, F. Bourgine, Aging of Polyethylene Pipes Transporting Drinking Water Disinfected by Chlorine Dioxide. Part II—Lifetime Prediction, Eng. Sci. (in press).france(Paris) 2009
- [47] M. N. D. Cherief, M. Elmequenni, and M. Benguediab, impact fracture toughness evaluation for high-density polyethylene materials, Department of Engineering Mechanics, Djillali Liabes University of Sidi Bel-Abbes, 2017.
- [48] J. Zhang, Experimental Study of Stress Cracking in High Density Polyethylene Pipes, Drexel University, in partial fulfillment of the requirements for the degree of Doctor of Philosophy, November 2005.
- [49] Rudy A.C. Deblieck, D.J.M. (Linda) van Beek, M. McCarthy, P. Mindermann, K. Remerie, B. Langer, R. Lach, W. Grellmann, A Simple Intrinsic Measure for Rapid Crack Propagation in Bimodal Polyethylene Pipe Grades Validated by Elastic–Plastic Fracture Mechanics Analysis of Data From Instrumented Charpy, Impact Test, University of Applied Science Merseburg, Department of Engineering and Science, Eberhard-Leibnitz-Straße 2, Merseburg, 06217, Germany 2017.

- [50] J.Carlos Miguez Suarez, E. Biasotto Mano\* Brittle–ductile transition of gamma-irradiated recycled polyethylenes blend, Instituto de Macromoléculas Professora Eloisa Mano, Universidade Federal do Rio de Janeiro, 21945-970 Rio de Janeiro, RJ, Brazil Received 18 February 1999; accepted 22 April 1999
- [51] ISO/DIS 17281 Standard. Ausgabe: 2001-2003, Plastics—determination of fracture toughness (GIC and KIC) standard for determining for plastics at moderately high loading rates (1 m/s).
- [52] Kanninen M, Propelar C. Advanced fracture mechanics. 1985. p. 555 [chapter 4].
- [53] Leever PS, Morgan RE. Impact fracture of polyethylene: a non-linear-elastic thermal decohesion model. Eng Fract Mech 1995;52(6):999–1014.
- [54] Pavan A, Williams JG. Development of a standard for determining KIC and GIC for plastics at high loading rates: the ISO/DIS 17281 standard for 1 m/s testing, limitations of test methods for plastics, ASTM STP 1369, 1999.
- [55] Williams JG, Adams GC. The analysis of instrumented impact tests using a mass-spring model. Int J Fract 1987;33:209–22.
- [56] Plati E, Williams JG. The determination of the fracture parameters for polymers in impact. Polym Eng Sci 1975;15:470–7
- [57] MathCad 2001 Professional. MathSoft Inc

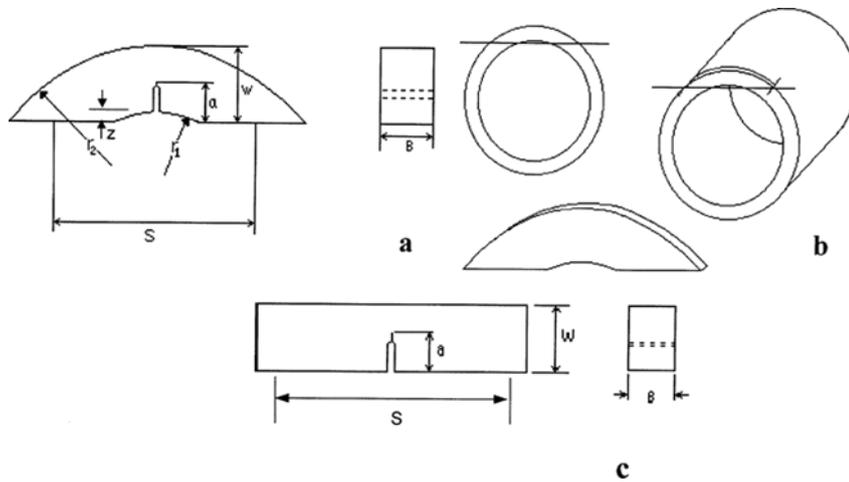
## **ANNEXE :**

**ENERGIE DE RUPTURE BASEE SUR L'APPROCHE DE  
NIGLIA ET AL. (2002) POUR LES EPROUVETTES EN ARC.**

### Approche de Niglia :

Pour les métaux, le module élastique  $E$  varie peu avec le taux de déformation, alors la ténacité  $G$  ou  $K$  peut-être calculée sans difficultés par la norme requise [52]. De l'autre côté pour les polymères, cette constatation n'est pas la même car  $E$  varie avec le taux de déformation et en particulier le module de flexion, Aux environs de 1m/s, pour les matériaux linéaires [53].élastiques, la méthodologie de  $G_{Ic}$ [51,54–56] est largement acceptée car elle est peu affectée par les erreurs dynamiques et s'adapte bien pour les matériaux semi-fragiles comme certains polymères où l'initiation est rapidement suivie de l'instabilité.

Pour un spécimen d'épaisseur  $B$  sous les conditions élastiques, le taux d'énergie critique restituée à l'initiation est donné par les deux relations suivantes :



**Figure A.1:**(a) Proportions standard pour l'échantillon en forme d'arc ; (b) Échantillon en forme d'arc découpé dans la paroi du cylindre ; (c) Proportions standard pour le spécimen parallélépipédique.

$$G = \frac{p^2}{2B} \frac{dc}{da} \quad (\text{A.1})$$

$$G = \frac{1}{B} \frac{du}{da} \quad (\text{A.2})$$

Où  $P$  : charge mesurée

$U$  : énergie

a : longueur de la fissure

C(a) : complaisance du spécimen testé,

En termes de mécanique de rupture, cette ténacité est :

$$K^2 = Y^2 \sigma^2 \quad (\text{A.3})$$

Avec  $\sigma$  : contrainte globale maximale

Y : une fonction de (a/w)

Et alors, la relation qui les relie est :

$$K_c^2 = E \cdot G_c \quad (\text{A.4})$$

Avec  $E=E/(1-\nu^2)$ , Il va exister une relation constante pour une géométrie donnée entre la contrainte globale et la charge de la forme ( $\alpha/BW$ ), Alors, les équations A.1, A.3 et A.4 permettent d'écrire:

$$\frac{dC}{d(a/W)} = \frac{2\alpha^2}{BE} Y^2(a/W) \quad (\text{A.5})$$

Cependant, en termes d'énergies, les équations A.1 et A.3 donnent :

$$G_c = \frac{U}{CBW} \cdot \frac{dC}{d(a/W)}$$

Et l'expression usuelle fréquemment retrouvée est de la forme :

$$U = G_c BW \phi \quad (\text{A.6})$$

Où le facteur d'étalonnage  $\phi$  est donné par l'équation :

$$\phi\left(\frac{a}{w}\right) = \frac{C}{\frac{\partial C}{\partial\left(\frac{a}{w}\right)}} \quad (\text{A.7})$$

En réalité, le facteur  $\phi$  permet le calcul de  $G_c$  en usant de l'équation (A.6, A.8) et il est disponible dans la littérature spécialisée, En remarquant que l'équation (A.6,A.7) peut servir pour la détermination de C en utilisant  $Y^2$ , alors [=] :

$$C = \frac{2\alpha}{EB} \int Y^2(a/W) d(a/W) + C_0 \quad (\text{A.8})$$

Où :

$C_0$  : une constante de l'intégrale,

Pour une éprouvette sous forme d'arc, la fonction  $y$  est obtenue comme suit :

$$y = \frac{2}{3} \left( \frac{a}{w} \right)^{\frac{-1}{2}} \left[ 1 + \left( 1 - \frac{r_1}{r_2} \right) h_1 \left( \frac{a}{w} \right) \right] f_1 \left( \frac{a}{w} \right)$$

$$\text{Où : } f_1 \left( \frac{a}{w} \right) = \frac{0.677 + 1.078 \left( \frac{a}{w} \right) - 1.43 \left( \frac{a}{w} \right)^2 + 0.669 \left( \frac{a}{w} \right)^3}{\left( 1 - \frac{a}{w} \right)^{\frac{3}{2}}}$$

$$h_1 \left( \frac{a}{w} \right) = 0.29 - 0.66 \left( \frac{a}{w} \right) \left( \frac{a}{w} \right) + 0.37 \left( \frac{a}{w} \right)^2 \quad (\text{A.9})$$

Ce qui est considéré comme précis pour :  $0.2 < \frac{a}{w} < 1$  (avec  $\pm 1\%$ )

La constante géométrique  $\alpha$  à été prise comme dans le cas des éprouvettes SENB :

$$\alpha = \frac{3}{2} \cdot \frac{S}{w} \quad (\text{A.10})$$

Où :  $S$  : Distance entre appuis,

Puis, une expression pour la complaisance  $C$  peut être obtenus à partir de l'équation (A.8), avec  $y$  et  $\alpha$  sont données par (A.9) et (A.10) respectivement, L'intégrale en (A.9) à été effectué symboliquement en utilisant MathCAD [57], L'expression résultante a été simplifiée en éliminant le moindre rendement significatif de limites,

$$C' = (-52.488 + 10.08r + 1.031r^2)x + (2.82 - 10.656r)x^2 + 6.008rx^3 + (-14.832 + 11.88r)x^4 + (-64.224 + 26.064r - 0.202r^2)\ln(1-x) - \frac{(19.44 - 5.059r)}{(1-x)} + \frac{15.84}{(1-x)^2} \quad (\text{A.11})$$

Où :

$$x = \left( \frac{a}{w} \right) ; \quad r = \frac{r_1}{r_2}$$

$C_0(r)$  est obtenue grâce à la méthode des éléments finis

$$C_0 = 10,879 + 3,162e^{(2,655-4,425r)} - 2,165r - 2,51r^2 \quad (\text{A.12})$$

Finalement de l'équation (A.6) :

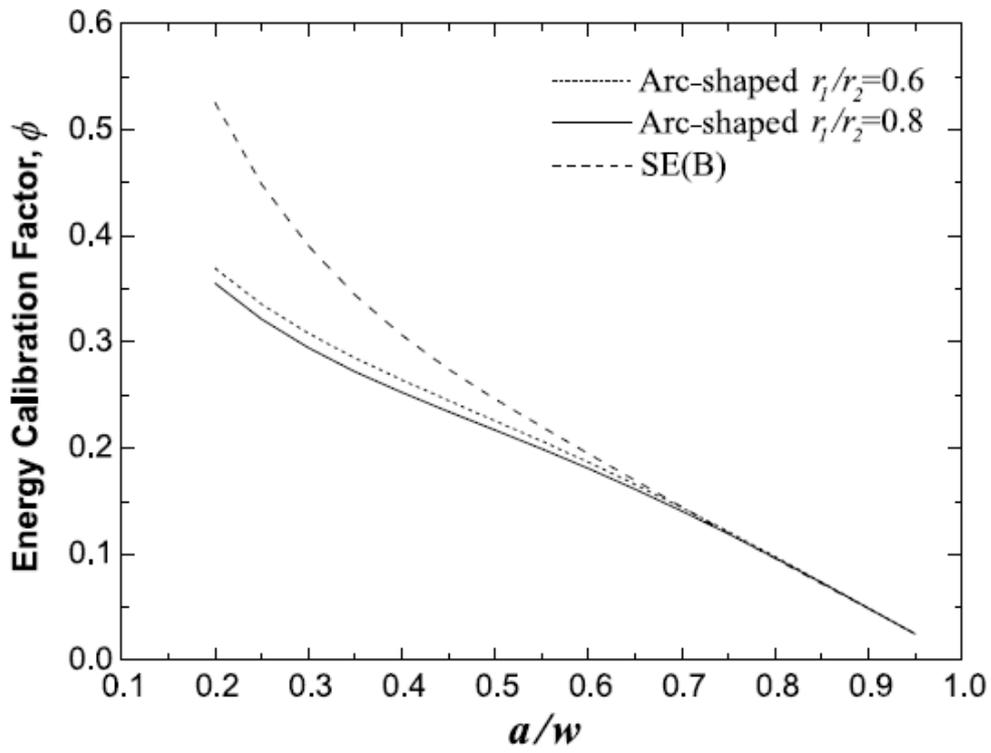
$$\phi = \frac{C}{\frac{dC}{d\left(\frac{a}{w}\right)}} \quad \text{où} \quad C = C' + C_0$$

Alors :

$$\phi = \frac{C' + C_0}{\frac{dC}{dx}}$$

Où :

$$\begin{aligned} \frac{dC}{dx} = & -52.488 + 10.080r + 1.031r^2 + (5.645 - 21.312r) + 18.023rx^3 + \\ & (59.328 - 47.52r)x^3 + \frac{(64.224 - 26.064r + 0.202r^2)}{(1-x)} - \frac{(19.44 - 5.059r)}{(1-x)^2} \\ & + \frac{31.68}{(1-x)^3} \end{aligned} \quad (\text{A.13})$$



**Figure A.2 :** Facteur d'étalonnage énergétique pour l'éprouvette en forme d'arc en fonction de la longueur de fissure Pour différents rapports  $r_1=r_2$ . Les données de l'échantillon SE(B) sont également incluses à titre de référence

