

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

Université Badji Mokhtar - Annaba
Badji Mokhtar – Annaba UNIVERSITY



جامعة باجي مختار – عنابة

Faculté : Technologie

Département : Génie mécanique

Domaine : Science et Technique

Spécialité : Génie des Matériaux

Mémoire

Présenté en vue de l'obtention du Diplôme de Master

Thème :

Etude des dégradations du HDPE-100 vieilli dans une solution acide

Présenté par : ZOGHBA FERIEL

Encadrant : CHAOUI KAMEL

Professeur

UBM-ANNABA

Jury de Soutenance :

Menail Younes	Président
Chaoui Kamel	Encadrant
Hamadache Hamid	Expert

Juin 2023

DÉDICACE

*A celui qui s'est chargé de m'élever et de m'éduquer, mon père,
que Dieu le récompense en mon nom*

*A celle qui a toujours sanctifié le savoir, ma mère, que Dieu
prolonge sa vie*

A mon oncle Abdel Salam

*A mes frères et sœurs : Moataz, Billah, Chaima, Nasser et
Rania*

À mes amis : Chanez, Rania, Neserine

*A tous, je dédie cet humble travail avec un beau sentiment de
gratitude*

Merci beaucoup

Feriel

REMERCIEMENTS

À Dieu Tout-Puissant de m'avoir donné courage, santé et soutien dans les moments les plus difficiles.

Je tiens à remercier le directeur de ma mémoire, Professeur : Kamel Chaoui, Professeur à l'Université d'Annaba. Témoignage de ma profonde gratitude pour les conseils qu'ils m'ont prodigués tout au long de ce travail, Je tiens à remercier les membres du Labo, en particulier Berkas Khaoula (doctorante), et M Mammeri Sabrina.

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

Je tiens également à remercier tous les enseignants du Département de génie mécanique qui ont contribué à notre formation.

Je remercie le M Karima de l'Unité Alfapipe.

Je remercie également ma mère et mon père qui m'ont soutenu tout au long de mon parcours universitaire, et je remercie mes frères pour leur soutien, ainsi que mes salutations et mon appréciation à ma grande famille. Je remercie sincèrement tous ceux qui nous ont aidés à développer ce travail.

Merci.

Liste des figures :

Chapitre 1 :

Figure 1.1 : Modes de défaillance prédominants dans un tube en HDPE.

Figure 1.1 : Schéma d'une chaîne ramifiée de PEBD.

Figure 1.2 : Schéma d'une chaîne linéaire de HDPE.

Figure 1.5 : Procédé de fabrication du tube en HDPE par extrusion.

Figure 1.6: Procédé de d'extrusion.

Figure 1.7 : Exemple de marquage d'un tube d'eau potable.

Figure 1.8 : Représentation schématique de la structure d'une craquelure.

Figure 1.9 : Phénomène de relaxation interne illustré par DSC.

Figure 1.10 : Schématisation du phénomène de vieillissement physique externe .

Figure 1.11 : pénétration d'un solvant dans un polymère.

Figure 1.12 : Gonflement du polymère.

Figure 1.14 : chaînes statistiques des polymères.

Figure 1.15 : La dureté de la couche interne et externe de HDPE pipe vieilli.

Chapitre 2 :

Figure 2.1: Tube HDPE de gaz naturel.

Figure 2.2 : Exemple des dimensions des tubes HDPE-100.

Figure 2.3 :(a) Montage expérimental d'usinage, (b) obtention de filament.

Figure 2.4 : schéma représentatif d'opération d'usinage des filaments (a) anneaux, (b) outil de coupe, (c) position de l'outil avec l'anneau.

Figure2.5 : (a) anneau, (b) filament représentant l'épaisseur de l'anneau.

Figure 2.6 : Schéma représentatif de la méthode de dispatching des éprouvettes du filament.

Figure 2.7 : Dispositif pour la mesure du pH de l'environnement considéré.

Figure 2.8 : (a) Balance de précision, (b) éprouvettes avant immersion, (c) éprouvette immergée dans la solution 20% HCl.

Figure 2.9 : Spécimens pour tests de sorption.

Figure 2.10 : Machine d'essais de traction pilotée par ordinateur.

Figure 2.11 : (a) éprouvette filament ; (b) éprouvette renforcée aux extrémités.

Figure 2.12 : Différentes étapes de l'étirement de l'éprouvette filament.

Figure 2.13 : Courbes σ - ε nominale présentant les points caractéristiques de l'étude.

Chapitre 3 :

Figure 3.1 : Schéma des présentations et d'analyse des résultats.

Figure 3.2 : Spécimens pour tests de sorption.

Figure 3.3 : Sorption de HCl par le HDPE (parallélépipède) % en fonction du temps.

Figure 3.4 : les par filament dans milieu HCl 20%.

Figure 3.5 : Comparaison des courbes contrainte-déformation d'un filament non vieilli issu de l'ensemble de la paroi du tube HDPE (les couches externe, médiane et interne).

La figure 3.5b: présente le comportement mécanique des éprouvettes des couches médianes.

Figure 3.5b : AR-couche médiane.

Figure 3.5c : AR-couche interne.

Figure 3.6 : Comparaison des courbes de contrainte-déformation d'un filament issu d'un tube HDPE vieilli dans HCl 20% pendant 7 jours, (les couches externe, médiane et interne).

Figure 3.6a : HCl20%-7j-couche externe.

Figure 3.6b : HCl20%-7j-couche médiane.

Figure 3.6c : HCl20%-7j-couche interne.

Figure 3.7: Comparaison des courbes de contrainte-déformation d'un filament issu d'un tube HDPE vieilli dans HCl 20% pendant 28 jours, (les couches externe, médiane et interne)

Figure 3.7a : HCl 20%, 28j-couche externe.

Figure 3.7b : HCl 20%, 28j-couche médiane.

Figure 3.7c : HCl20%28j-couche interne.

Figure 3.8: évolution de module du Yong sure en fonction de t/t_0 .

Figure 3.9 : ϵ_y (%) en fonction de t/t_0 .

Figure 3.10 : σ_y en fonction de t/t_0 .

Figure 3.11: σ_f en fonction de t/t_0 sur.

Figure 3.12: ϵ_f en fonction de t/t_0 sur.

Figure 3.13 : σ_{CD} en fonction de t/t_0 .

Figure 3.14 : $\Delta\epsilon_{CD}$ en fonction de t/t_0 .

Liste des Tableaux

Chapitre 2 :

Tableau 2.1 : Propriétés du matériau - HDPE 100.

Tableau 2.3 : Tube HDPE-100 GAZ Dext : 200mm Epaisseur : 11,4.

Tableau2.2 : Valeurs du MRS pour PE-80 et PE-100.

Table 2.4 : Caractéristiques de milieu de conditionnement.

Chapitre 3 :

Tableau 3.1 : Résultats obtenus après 7 jours d'immersion des filaments.

Tableau3.2 : Résultats de 28 jours d'immersion des filaments dans HCL20%.

Sommaire

Résumé

Introduction Générale

Chapitre 1 :

1.1. Introduction :.....	1
1.2 Synthèse du PE – Historique :	4
1.3 Structure et morphologie des HDPE :.....	6
1.5 Comportement mécanique du polyéthylène :	9
1.6.1 vieillissement physique :.....	12
1.6.2 Vieillissement chimique :	16
1.7.2 Cas des agents chimique agressifs (Acides) :	18
1.7.2 Hétérogénéité de HDPE pipe et leur interaction avec l’environnement agressif :	18

Chapitre 2 :

2.1 Introduction :.....	21
2.2 Matériaux utilisé :	21
2 .2.1 Désignation :	22
2.2.2 Notion MRS :.....	23
2.2.3 Notion SDR :.....	23
2.2.4 Résistance hydrostatique :.....	24
2.3 Dimensionnement du tube en polyéthylène (PE) :	25
2.3.1 Usinage du Tube préparation des éprouvettes d’essai :	26
2.4 Préparation des milieux :	34
2.4.1 Mesure de pH :.....	34
2.5 Essais de sorption :.....	35
2.6 Traction uniaxiale :	36

Chapitre 3 :

3.2 Résultats :	40
3.2.1 Sorption :	40
3.2.1.1 Cas des parallélépipèdes :	41
3.2.1.2 Cas du Filament :	41
3.2.2 Comportement mécanique de Filament :	43
3.2.2.1 As-Received :	43
3.2.2.2 Cas des Eprouvettes Vieillies 7j :	45
3.2.2.3 Cas Eprouvette Vieilles 28j :	48
3.3.1 Analyse des résultats de l'absorption.....	50
3.3.2 Module de Young (Module d'élasticité).....	51
3.3.3 Contraint élastique (σ_y) ,déformation élastique(ϵ_y).....	52
3.3.4 Contraint d'un fessuration (σ_f), déformation d'un fessuration (ϵ_f) :.....	54
3.3.5 contrainte (σ_{CD}) , déformation ($\Delta\epsilon_{CD}$) :.....	55
3.6 Conclusion :	56
Conclusion Générale.....	57
References bibliographiques:	59
Annexes	

Résumé

L'objectif de cette étude est l'investigation du phénomène de vieillissement du polyéthylène de haut densité (HDPE-100) largement utilisé pour l'extrusion de tubes. Ces tubes sont les constituants majeurs des réseaux de distribution d'eau, de gaz naturel et dans la collecte des eaux usées. Les expérimentations sont divisées en deux parties : l'absorption de l'acide chlorhydrique (HCl, 20%) par le HDPE et l'effet sur les propriétés mécaniques durant 7 et 28 jours de vieillissement. Les éprouvettes parallélépipédiques ont montré une absorption croissante dans le temps et a atteint un maximum de 0,032% après 3 semaines. Pour les éprouvettes filaments, l'absorption est restée nulle probablement à cause de leurs masses réduites et du phénomène d'absorption-désorption récurrent avec certains acides. Pour le comportement mécanique des filaments sous la traction uniaxiale, les effets dégradants sur le HDPE se sont manifestés mais de manières différentes dans les couches externes (CE), moyennes (CM) et internes (CI) du tube. Le module de Young a augmenté après vieillissement alors que la limite élastique a diminué. Une investigation de la structure vieillie est nécessaire pour établir des explications pour le comportement du module. Globalement, les autres propriétés basées sur des contraintes se sont dégradées (σ_f et σ_{CD}) alors celles relatives aux déformations (ϵ_f et $\Delta\epsilon_{CD}$) ont plutôt augmentées à cause de la plastification et de la solubilisation par l'acide. La dispersion reste importante pour les propriétés relevant des zones d'étirage à froid et de durcissement plastique. Le phénomène d'hétérogénéité des propriétés à travers la paroi du tube est présent et la méthode des filaments a permis de quantifier des écarts dus au mode de production du tube et aux effets du vieillissement.

Summary

The objective of this study is to investigate the aging phenomenon of High-Density Polyethylene (HDPE-100) widely used for pipe extrusion. These pipes are the major components of water, natural gas and wastewater transmission systems. The experiments are divided into two parts: the absorption of hydrochloric acid (HCl, 20%) by HDPE and the effect on mechanical properties during 7 and 28 days of aging. The parallelepiped specimens showed increasing absorption over time and reached a maximum of 0.032% after 3 weeks. In the case of filament test pieces, absorption was nil probably because of their reduced masses and the absorption-desorption phenomenon accompanying certain acids. For the mechanical behavior of the filaments under uniaxial traction, the degrading effects on the HDPE were manifested but in different ways in the external (CE), average (CM) and internal (CI) layers of the pipe. Young's modulus increased after aging while the elastic limit decreased. An investigation of the aged structure is necessary to establish explanations for the behavior of the modulus. Generally, the other stress-based properties degraded (σ_f and σ_{CD}) while the deformation properties (ϵ_f and $\Delta\epsilon_{CD}$) increased rather due to plasticization and solubilization by the acid. Dispersion remains important for properties in both cold drawing and plastic hardening zones. The phenomenon of heterogeneity of properties across the tube (CE, CM and CI) wall is present and the filament method has made it possible to quantify variances due to the pipe manufacturing process and the effects of ageing.

Introduction Générale

Les matériaux polymères ont vu leur utilisation croître dans divers domaines depuis les années 30. Les applications liées aux canalisations sous pression comme l'alimentation en eau potable, l'évacuation des eaux usées ou encore la distribution de gaz naturel connaissent un développement technique à large échelle. En effet, leur facilité de mise en œuvre, leur faible coût de production et leurs caractéristiques mécaniques intéressantes, sont autant d'atouts qui ont conduit les utilisateurs à privilégier cette classe de matériaux.

Les plastiques les plus utilisés en tuyauterie, tant par la quantité que par le nombre des applications, sont les thermoplastiques y compris le polyéthylène (PE) qui a été introduit pour la première fois en 1948 et depuis il a été largement utilisé pour différents types de canalisations, comme les canalisations pour le transport d'eau, l'évacuation des égouts ou le transport de gaz naturel. L'usage du polyéthylène est très répandu, en raison de son bas prix de revient comparé aux autres matériaux, et de la simplicité du procédé d'extrusion des tubes. Le procédé de mise en œuvre se réalise dans des domaines de température de fusion où la viscosité est relativement élevée, juste en dessous de ce qu'on appelle la stabilité thermique maximale (thermal stability ceiling : TSC). Cependant, la TSC est une frontière diffuse, où il n'y a pas de seuil discret de processus de dégradation. Ainsi, pour optimiser les conditions d'extrusion, généralement on fait un léger sacrifice sur l'intégrité structurale des macromolécules. La dégradation thermique peut alors affecter le produit d'extrusion à travers des changements de masse molaire, mais ces effets sont généralement négligés malgré l'introduction de changements structurels, influençant le comportement à long terme du tube en HDPE.

La durabilité des structures en PE est également une notion importante à prendre en compte dans l'estimation de leur durée de vie. En effet, elles sont souvent exposées à des contraintes environnementales sévères (exposition aux UV, aux produits chimiques, etc...), qui induisent en général une modification de leur microstructure, état physique, et même leur composition chimique. Tout l'enjeu repose alors sur une évaluation rationaliste de la durée de vie de ces structures, en considérant l'aspect "vieillesse" du matériau. Les difficultés associées à ce type de prédiction sont difficiles à cause de la durée limitée dont dispose l'expérimentateur pour analyser les phénomènes mis en jeu.

L'objectif de ce travail entre dans le cadre de la caractérisation du matériau HDPE-100 qui reste une étape décisive dans le domaine de l'ingénierie mécanique et la sécurité des personnes et des biens. Il s'agit d'étudier les effets produits par l'immersion dans l'acide chlorhydrique (HCl concentré à 20%) sur les propriétés mécaniques d'un tube de gaz HDPE. Des essais d'absorption de l'acide ont été menés dans les conditions de laboratoire. Pour propriétés mécaniques, le mode de chargement

choisi est l'essai de traction. Les propriétés mécaniques étudiées à l'air libre et dans un milieu agressif et en fonction du temps d'exposition.

Dans le premier chapitre, nous avons présenté une revue bibliographique sur le vieillissement du polyéthylène (PE) de manière générale. Nous avons aussi illustré certaines des caractéristiques du PE et en particulier celles du HDPE. Dans le second chapitre, le matériau de l'étude et les méthodes expérimentales sont présentés. Il s'agit du tube en HDPE acquis sur le marché et les méthodes d'usinages des éprouvettes en filament. Les différents équipements de mesures sont aussi décrits et présentés : essais de sorption sur éprouvette d'essai, essais de traction.

Enfin, le troisième chapitre est consacré à la présentation des résultats avec des interprétations. Sa structure comporte les résultats de sorption, et les propriétés mécaniques obtenues après l'essai de traction.

Une conclusion clôture cette étude en étayant les principaux résultats expérimentaux observés avec des perspectives écrites pour une éventuelle continuité de ce travail de recherche.

Chapitre 1 :

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE SUR LE VIEILLISSEMENT DES TUBES EN HPDE

1.1. Introduction :

Les polymères sont des matériaux qui jouent un rôle crucial dans notre vie quotidienne. Ils se trouvent dans une grande variété d'applications, allant des emballages alimentaires aux dispositifs médicaux, en passant par les textiles et les matériaux de construction [1]. Parmi ceux-ci, les polymères semi-cristallins, tel que le polyéthylène à haute densité (HDPE), le Nylon et le polyéthylène téréphtalate sont d'intérêts technologiques particuliers de par leur grande déformabilité associée à des bonnes propriétés mécaniques [2].

Les tuyaux en polyéthylène haute densité (HDPE) sont de plus en plus utilisés en remplacement des tuyaux en acier pour de nombreuses raisons. Tel que ses propriétés uniques, ses performances exceptionnelles et sa durabilité à long terme, il est devenu un choix privilégié pour les systèmes de distribution d'eau, les applications de drainage, les conduites de gaz et pétrole, ainsi que dans d'autres secteurs tels que l'industrie minière et l'agriculture. Le HDPE est fabriqué à partir de polymères à chaînes linéaires de haute densité, ce qui lui confère une résistance supérieure. Il présente une excellente résistance à la corrosion, ce qui en fait un matériau idéal pour les environnements agressifs et les fluides chimiquement corrosifs. De plus, le HDPE est résistant aux chocs, à l'abrasion et aux fissures, ce qui lui permet de maintenir son intégrité structurelle même dans des conditions difficiles [3-5].

Une autre caractéristique remarquable du HDPE est sa flexibilité. Il est capable de se plier et de s'adapter aux variations de terrain, ce qui facilite son installation et réduit les coûts associés. De plus, les joints fusionnés utilisés pour assembler les tuyaux en HDPE éliminent les fuites potentielles et renforcent la résistance de l'ensemble du système [6].

La durabilité à long terme est l'un des atouts majeurs des tuyaux en HDPE. Ils sont résistants aux conditions environnementales extrêmes, y compris les rayons UV, les températures élevées et les variations saisonnières [3]. De plus, ils sont capables de supporter des charges importantes sans se déformer ni se fissurer, ce qui garantit une performance stable et fiable pendant de nombreuses années. Un autre avantage du HDPE est sa résistance aux produits chimiques. Il peut résister à une large gamme de substances chimiques, ce qui en fait un choix sûr pour le transport de liquides corrosifs. De plus, les tuyaux en HDPE sont également recyclables, ce qui contribue à la durabilité environnementale et à la réduction des déchets plastiques. Ils offrent un ensemble de propriétés, de performances et de durabilités exceptionnelles qui en font un choix privilégié dans de nombreuses applications. Leur résistance, leur flexibilité, leur résistance chimique et leur durabilité à long terme

en font une solution fiable et économique pour les systèmes de distribution d'eau, les applications de drainage et diverses autres utilisations industrielles [7-9].

Dans le cas des projets d'infrastructure, la durabilité est un facteur qui détermine le choix et l'utilisation des conduites. La définition la plus élémentaire de la durabilité est la capacité à durer longtemps pendant laquelle les propriétés d'origine du matériau sont conservées [8]. Cela comprend la capacité de résister aux impacts dus aux conditions environnementales ou autres conditions de service ainsi que la capacité de résister à l'érosion, à la dégradation des matériaux (par exemple, la résistance à la corrosion et la résistance mécanique) et à la perte de fonction [6].

La rupture des semi-cristallins peut intervenir de façon ductile, de façon fragile, ou par une combinaison des deux. Le type de rupture dépend de la physico-chimie du matériau, i.e. de la composition, du poids de la chaîne macromoléculaire, du degré d'imperfection et de la mécanique, comme les conditions de chargement ou l'histoire thermomécanique. A basses températures, dans le domaine vitreux, les polymères ont un comportement fragile. En effet, les chaînes moléculaires sont figées et aucun processus de déformation ne peut accommoder les singularités de contrainte en fond de fissures. Au-delà de la température de transition vitreuse, les sollicitations permettent une déformation viscoplastique qui autorise localement la formation des craquelures. Au cours de l'augmentation de la déformation, on observe leur multiplication ainsi que leur extension. Les fibrilles s'allongent et s'affinent jusqu'à leur rupture. En général, les polymères cèdent par craquelage ou cisaillement. Ces deux mécanismes conduisent à des résultats très différents, le craquelage aboutissant généralement à une rupture fragile et le cisaillement étant associé à une rupture ductile [6].

La contrainte appliquée conduit à l'un des trois types de rupture de conduite en fonction du temps et en fonction du niveau de contrainte [6]. Comme le montre la (figure 1.1), il s'agit de la rupture ductile (**stade 1**), de la rupture fragile due à la croissance lente des fissures (**SCG**) (**stade 2**) et de la rupture due à la dégradation chimique/moléculaire (**stade 3**). Le point de transition du stade I au stade II est appelé « genou mécanique » et du stade 2 au stade 3, le « genou chimique ». Un niveau de contrainte élevé conduit en effet à une rupture ductile (**stade 2**) associée à de grandes déformations irréversibles. Le mode de rupture ductile se produit lorsque le tuyau en HDPE est soumis à des contraintes élevées proches de sa capacité élastique. Le comportement ductile du polyéthylène en traction est influencé par la nature semi-cristalline du matériau. En se référant à la courbe contrainte-déformation pour la rupture ductile à l'échelle microscopique, avant la limite d'élasticité, aucune déformation visible ne se produit et la charge est portée par des lamelles

cristallines rigides. À mesure que la contrainte augmente, le stress augmente et le rendement se produit. Le point maximum correspond à la formation d'une section de traînée avec une surface nettement plus petite. La charge sur l'échantillon reste à un niveau relativement constant. Après un certain temps, une forte augmentation de la valeur de contrainte avec une augmentation de la déformation indique l'apparition d'un écrouissage. Lors de l'écrouissage, la phase amorphe atteint sa pleine extension et le matériau se transforme avec la rupture et le déclenchement des lamelles. Les tests de certification pour caractériser ce type de défaillance [9] sont coûteux et chronophages. Plusieurs méthodes considèrent les facteurs de haute température comme une méthode accélérée pour prédire la défaillance ductile à long terme des tuyaux en HDPE. Ces méthodes raccourcissent la durée des tests et extrapolent les résultats des tests à basse température, alors que les tests seraient autrement longs [5].

La relation entre la contrainte et le temps de rupture est schématisée sur la **figure 1.1** qui illustre les trois modes de défaillance prédominants dans un tube en HDPE (ruptures ductile, fragile et due à la fissuration sous contrainte dans un environnement contrôlé : ESC). Au voisinage de la température ambiante, la courbe présente deux domaines de rupture : la première partie, à forte contrainte pour laquelle la durée de vie est très sensible à la contrainte, correspond au domaine ductile. La seconde partie représente le domaine fragile pour lequel la durée de vie est beaucoup moins sensible à la contrainte [14].

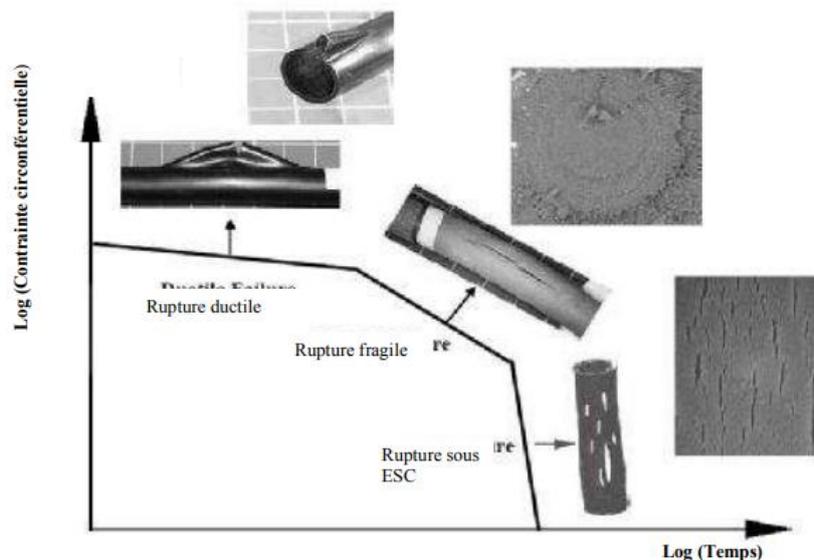


Figure 1.1 : Modes de défaillance prédominants dans un tube en HDPE [6].

La ductilité est définie comme la propriété grâce à laquelle un matériau peut se déformer de façon permanente avant de se rompre. Elle facilite la mise en forme du matériau à l'état solide. Dans la

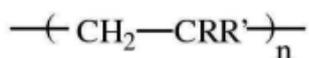
région ductile, la fracture est associée à un écoulement plastique et le temps de rupture est déterminé par la vitesse de fluage. Dans la région fragile, la rupture est associée à une propagation de fissure provenant d'un défaut du matériau. Les deux processus ont lieu en même temps, mais à forte contrainte, c'est le taux de fluage qui domine et à faible contrainte, c'est la propagation de fissure qui pilote le comportement. La zone de transition entre les deux parties n'est pas toujours aussi marquée que sur le schéma précédent. La transition de la rupture ductile vers la rupture fragile est bien illustrée comme un "genou" sur les courbes de fluage des tubes en HDPE soumis à une pression interne en fonction du temps à la rupture [6-9].

La dégradation des tuyaux en HDPE peut être influencée par différents facteurs tels que l'exposition à des agents chimiques, les conditions environnementales, la durée d'utilisation [10].

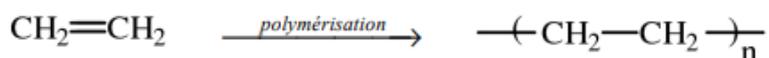
L'objectif ce chapitre, est de faire un état de l'art en ce qui concerne les différents points utiles à notre étude en examinant les éléments relatifs à la dégradation et à la durabilité du polyéthylène.

1.2 Synthèse du PE – Historique :

Le polyéthylène (PE) est un polymère appartenant à la famille des polyoléfines dont la formule générique est donnée ci-dessous :



Où R et R' sont soit des atomes d'hydrogène (cas du PE), soit des groupements alkyles. Le polyéthylène est obtenu par polymérisation des monomères d'éthylène :



Il existe différents modes de polymérisation : le procédé "haute pression" et les procédés "basses pressions". Les conditions de synthèse du polyéthylène influent énormément sur la structure du produit final.

Le procédé dit "haute pression" est historiquement le plus ancien. Il a été découvert accidentellement par Eric Fawcett et Reginald Gibson en 1933, en appliquant une pression très élevée (plusieurs centaines de bars) sur un mélange d'éthylène et de benzaldéhyde à haute température. La réaction s'était alors amorcée grâce à des traces d'oxygène présent dans le réacteur. Difficile à reproduire, ce n'est pas avant 1935 que Michel Perrin transforma cet accident en un procédé reproductible et industrialisable. La première production industrielle a lieu en 1939. En raison des nombreuses

réactions de transfert, les chaînes de polymère présentent beaucoup de ramifications (Figure 1.1).

Ces ramifications gênent l'arrangement macromoléculaire ce qui empêche le polyéthylène de cristalliser facilement. On le nomme Polyéthylène Basse Densité (PEBD) ou LowDensityPolyethylene (LDPE). Il est défini par une densité comprise entre 0,91 et 0,94 g/cm³

[11].



Figure 1.1 : Schéma d'une chaîne ramifiée de PEBD [11].

Les procédés dits "basses pressions" sont apparus dans les années 50, peu de temps après des avancées majeures dans le domaine des catalyseurs. Ils permettent la polymérisation du polyéthylène à des faibles pressions (< 50 bars). On distingue en particulier :

La catalyse Phillips : découverte en 1951 par J. Paul Hogan et Robert L. Banks de la société Phillips, elle utilise des oxydes de chrome et d'aluminium en tant que catalyseurs. Le principal inconvénient de ce procédé est de ne pas pouvoir polymériser d'autres monomères que l'éthylène,

La catalyse Ziegler : développée en 1953 par le chimiste allemand Karl Ziegler, elle repose sur l'utilisation d'un système catalytique composé d'halogénures de titane, appartenant à la famille des catalyseurs dits Ziegler-Natta. Ce procédé permet de travailler à des pressions encore plus faibles que pour le procédé Phillips. Ces procédés permettent d'obtenir des chaînes macromoléculaires linéaires qui pourront donc cristalliser facilement Figure 1.2. Ce type de polyéthylène est appelé Polyéthylène Haute Densité (PEHD) [ou High Densité Polyéthylène, HDPE]. Il est défini par une densité supérieure à 0,941 g/cm³ [16].



Figure 1.2 : Schéma d'une chaîne linéaire de HDPE [11].

Par ailleurs, le taux de cristallinité du polyéthylène est intimement lié à sa densité : un PE sera d'autant plus dense qu'il est cristallin. Le taux cristallinité est de l'ordre de 60 % pour un HDPE, alors qu'il n'est que de 40 % pour un BDPE. Cette structure confère au HDPE de bonnes propriétés mécaniques élastiques dues à des modules très élevés (module d'Young E ou de cisaillement G par exemple), c'est pourquoi il est principalement utilisé pour la fabrication de produits rigides (tubes, flacons par exemple). Le BDPE quant à lui, a des applications plus restreintes, comme des produits souples (films, sachets...) [11].

1.3 Structure et morphologie des HDPE :

La cristallinité des polymères semi-cristallins résulte d'empilements réguliers de chaînes macromoléculaires. Leurs extrémités étant différentes du reste du polymère, ces macromolécules ne peuvent être entièrement régulières, en conséquence, il y a coexistence de phases amorphe et cristalline [10-12]. Cette microstructure a d'abord été décrite à l'aide d'un modèle dit de « micelles à franges » [12], dans lequel les zones cristallines sont représentées par des séquences ordonnées où les chaînes sont alignées (figure 1.3a). La taille des zones cristallines, ou celle des micelles, y est estimée à 5-50 nm. Compte tenu de leur longueur, les macromolécules peuvent faire partie de plusieurs cristallites, orientées aléatoirement, et traverser des zones moins ordonnées. On peut distinguer deux configurations extrêmes de repliements des chaînes macromoléculaires : le repliement serré (figure 1.3b) et le repliement désordonné (figure 1.3c). Dans ce dernier cas, une même chaîne peut donc participer à la fois à la phase amorphe et à la phase cristalline, contrairement au premier mode de repliement où la chaîne participe seulement à la formation de la cristallite [13].

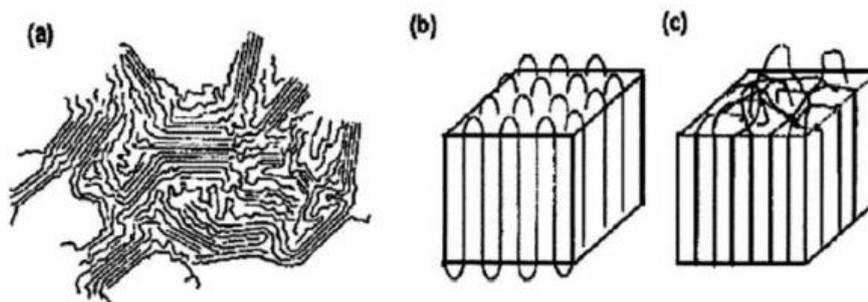


Figure 1.3 : Arrangement des chaînes : a) micelles frangées, b et c) repliements successifs serrés et désordonnés [13].

Le HDPE (polyéthylène haute densité) est un polymère thermoplastique linéaire qui se caractérise par une structure moléculaire régulière et une densité élevée. Sa structure chimique est composée de chaînes carbonées linéaires formées par la répétition de l'unité monomère d'éthylène (C₂H₄) (figure 1.4). Chaque unité d'éthylène est reliée à une autre par une liaison covalente simple, formant ainsi une chaîne longue et linéaire. La morphologie du HDPE est influencée par plusieurs facteurs, notamment la méthode de polymérisation, les conditions de refroidissement et de cristallisation, ainsi que la présence d'additifs ou de charges. Le HDPE présente généralement une structure semi-cristalline, ce qui signifie qu'il est composé à la fois de régions cristallines ordonnées et de régions amorphes désordonnées. Les régions cristallines du HDPE sont constituées de chaînes polymériques alignées de manière régulière et compacte. Cela confère au matériau une résistance mécanique élevée, une rigidité et une résistance à la traction. Les régions amorphes, quant à elles, sont formées de chaînes polymériques enchevêtrées de manière irrégulière, ce qui confère au HDPE sa flexibilité et son aptitude à l'extrusion [14].

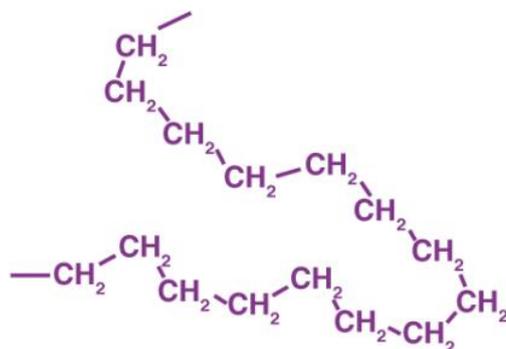


Figure 1.4 : Arrangement des chaînes a) micelles frangées, b et c) repliements successifs serrés et désordonnés [11].

1.4 Méthode de fabrication du tube en HDPE :

En Algérie les tubes en polyéthylène sont fabriqués par extrusion au niveau de plusieurs sites parmi ses le GROUPE CHIALI, à savoir de Sidi Bel Abbés et de Sétif. Les unités de fabrication sont certifiées en ISO9001 et obéissent à des normes européennes, notamment : (EN1555) pour les tubes HPDE destiné au gaz naturel et (EN12201) pour les tubes HDPE destiné à l'eau potable. Le procédé d'extrusion [14] consiste à faire passer la matière à travers une filière afin d'obtenir des produits finis tels que des canalisations par un processus technologique continu voir (figure 1.5) une ligne d'extrusion présente différents éléments, tous indispensables pour fabriquer une canalisation de bonne qualité.

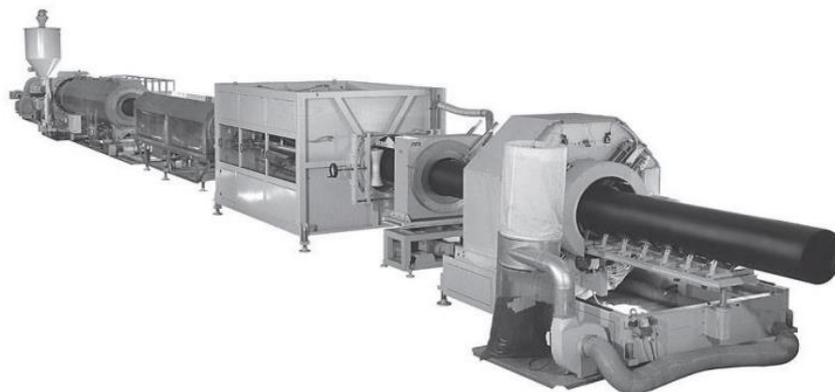


Figure 1.5 : Procédé de fabrication du tube en HDPE par extrusion [14].

Les canalisations de polyéthylène sont fabriquées par une technique de transformation appelée « l'extrusion ». L'extrusion consiste à faire passer la matière à travers une filière afin d'obtenir des produits finis tels que des canalisations par un processus technologique continu. Une ligne d'extrusion présente différents éléments, tous indispensables pour fabriquer une canalisation de bonne qualité :

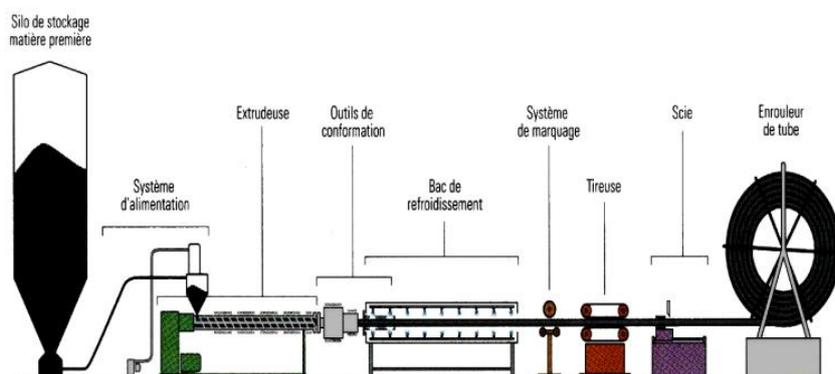


Figure 1.6: Procédé de d'extrusion.

Un silo de stockage de la matière première : permet de stocker la matière dans de bonnes conditions avant son utilisation dans l'extrudeuse.

Un système d'alimentation : composé de tuyauterie et d'un système de vide, il permet de transporter la matière du silo jusqu'à la trémie d'alimentation de la ligne d'extrusion.

L'extrudeuse : c'est un ensemble constitué par une vis d'Archimède tournant à vitesse contrôlée à l'intérieur d'un cylindre chauffé. La matière est chauffée à une température d'environ 220°C. Cet ensemble a pour fonction :

- De « saisir » la matière et de la transporter par une vis sans fin du point d'alimentation jusqu'à la sortie ;
- Se « plastifier » et de « fondre » cette matière en cours de trajet par chauffage et malaxage entre la vis et le cylindre ;
- De la « forcer », enfin, à travers un outillage (filière – poinçon), Les outils de conformation : ils permettent de calibrer la canalisation pour lui donner sa forme dans ses dimensions définitives, puis la refroidir. Cette opération se fait sous vide afin de maintenir les dimensions de la canalisation le temps de figer la matière par refroidissement [14].

Les outils de conformation : ils permettent de calibrer la canalisation pour lui donner sa forme dans ses dimensions définitives, puis la refroidir. Cette opération se fait sous vide afin de maintenir les dimensions de la canalisation le temps de figer la matière par refroidissement.

Les bacs de refroidissement : ils permettent d'évacuer la chaleur accumulée et d'assurer une bonne cristallisation de la matière. Ce dernier point est très important afin de conférer à la canalisation polyéthylène toutes ses caractéristiques mécaniques. Le système de marquage : ce système permet d'inscrire sur la canalisation des éléments d'information (diamètre, épaisseur, etc..) et de traçabilité (N° lot, date de fabrication, etc....) (Figure 1.7). Trois systèmes de marquage sont aujourd'hui utilisés : marquage à chaud, marquage jet d'encre ou marquage laser. La tireuse : cet équipement est essentiel car c'est lui qui définit la vitesse de fabrication de la ligne d'extrusion. La tireuse est asservie à l'extrudeuse afin d'assurer des caractéristiques dimensionnelles constantes pour la canalisation en cours de fabrication. La scie : cet équipement permet de couper la canalisation à la longueur souhaitée. La scie est conçue pour éviter tout endommagement sur la canalisation. L'enrouleur de tube : Cet équipement permet de conditionner la canalisation en couronne ou sur touret. Dans le cas de fabrication en barre droite, la canalisation est directement positionnée dans des palettes.

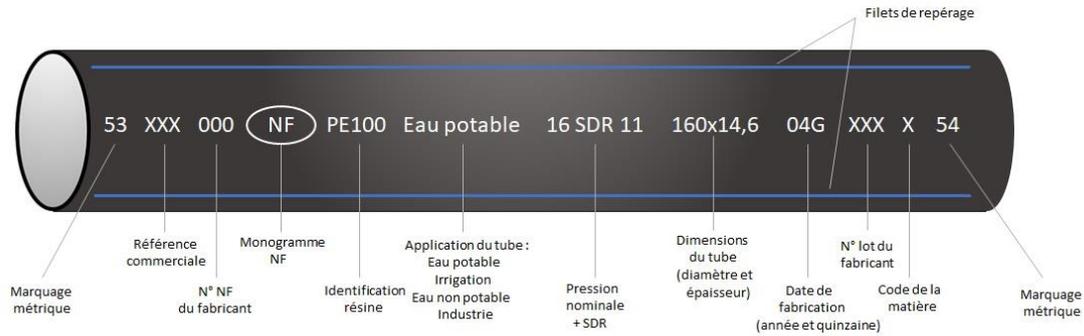


Figure 1.7 : Exemple de marquage d'un tube d'eau potable [14].

1.5 Comportement mécanique du polyéthylène :

Les propriétés des matériaux polymères sont beaucoup plus sensibles que celles des métaux aux influences extérieures, telles que la température, la durée, l'intensité et le type de chargement, les radiations UV et les agents chimiques. Le comportement mécanique des polymères solides diffère du modèle élastique à cause de l'existence d'une viscosité interne. La viscosité est le phénomène de déformation au cours du temps, sous le même niveau de chargement et d'environnement (cette déformation est appelée déformation différée). Le comportement mécanique des matériaux est caractérisé par le type et l'amplitude de leur réponse aux forces extérieures appliquées et aux déformations qui en résultent. Dans le cas des polymères, ces réponses dépendent fortement de la température, mais aussi de la vitesse et de l'intensité du chargement. Pour les plastiques, entre autres le polyéthylène, trois types de comportements sont distingués, qui sont toutefois connexes et peuvent se superposer [6] :

Déformation élastique instantanée (réversibilité spontanée) ;

Déformation viscoélastique dépendant du temps ou déformation de relaxation

(Réversibilité en fonction du temps) ;

Déformation viscoplastique dépendant du temps (irréversibilité).

La déformation purement élastique est observée, dans le cas des plastiques, quand ces derniers sont soumis à de très faibles niveaux de charges. Elle se produit spontanément lors de l'application de la charge, plus précisément elle augmente instantanément jusqu'à une valeur constante, elle diminue immédiatement à partir de la suppression de la charge, jusqu'à s'annuler. Elle est donc totalement réversible. Ce type de déformation purement élastique est à l'échelle du matériau, dû à la variation des distances atomiques et à la distorsion des angles de valence [11-13].

La déformation visqueuse, contrairement à la déformation purement élastique, est irréversible et dépend du temps. L'état d'origine n'est pas retrouvé après la suppression de la charge. La déformation retardée résulte du mouvement des segments macromoléculaires et de leur glissement les uns par rapport aux autres pour atteindre une nouvelle position d'équilibre correspondant aux contraintes mises en jeu [11-12].

La déformation viscoélastique ou de relaxation est une combinaison entre un comportement élastique et un comportement visqueux. La déformation augmente sous l'effet d'une charge jusqu'à atteindre une asymptote ; elle diminue à partir de la suppression de la charge d'abord rapidement, puis de plus en plus lentement, et finit par s'annuler complètement. Elle est donc réversible [6].

En règle générale, ce comportement mécanique peut être représenté par un modèle à 4 paramètres, construit à partir de la combinaison en série et en parallèle de ressorts et d'amortisseurs. Un ressort de module d'élasticité E_0 et un amortisseur de viscosité η_0 , combinés en série, constituent les éléments de base de la première partie de ce modèle viscoélastique. Le modèle entier correspond à la combinaison séquentielle de cette première partie avec l'assemblage, en parallèle, d'un ressort et d'un amortisseur, respectivement caractérisés par E_{rel} et η_{rel} . Le module d'élasticité, usuellement déterminé à partir des normes, correspond approximativement à la valeur d' E_0 , étant donné qu'il est mesuré aux très faibles contraintes et dans un intervalle de temps relativement court (inférieur à une minute). Dans le cas d'une charge constante σ_0 , les comportements mécaniques élastiques, visqueux et viscoélastique sont respectivement définis par les équations suivantes :

$$\varepsilon_0 = \frac{\sigma_0}{E_0} \quad (1.1)$$

$$\varepsilon_0 = \frac{t \cdot \sigma_0}{\eta_0} \quad (1.2)$$

$$\varepsilon_{rel}(t) = \frac{1}{E_{rel}} (1 - e^{-\frac{t}{\tau}}) \sigma_0 \quad (1.3)$$

$$\text{Avec : } \tau = \frac{\eta_{rel}}{E_{rel}}$$

1.6. Vieillissement des tubes en HDPE :

Les fuites au niveau des canalisations enterrées peuvent être dues aux vieillissements physique et chimique du matériau de tube à cause de son exposition prolongée aux différentes contraintes mécaniques, aux microorganismes, aux produits chimiques, etc..... Le vieillissement du

PE est caractérisé par le phénomène de fissuration sous contraintes chimiques et mécaniques. Les premières sont induites par l'environnement d'installation des tubes, alors que les secondes ont plusieurs origines telles que le fluide transporté, le tremblement de terre, le trafic routier, etc.... Le phénomène se manifeste d'abord par l'initiation des microfissures à l'intérieur ou à l'extérieur du tube ensuite par leur propagation au cours du temps jusqu'à sa rupture. (Figure 1.8). L'initiation des fissures peut avoir lieu aux points de concentration des contraintes alors que la vitesse de propagation des fissures est gouvernée par la totalité des contraintes auxquelles le tube sera exposé [12].

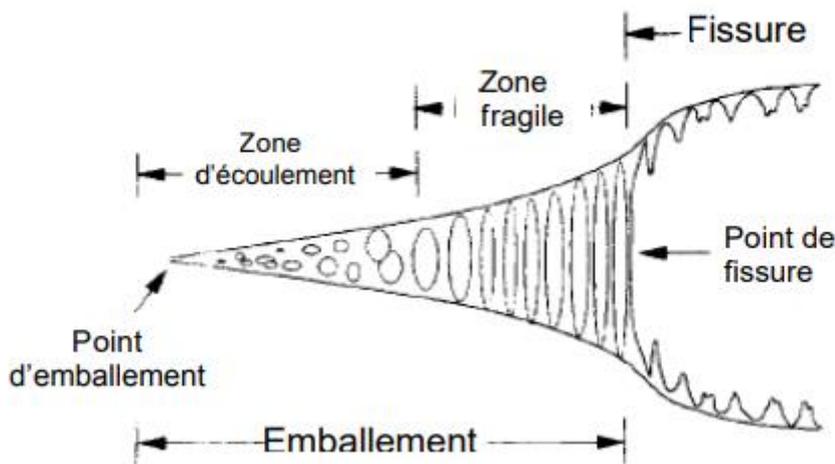


Figure 1.8 : Représentation schématique de la structure d'une craquelure [12].

Le terme vieillissement est utilisé dans le cas des polymères, il est lié à tout phénomène d'évolution lente et irréversible de la structure et/ou de la composition d'un matériau sous l'effet de son instabilité propre, de l'interaction avec l'environnement, de sollicitations mécaniques ou bien de leurs effets combinés. Ce phénomène de dégradation entraîne la notion de « durée de vie » du matériau, c'est-à-dire le temps nécessaire pour qu'une propriété atteigne un seuil critique en dessous duquel le matériau n'a plus les propriétés attendues. Plusieurs types de vieillissement affectent les polymères : le vieillissement chimique, physique et biologique. Dans la pratique, les différents vieillissements se superposent et les trois phénomènes interfèrent [12]. De manière générale, les polymères sont soumis à des types de vieillissements différents, reflétés par des évolutions de propriétés spécifiques au matériau. Dans ce contexte, il est intéressant de pouvoir prédire l'évolution de ces propriétés à plus long terme en utilisant des essais de vieillissement accéléré. Chaque type de vieillissement conduit à un comportement différent suivant les polymères.

1.6.1 vieillissement physique :

Le vieillissement physique s'oppose au vieillissement chimique dans la mesure où aucune modification chimique des macromolécules n'intervient. Ce vieillissement se caractérise en général par des pertes ou des gains de masse, principalement dues à l'absorption ou à la disparition (évaporation et/ou dissolution dans le milieu liquide en contact) de petites molécules, et pouvant se traduire par des assouplissements ou des rigidifiassions des matériaux. L'interaction physique pure se traduit par le gonflement et la plastification du matériau. Ce phénomène peut être examiné par mesures gravimétriques et mécaniques après absorption. Le vieillissement peut aussi engendrer des pertes d'adjuvants qui sont gouvernées par d'autres phénomènes tels l'évaporation, l'exsudation, l'extraction, la biodégradation et la migration vers un autre polymère [12].

Vieillissement physique interne :

Ce vieillissement est généralement constaté lors de la mise en œuvre même des matériaux, ou lors de chocs thermiques. Ainsi, lors d'un refroidissement brutal du polymère d'un état fluide vers un état solide, les polymères se trouvent alors figés au sein d'une microstructure thermodynamiquement instable, et qui va évoluer lentement vers un état plus stable. Il est possible de faire disparaître ces vieillissements par l'intermédiaire d'un recuit au-dessus de la température de transition vitreuse du matériau. Ce phénomène est assez facilement identifiable en DSC, où l'on observe un pic endothermique au niveau de T_g en premier passage, pic qui disparaît lors d'un second passage. Ce phénomène est montré sur la [Figure 1.9](#) [12,15].

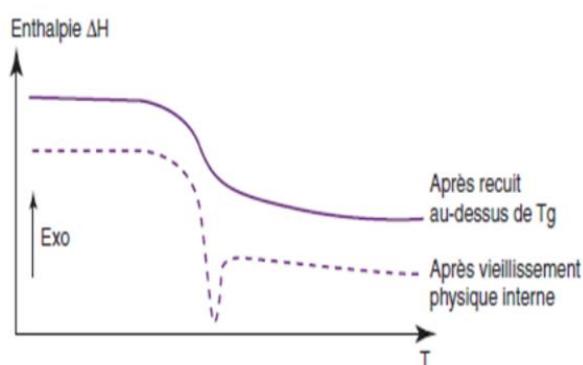


Figure 1.9 : Phénomène de relaxation interne illustré par DSC [12].

Vieillissement physique externe :

A l'opposé du vieillissement physique interne, le vieillissement physique externe engendre un transfert de masse entre le matériau et le milieu extérieur. Ce type de vieillissement est schématisé

sur la Figure I.20. Un solvant pourra s'absorber dans le polymère dans la mesure où l'énergie mise en jeu lors de cette transformation est convenable. Une absorption est probable lorsque les interactions polymère-solvant sont plus favorables que les interactions polymère-polymère. Cela est d'autant plus vrai que les polymères sont plus polaires. Il est possible de connaître l'affinité d'un solvant pour un polymère, à savoir sa solubilité, par le calcul des coefficients de solubilité. À titre d'exemple, le PET, de paramètre de solubilité $\delta = 23,9 \text{ MPa}^{1/2}$, aura plus d'affinité pour l'isopropanol ($\delta = 23,5 \text{ MPa}^{1/2}$) que l'eau ($\delta = 47,9 \text{ MPa}^{1/2}$). Expérimentalement, l'eau provoque une attaque chimique du polyester induisant une diminution de la cristallinité du produit. Par contre, l'absorption de l'isopropanol entraîne une augmentation de la cristallinité du polymère [12,14].

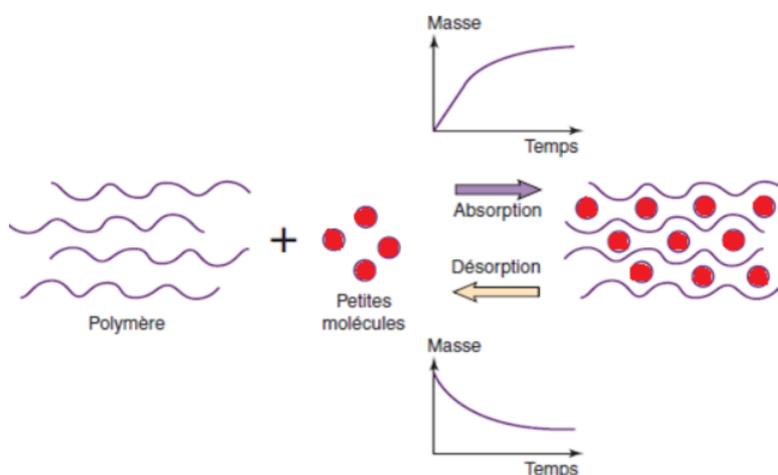


Figure 1.10 : Schématisation du phénomène de vieillissement physique externe [12].

Plastification :

Elle apparaît lorsque les molécules de solvant s'introduisent dans le réseau macromoléculaire en produisant des désordres qui affaiblissent, voire même détruisent, les liaisons secondaires entre les chaînes, responsables de la cohésion du matériau. Ainsi, en détruisant les liaisons secondaires du polymère, l'eau diminue la cohésion mécanique et augmente la mobilité moléculaire. Théoriquement, une plastification pure est réversible. En réalité, elle induit des réarrangements internes et peut aussi faciliter la relaxation des contraintes internes. Ces phénomènes se retrouvent souvent lorsque le matériau possède des chaînes de faible masse moléculaire ou lorsqu'il a un taux de cristallinité bas, Figure 1.11 [24]. La plastification est caractérisée par une modification des propriétés mécaniques du matériau, qui se traduit par une baisse de la température de transition vitreuse T_g , transition entre le domaine caoutchoutique et le domaine viscoplastique [24].

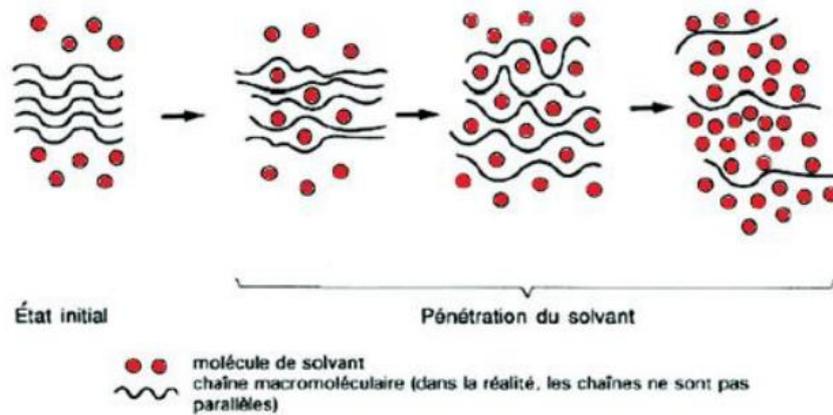


Figure 1.11 : pénétration d'un solvant dans un polymère [12-13].

Gonflement :

La pénétration de solvant au sein du matériau polymère peut provoquer un gonflement susceptible de provoquer des modifications de structure interne lorsqu'il existe des hétérogénéités qui induisent des contraintes entre les zones plus ou moins gonflées. Ces zones peuvent être amorphes (relativement accessibles), ou cristallines (relativement impénétrables). Ce gonflement peut aussi intervenir lorsque la cinétique de diffusion du solvant crée des gradients de concentration. Enfin, il existe lorsque le matériau subit des cycles successifs de vieillissement [24].

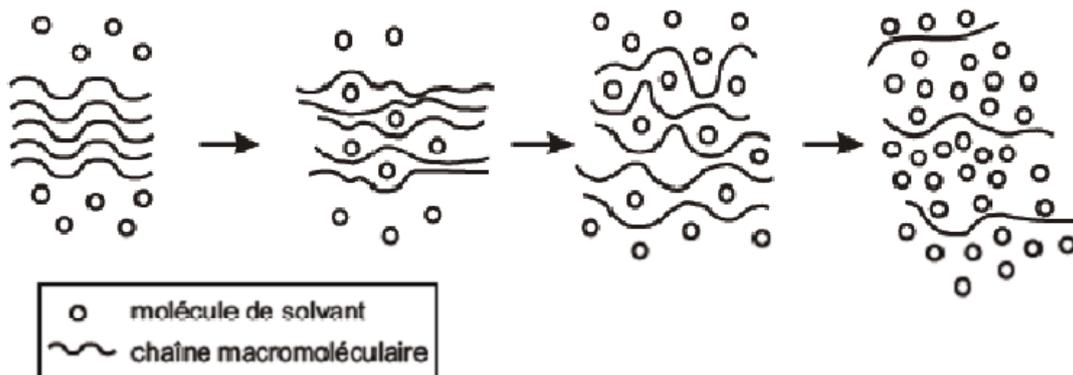


Figure 1.12 : Gonflement du polymère [12].

Perte physique des antioxydants :

Les deux phénomènes prépondérants régissant la stabilité du PE sont : la migration des antioxydants du PE vers le milieu environnant extérieur ou intérieur (perte physique) et leur consommation par

réaction avec les produits issus de l'oxydation du PE (perte chimique) (Un schéma représentatif des processus de perte des antioxydants du PE et leurs interactions est illustré sur la (figure 1-13)

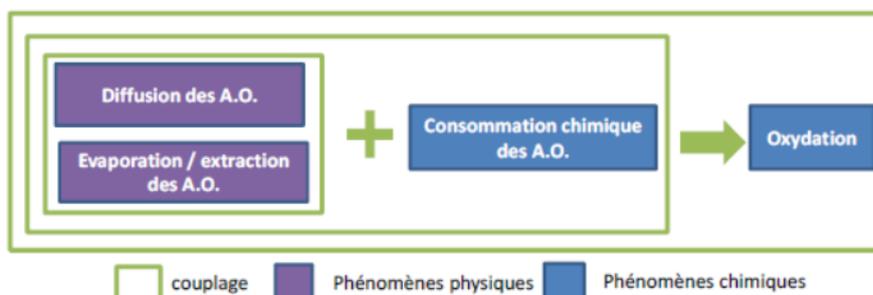


Figure 1.13 : Schéma représentatif des processus de perte des antioxydants du PE et leurs interactions [13].

Ainsi, la perte physique des antioxydants se produit selon un processus de migration purement physique, conduisant à la réduction de la durée de vie du matériau. Le processus de migration s'effectue en deux étapes : une première correspond à la diffusion de l'antioxydant vers la surface (dans la direction de gradient de concentration), la seconde correspond au passage des molécules de l'antioxydant de la surface vers le milieu environnant. Ces deux actes ont lieu simultanément, mais l'étape la plus lente contrôle la cinétique globale de perte. Lors de la deuxième étape, la perte des antioxydants se fait par extraction si le milieu environnant est un liquide (comme l'eau) et par évaporation si le milieu est gazeux (air par exemple). Par ailleurs, les trois phénomènes (diffusion, extraction et évaporation) sont influencés par la température [13].

Coupure de chaînes statistiques :

Les ruptures statistiques de chaîne se produisent sur des sites répartis de manière aléatoire dans le réseau de polymères. Elles sont réparties dans le réseau de polymères. Divers mécanismes chimiques peuvent être à l'origine des ruptures statistiques de chaînes. Une grande variété de mécanismes chimiques peut être à l'origine d'une rupture statistique de chaîne. Ils comprennent la dégradation thermique, le β -clavage, l'hydrolyse et la radiolyse. Radiolyse, etc. D'un point de vue structurel, ces ruptures de chaîne entraînent une diminution du poids moléculaire moyen dans le cas des polymères linéaires et une diminution du taux de réticulation dans le cas des polymères tridimensionnels. Dans le cas des polymères tridimensionnels, elles entraînent une réduction du taux de réticulation. Les propriétés physiques, élastiques et thermiques ne sont guère affectées par la scission statistique des

chaînes. Cependant, les ruptures de chaînes ont un impact significatif sur les propriétés mécaniques car elles provoquent la fragilisation du matériau [8].

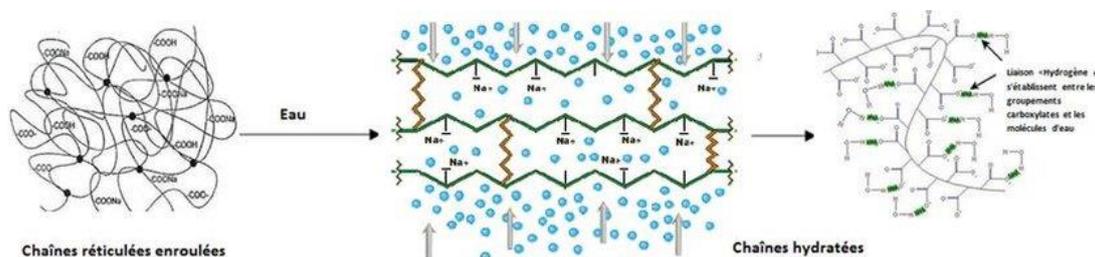


Figure 1.14 : chaînes statistiques des polymères [3].

1.6.2 Vieillessement chimique :

Réciproquement au vieillissement physique, le vieillissement chimique engendre de profondes mutations de la chaîne polymère. Les altérations des matériaux sont le résultat d'agressions climatiques, à savoir le rayonnement UV (sensible en milieu aérobie, c-à-d sous air), les fluctuations de température, la contrainte mécanique en service et le pH des eaux de ruissellement. Souvent, l'ensemble de ces facteurs collaborent conjointement, ce qui rend encore plus difficile l'exploitation des résultats et par conséquent les prévisions de durabilité [12]. La modification chimique du polymère se traduit généralement par des mécanismes soit de coupures de chaînes, soit de créations de liaisons covalentes entre chaînes (réticulation) par apparition de nouvelles fonctions chimiques et autres produits de dégradation [12-15]. Les phénomènes chimiques sont le fruit d'une agression extérieure. Par conséquent, les dégradations s'opèrent généralement de la surface vers le cœur du matériau, ce qui confère au vieillissement chimique un caractère d'hétérogénéité spatiale. Le vieillissement chimique regroupe plusieurs phénomènes qui peuvent parfois être complémentaires entre eux, ce qui complique considérablement l'analyse. Ils se traduisent principalement par des phénomènes d'hydrolyse, d'oxydation, de lessivage ou de diffusion et peuvent conduire à une altération du squelette macromoléculaire suivant trois mécanismes distincts

Les coupures du squelette peuvent induire une baisse de la masse molaire du polymère, ce qui entraîne une chute des propriétés mécaniques.

Une ou des réactions de réticulation peuvent se produire, notamment sur les polymères qui possèdent des doubles liaisons dans la chaîne ou des groupements réactifs n'ayant pas encore réagis auparavant

Une ou des réactions sur les groupements latéraux peuvent intervenir par substitution d'un groupe sur un autre, par élimination des groupes au profit d'une double liaison ou d'une cyclisation. Ils sont généralement classifiés suivant la cause externe qui les provoque : vieillissement thermochimique, photochimique, biologique [12-15].

1.7.1 Environnemental Stress Cracking (ESC) du HDPE :

ESC 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. 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 [12-13].

1.7.2 Cas des agents chimique agressifs (Acides) :

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 semblables 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 [13].

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 sulfinition 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. 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) [21].

1.7.2 Hétérogénéité de HDPE pipe et leur interaction avec l'environnement agressif :

Les conduites en polyéthylène (PE) transportant de l'eau sont vulnérables aux agents agressifs qui peuvent diffuser à travers les conduites en plastique enterrées provoquant une dégradation oxydative. Ce dernier peut survenir à la suite d'une réaction chimique spontanée avec l'oxygène atmosphérique

ou d'une réaction oxydante induite avec des agents désinfectants (c'est-à-dire du chlore ou des ions d'acide hypochloreux) qui sont couramment ajoutés aux approvisionnements en eau municipaux pour des raisons de santé publique. Fondamentalement, les surfaces des tuyaux en PE subissent des réactions d'oxydation indésirables chaque fois qu'elles sont en contact avec des environnements externes défavorables et/ou lors du transport de fluides qui ont tendance à modifier la structure de la paroi interne du tuyau.

Ghabeche et al. ont étudiés [19] l'effet de l'acide chlorhydrique (HCL) à différentes concentrations sur la couche interne et la couche externe d'un tube en HDPE, les résultats montrent que la couche externe et la couche interne ne présente pas les mêmes propriétés mécaniques. Ils ont analysés également les changements physico-chimiques qui se produisent au niveau des surfaces des tuyaux et évaluent les mécanismes de dégradation **Figure 1.15**.

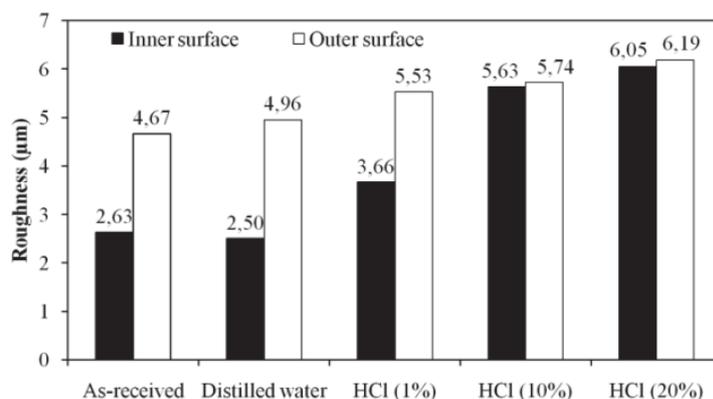


Figure 1.15 : La dureté de la couche interne et externe de HDPE pipe vieilli [20].

Les résultats de l'étude permettent de mieux comprendre les processus de dégradation des tuyaux en plastique en présence d'un environnement acide. Cela peut être pertinent pour les industries qui utilisent des tuyaux en plastique dans des environnements agressifs, tels que l'industrie chimique, pétrolière ou de traitement des eaux.

Dans une autre étude, il a été observé que les acides fortement oxydants attaquent le PE provoquant des changements majeurs dans les propriétés mécaniques de la paroi du tuyau [20]. De plus, il a été conclu que les composants de contrainte des tuyaux en PE sont réduits lorsqu'ils sont exposés à des environnements de pétrole brut ou de toluène-méthanol, tandis que les composants de contrainte sont fortement altérés au contact de l'acide sulfurique [12-15]. La distribution de la cristallinité à travers la paroi du tuyau, une conséquence du processus de fabrication, a été citée comme la cause de ces changements. Ces résultats ont également été confirmés dans une étude récente portant sur l'oxydation des résines de tuyaux HDPE-80 dans des conditions chimiques à court terme [21].

Chapitre 2 :

MATERIAU & METHODES EXPERIMENTALES

2.1 Introduction :

Ce chapitre présente la partie expérimentale et les divers équipements utilisés pour la préparation des échantillons ainsi que la réalisation des essais mécaniques. Le polyéthylène de haute densité (HDPE) est un matériau attrayant pour de nombreuses applications mécaniques, hydrauliques et géotechniques en raison de ses propriétés intéressantes telles que la densité, la résistance mécanique, la durabilité et surtout son coût abordable par rapport aux autres matériaux. Il est couramment utilisé dans la fabrication de géo-membranes et de canalisations pour le transport de fluides tels que le gaz naturel, l'eau potable et les eaux usées. Selon les données disponibles, ces conduites enterrées ont une durée de vie minimale de 50 ans dans des conditions typiques de drainage et de transport. Cependant, lors de leur utilisation, les tuyaux en PE sont soumis à des charges internes et externes qui entraînent des déformations et une détérioration de leurs propriétés mécaniques. De plus, ces propriétés sont également affectées par l'environnement dans lequel ils sont utilisés. Un autre problème est la perméabilité des polymères, qui se traduit par la diffusion de gaz, de vapeurs ou même de liquides à travers les tuyaux en PE. Par conséquent, il est essentiel de tester et de conformer ces conduites aux normes d'utilisation requises, en utilisant des méthodes de contrôle destructif telles que les tests de traction, de flexion, de compression, ainsi que des tests de résistance à la rupture et non destructif comprennent notamment les tests par ultrasons, la radiographie, thermographie, et la méthode de l'impact-écho. Il est possible d'obtenir des informations précieuses sur les caractéristiques mécaniques des tubes en HDPE, telles que leur résistance, leur ductilité, leur ténacité, leur résistance à la fatigue, et leur comportement en présence de contraintes externes.

Le chapitre décrit les techniques de fabrication des échantillons sous forme de filaments et présente le test de traction utilisé pour caractériser le comportement mécanique du matériau. Les parties abordées dans ce chapitre sont les suivantes : (i) le matériau étudié, (ii) la méthode de fabrication des échantillons à partir du tube HDPE, et (iii) la méthode de l'étude de la dégradation des échantillons dans une solution d'acide chlorhydrique.

2.2 Matériaux utilisés :

Le matériau utilisé dans cette étude est un tuyau HDPE d'un diamètre extérieur de 200 mm, d'un SDR de 17,6 mm et d'une épaisseur de 11,4 mm Il est extrudé en noir DE CARBONE pigmenté avec des bandes jaunes par le GROUPE CHIALI, un fabricant spécialisé dans les

plastiques extrudés, pour être utilisé dans les réseaux de distribution de gaz nature **Figure 2.1** [1]. Ces caractéristiques sont représentées le **Tableau 2.1**.

Tableau 2.1 : Propriétés du matériau - HDPE 100 [2]

Propriété	Staudaral	Valeur	Unité
Physique			
Densité	ISO 1183	0,959	g/cm ³
Indice de fluidité (190°C/21,6kg)	ISO 1133	6,4	g/10 min
Indice de fluidité (190°C/5,0kg)		0,23	g/10 min
Mécanique			
Module d'élasticité (<i>E</i>) (23 °C, $v = 1$ mm/min, Sécante)	ISO 527-1, -2	900	MPa
Contrainte au seuil d'écoulement (σ_Y) (23 °C, $v = 50$ mm/min)	ISO 527-1, -2	23	MPa
Déformation au seuil d'écoulement (ϵ_Y) (23°C, $v=50$ mm/min)	ISO 527-1, -2	9	%
Module de fluage en traction 1h	ISO 899-1	850 [2,0]	MPa
Choc			
Résistance au choc Charpy entaillé	ISO 179		
(23 °C)		26	kJ/m ²
(-30 °C)		13	kJ/m ²
Dureté			
Dureté Shore (Shore D (3 sec))	ISO 868	63	
Propriétés Thermiques			
Température de ramollissement Vicat (VST/B/50 K/h (50 N))	ISO 306	74	°C
Temps d'induction à l'oxydation thermique (OIT) (210°C)	EN 728	30	min

2.2.1 Désignation :

Les tubes en HDPE pour les applications de gaz sont soumis à des normes de référence spécifiques, notamment la norme EN 1555-2 et la norme NA 7591-2. Ces normes établissent les critères de qualité et les spécifications techniques pour les tubes en HDPE utilisés dans ces applications (**Figure 2.1**).

La pression nominale des tubes en HDPE pour le gaz est généralement désignée par la notation PN 4 GAZ. Cela indique la pression maximale de fonctionnement pour laquelle ces tubes sont conçus.

En ce qui concerne le conditionnement des tubes, ils sont généralement disponibles en bobines de 100 mètres pour des diamètres allant jusqu'à Ø63. Pour les diamètres supérieurs à

Ø90, les tubes sont conditionnés en barres de 12 mètres. Ce conditionnement permet une manipulation pratique et facilite l'installation des tubes sur les sites.

Les tubes en HDPE destinés aux applications de gaz doivent porter un marquage clair et précis. Ce marquage comprend des informations telles que le standard de référence, le fabricant, le matériau utilisé, la classe de pression (GAZ 4), la date de fabrication, le numéro de lot, l'équipe de production, la ligne de production, ainsi que le code de la matière première utilisée (LNE). Ce marquage permet d'identifier et de suivre les tubes, assurant ainsi la traçabilité et la conformité aux normes.



Figure 2.1: Tube HDPE de gaz naturel.

En respectant ces spécifications et en utilisant des tubes en HDPE conformes, il est possible d'assurer la sécurité et la fiabilité des systèmes de gaz, en garantissant des performances optimales et une durée de vie prolongée des installations.

2.2.2 Notion MRS :

Chaque matériau PE (résine) est caractérisé par la résistance qu'il exerce sur le tube à la pression du fluide qui le traverse. Cette caractéristique est exprimée par le concept de MRS (Minimum Required Strength), dont la valeur est obtenue par une série d'essais en laboratoire. Cette valeur MRS est ensuite pondérée par un facteur de sécurité ($C=1,25$ pour l'eau) pour calculer la contrainte hydrostatique utilisée dans le calcul. La connaissance de la résistance hydrostatique à long terme de la résine permet de calculer le dimensionnement de la conduite (épaisseur de la paroi) afin d'assurer un fonctionnement sûr de la conduite (Tab 2.2) [22].

Tableau 2.2 : Valeurs du MRS pour PE-80 et PE-100.

Désignation de la résine	Classification suivant norme ISO	Contrainte min. requise (MRS), MPa	Résistance hydrostatique à LT et 20°C, MPa
HDPE 3ème génération	PE 100	10,0	8,0
HDPE 2ème génération	PE 80	8,0	6,3

2.2.3 Notion SDR :

Pour un matériau et une pression donnée, le rapport entre les dimensions nominales (diamètre et épaisseur) d'un tuyau est constant. Cette constante est appelée SDR (Eq.1.1), ce qui signifie "Standardised Dimensional Ratio" (rapport dimensionnel normalisé) [23]. (Standard Dimension Ratio)

$$SDR = \frac{D}{e} \tag{2.1}$$

D : Diamètre extérieur en mm ;

e : Epaisseur en mm

Ce tube de diamètre extérieur de 200 mm et d'épaisseur de paroi de 11,4 mm, avec un SDR d'environ 17,6, est conçu pour répondre aux exigences spécifiques de l'application pour laquelle il est utilisé. Le SDR influence la résistance mécanique, la flexibilité et la durabilité du tube, et permet de garantir une performance optimale lorsqu'il est soumis à des charges et à des conditions environnementales variées.

En tenant compte de ces caractéristiques, ce tube en HDPE offre une solution appropriée pour les besoins spécifiques du travail en question, en fournissant une combinaison adéquate de résistance, de durabilité et de flexibilité pour assurer un fonctionnement fiable et efficace dans son application.

2.2.4 Résistance hydrostatique :

La résistance hydrostatique du HDPE peut être calculée en utilisant la formule suivante :

$$\text{Sigma} = \frac{\text{MRS}}{C} \tag{2.2}$$

Dans cette formule, Sigma représente la résistance hydrostatique à long terme en MPa, MRS correspond à la contrainte minimale requise en MPa, et C'est le coefficient de sécurité.

Pour les applications de gaz, le coefficient de sécurité (C) est établi à 2,0, tandis que pour les applications d'eau, il est fixé à 1,25.

En utilisant cette formule, il est possible de déterminer la résistance hydrostatique du HDPE en fonction de la contrainte minimale requise et du coefficient de sécurité spécifique à l'application. Cette résistance hydrostatique est essentielle pour garantir la capacité du HDPE à résister aux pressions internes exercées par les fluides transportés, en assurant la sécurité et l'intégrité du système.

Il convient de noter que ces valeurs et coefficients de sécurité peuvent varier en fonction des réglementations et des normes spécifiques applicables à chaque situation. Il est donc important de se référer aux normes appropriées pour obtenir les valeurs précises et les coefficients de sécurité requis dans un contexte donné.

2.3 Dimensionnement du tube en polyéthylène (PE) :

Pour dimensionner le tube en polyéthylène (PE) (Figure 2.2), la formule de base utilisée est la formule de G. Lamé. Cette formule permet de déterminer l'épaisseur du tube en fonction de différents paramètres. Voici la formule :

$$e = \frac{p \cdot D}{(2 \cdot \sigma) + p} \quad (2.3)$$

Avec :

E : représente l'épaisseur du tube en question (mm).

P : correspond à la pression interne du fluide dans le tube (Pa).

D : est le diamètre extérieur du tube mm

σ : est la contrainte de traction admissible du matériau (MPa).

En utilisant cette formule, il est possible de calculer l'épaisseur requise du tube en polyéthylène en prenant en compte la pression interne, le diamètre extérieur et la contrainte de traction admissible du matériau. Cela permet de s'assurer que le tube a une épaisseur adéquate pour résister aux contraintes induites par la pression interne et garantir la sécurité et la performance du système.

Il est important de noter que cette formule de dimensionnement est une formule générale et que d'autres facteurs peuvent également influencer le dimensionnement final du tube en fonction des exigences spécifiques de l'application et des normes en vigueur.

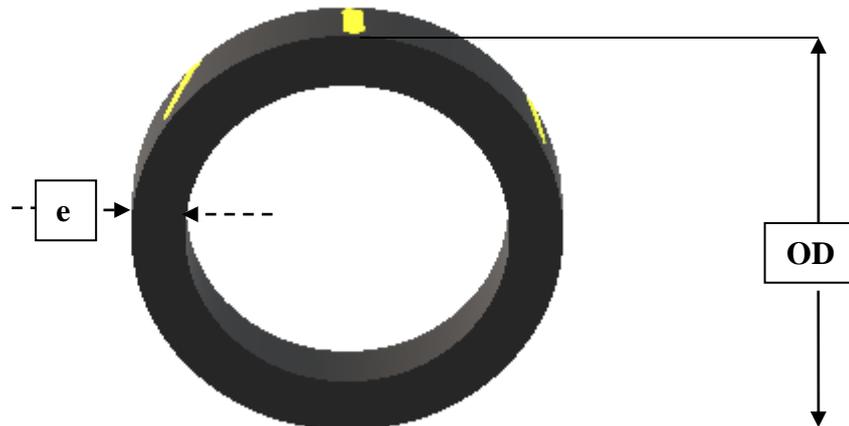


Figure 2.2 : Exemple des dimensions des tubes HDPE-100.

2.3.1 Usinage du Tube préparation des éprouvettes d'essai :

Dans le but d'étudier les propriétés mécaniques localement c'est à dire à travers la paroi du tube des filaments réguliers sont usinés par grugeage. L'idée est d'obtenir représenté le copeau continu qui représente la matière formant l'épaisseur du tube de la surface de la surface externe (diamètre extérieur) jusqu'à la surface interne (diamètre interne) (figure 2.3).

L'usinage des polymères diffère considérablement de l'usinage des aciers en raison de leurs structures et de leurs propriétés de ductilité très élevées. Ces différences rendent l'usinage des polymères plus difficile et nécessitent des compétences et des techniques spécialisées.

Les polymères ont une structure moléculaire différente de celle des aciers. Ils sont constitués de longues chaînes polymériques, ce qui les rend plus flexibles et moins rigides que les matériaux métalliques. Cette flexibilité accrue rend l'usinage des polymères plus complexe, car ils ont tendance à se déformer plus facilement sous les forces de coupe.

De plus, les polymères présentent une ductilité élevée, ce qui signifie qu'ils ont une grande capacité à se déformer sans se rompre. Cette caractéristique peut rendre difficile la réalisation de coupes précises et nettes lors de l'usinage des polymères. Les matériaux polymères ont

également tendance à produire des copeaux plus longs et plus collants, ce qui peut entraîner des problèmes d'enlèvement des copeaux et des risques d'encrassement des outils.

Par conséquent, l'usinage des polymères nécessite des outils spécifiques adaptés à ces matériaux. Les outils de coupe utilisés pour l'usinage des polymères sont souvent fabriqués en carbure de tungstène, qui présente une résistance à l'usure et des performances de coupe élevées. Ces outils sont conçus pour minimiser les forces de coupe et réduire les risques de déformation ou d'endommagement des pièces en polymère.

La préparation et la fixation du tube en HDPE revêtent une importance capitale pour réduire les sources de vibrations. Afin d'obtenir un centrage parfait, le tube est solidement fixé sur le tour à l'aide du montage spécial (figure 2.3).

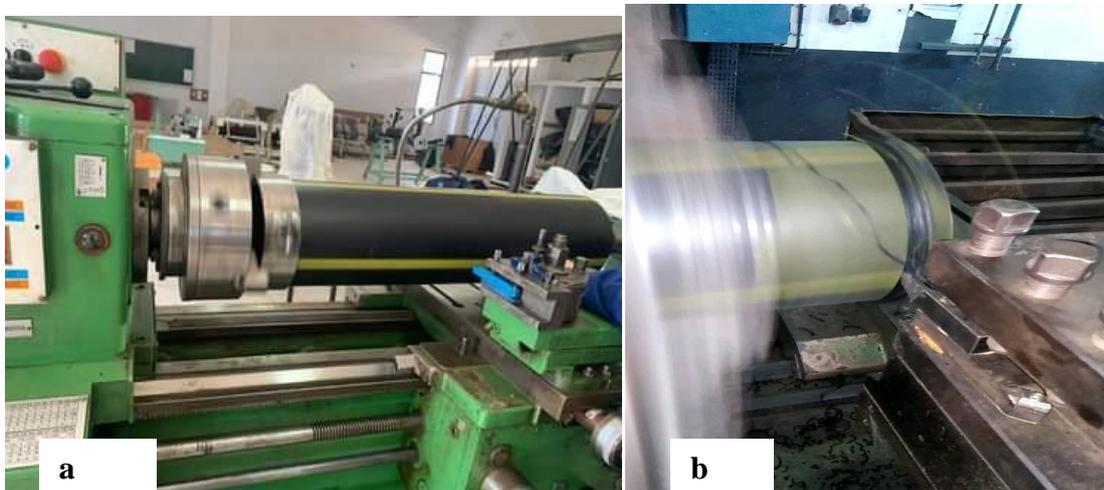


Figure 2.3 :(a) Montage expérimental d'usinage, (b) obtention de filament. [24]

Pour l'usinage des éprouvettes en HDPE, un outil de grugeage d'une largeur de 4 mm, doté d'une partie active en arrête de coupe, a été utilisé. Cet outil, à tranchant unique, est à la fois un outil de tournage et de rabotage. Le procédé de fabrication consistait à réaliser une gorge dont la profondeur correspondait approximativement à l'épaisseur du tube. Ainsi, un filament d'une longueur considérable, dépassant les 16 mètres, avec une épaisseur de 0,4 mm, a été obtenu. La surface était lisse et la géométrie régulière (voir Figure 2.3).

Les conditions d'usinage suivantes ont été appliquées : une vitesse de coupe V_c de 180 tr/min, une profondeur de passe a_p de 4 mm et une avance de 0,125 mm

La (figure 2.4) illustre de manière représentative les étapes de l'opération d'usinage des filaments. Dans le schéma (a), on peut voir les anneaux qui servent de pièces à usiner. Le schéma (b) représente l'outil de coupe utilisé lors de l'opération, tandis que le schéma (c)

montre la position de l'outil par rapport à l'anneau pendant l'usinage. Ces schémas fournissent une visualisation claire des différents éléments impliqués dans le processus d'usinage des filaments.

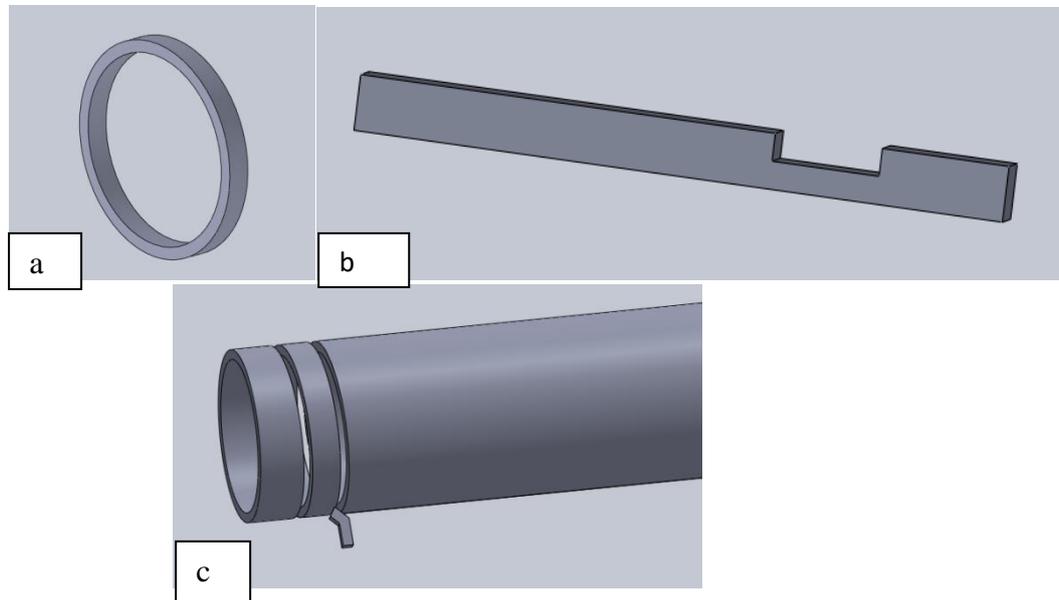


Figure 2.4 : schéma représentatif d'opération d'usinage des filaments (a) anneau, (b) outil de coupe, (c) position de l'outil avec l'anneau.

Le **Tableau 2.3** présente en détail les différentes couches qui composent l'épaisseur de la paroi du tube, ainsi que la couche perdue lors de l'opération d'usinage. La première colonne de la table indique les couches de la paroi du tube, numérotées de 1 à 28. Chaque couche correspond à une épaisseur spécifique de matériau dans la paroi du tube.

La deuxième colonne présente le diamètre de chaque couche, la troisième colonne indique la longueur de chaque couche et la quatrième colonne représente le nombre d'éprouvette pour chaque couche en divisant la longueur par 120, de tel sorte la logeuse utile de l'éprouvette est de 40mm en laissons les (40mm x2) pour le maintien de l'éprouvette dans les deux mord de la machine.

Tableau 2.3 : Tube HDPE-100 GAZ Dext : 200mm Epaisseur : 11,4.

N° de la couche	Diamètre de l'extérieure vers l'intérieure	Longueur de la couche	Nbre prvts	Observations
1	198	621,72	5	Perdues (usage)
2	197,2	619,208	5	
3	196,4	616,696	5	
4	195,6	614,184	5	
5	194,8	611,672	5	
6	194	609,16	5	
7	193,2	606,648	5	
8	192,4	604,136	5	
9	191,6	601,624	5	
10	190,8	599,112	5	
11	190	596,6	5	
12	189,2	594,088	5	
13	188,4	591,576	5	
14	187,6	589,064	5	
15	186,8	586,552	5	
16	186	584,04	4	
17	185,2	581,528	4	
18	184,4	579,016	4	
19	183,6	576,504	4	
20	182,8	573,992	4	
21	182	571,48	4	
22	181,2	568,968	4	
23	180,4	566,456	4	
24	179,6	563,944	4	Perdues (usage)
25	178,8	561,432	4	
26	178	558,92	4	
27	177,2	556,408	4	
28	176,4	553,896	4,6158	

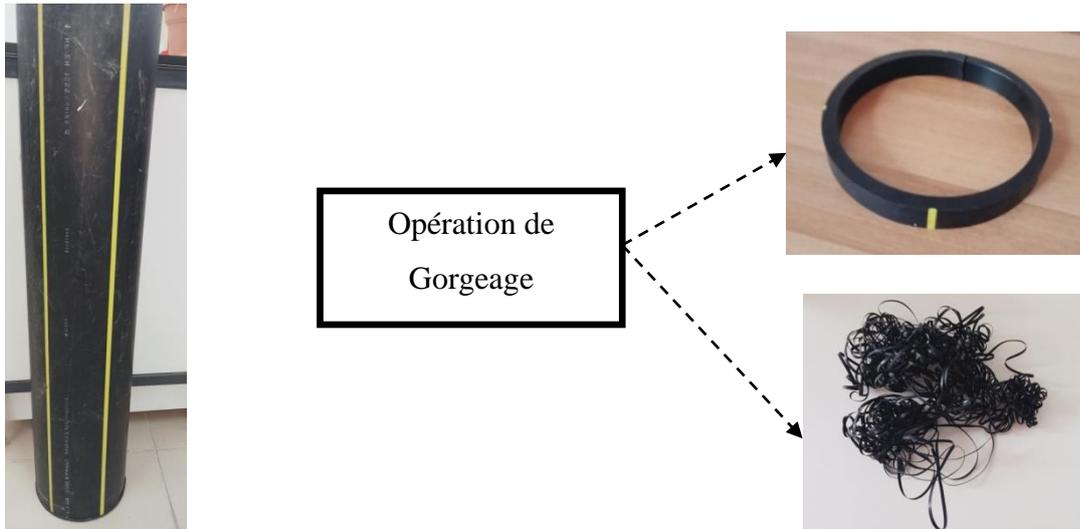


Figure 2.5 : (a) anneau, (b) filament représentant l'épaisseur de l'anneau.

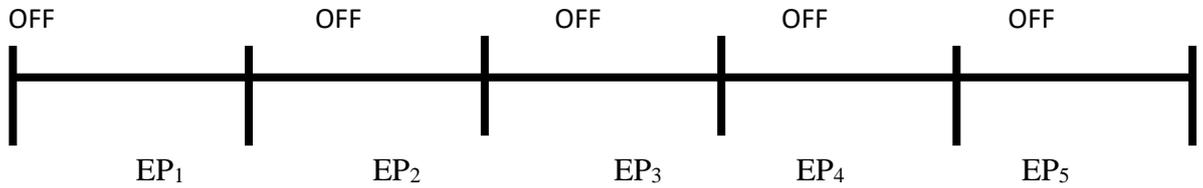
La première étape après l'usinage était la numérotation, Nous avons numéroté toutes les éprouvettes une à une avec par un trou (représente l'éprouvette N°1) deux trous (éprouvette 2) jusqu'à l'éprouvette numéro 5, Ensuite, nous avons mesuré à l'aide d'un pied à coulisse toutes les dimensions demandées dans le protocole établis, en particulier l'épaisseur et la largeur,

Le dispatching en groupes a été fait selon les durées d'immersion considérées sont 7j, 28 jours, Un groupe d'éprouvettes témoins de référence est laissé à part pour les essais à l'air libre (as-received) de chaque lot schéma sur la (figure 2.6).

LOT 1 : Extérieur :

Les couches (1, 2, 3,4) sont perdues lors de l'usinage :

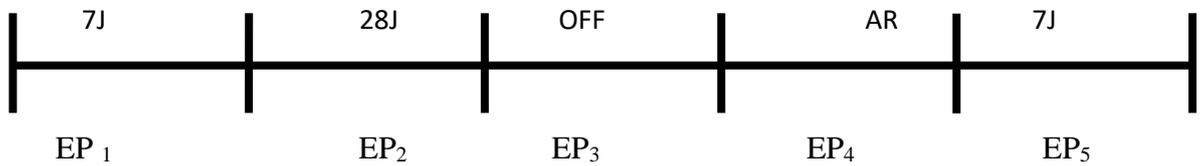
Couche 5:



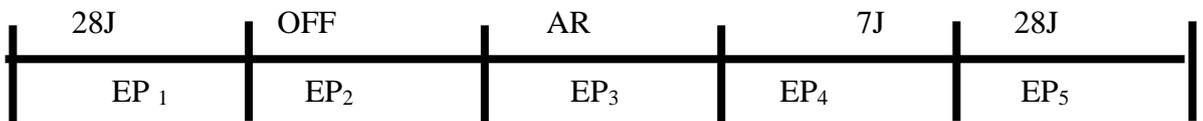
Couche 6:



Couche 7:



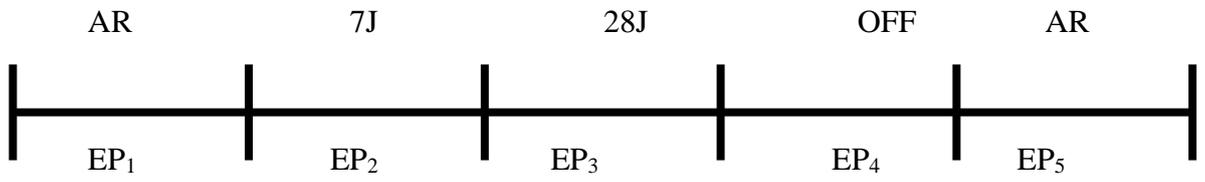
Couches 08:



Les couches (9, 10,11 et 12) ne sont pas testées

LOT 3: Couche median:

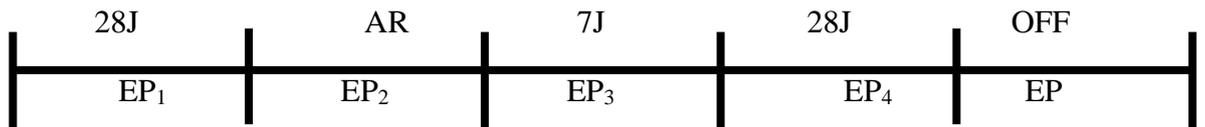
Couches 13:



Couches 14:

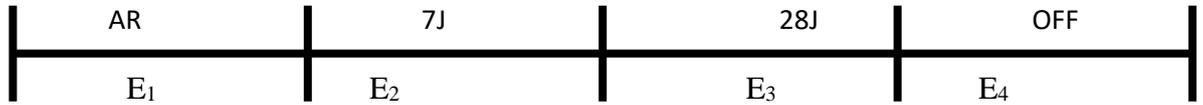


Couches 15:

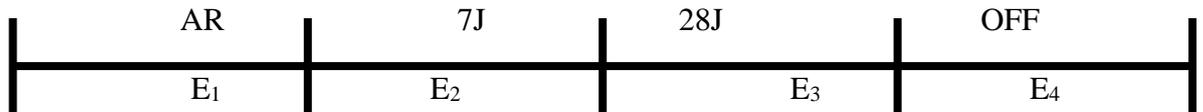


LOT 5: Couche interne:

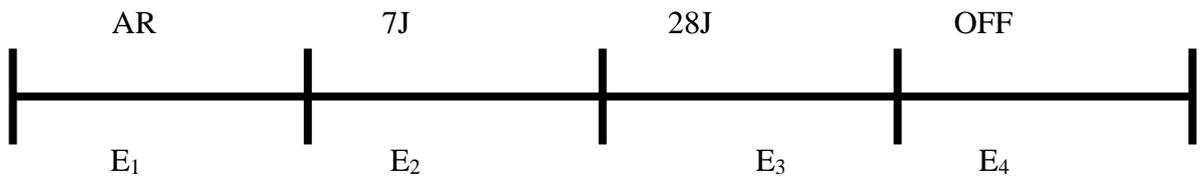
Couche 20:



Couche 21:



Couche 22 :



Couche 23 :

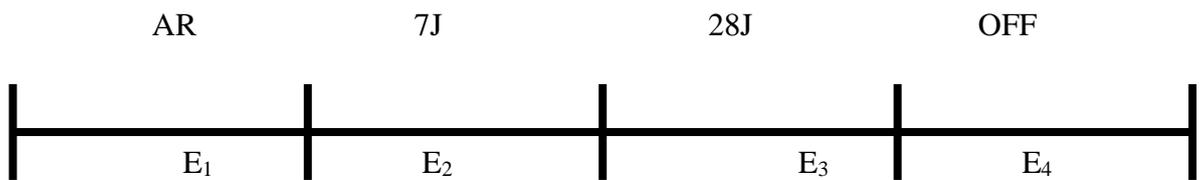


Figure 2.6 : Schéma représentatif de la méthode de dispatching des éprouvettes du filament.

2.4 Préparation des milieux :

2.4.1 Mesure de pH :

Le milieu de vieillissement est une solution de 20% d'acide chloridrique HCl (table 2,4) préparé dans laboratoire LR3MI, la solution considérée dans cette étude a été soumise à la mesure du pH en utilisant un pH mètre de marque BOECO pH mètre Type BT 600 (Germany)(Figure2.7), Cette opération a été faite pour caractériser l'acidité ou bien, en d'autres termes, l'agressivité du milieu.



Figure 2.7 : Dispositif pour la mesure du pH de l'environnement considéré.

Table 2.4 : Caractéristiques de milieu de conditionnement.

Milieu	Formule chimique	Fabricant	Concentration	PH
Acid (HA) Hydrochloric	HCl	Carlerba Reagents (France)	20%	0,5

Avant immersion, toutes les éprouvettes ont été pesées avec UNE balance de de précision 10^{-3} g (figure 2.8 a), L'immersion a été faite dans des tube *ecbu* scellées (figure 2.8 c) et mises sous hotte pour la sécurité des personnes, A la date précise de retrait (après vieillissement), les éprouvettes désignées sont retirées et repesées ensuite conditionnées pour la suite des essais mécaniques, Le processus de pesée après retrait est étalé sur plusieurs heures dans le but d'investiguer le phénomène de la désorption.

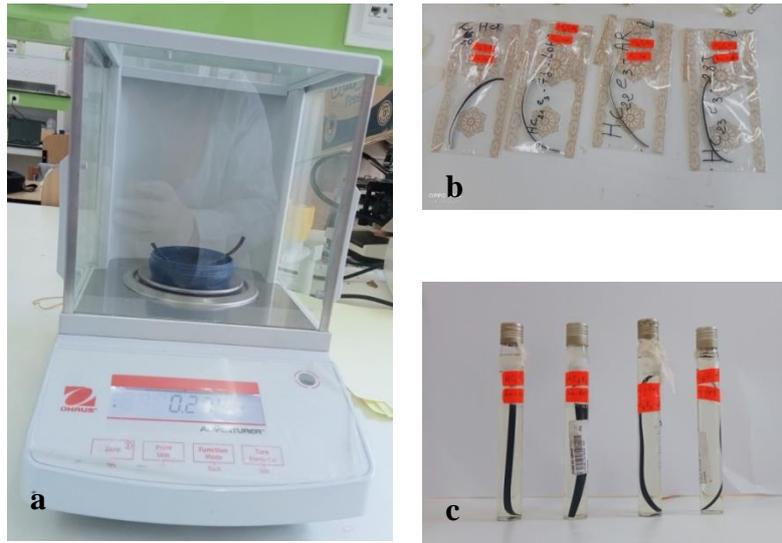


Figure 2.8 : (a) Balance de précision, (b) éprouvettes avant immersion, (c) éprouvette immergée dans la solution 20% HCl.

2.5 Essais de sorption :

Une campagne d'essais de sorption a été planifiée pour différentes périodes, Des échantillons de dimensions (~10x11x24 mm³), sont pris directement de tube en HDPE (figure 2.9), immergé dans le milieu cité antérieurement (HCL 20%), pesés à des intervalles de temps réguliers, cette procédure est soigneusement planifiée afin de perturber le moins possible, le



Figure 2.9 : Spécimens pour tests de sorption.

processus de sorption, Cette procédure consiste à retirer l'échantillon 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, avec une limite de 220 g et une précision de 0,01 mg, de laboratoire de recherche LR3MI – Annaba, Algérie, ensuite le replonger dans le pénétrant à nouveau, en fermant le récipient

d'immersion, Le temps nécessaire à l'ensemble de la procédure était compris entre 10 - 30 s, un tel interval de temps ne perturbe pas le processus de sorption, Dix échantillons sont testés,

2.6 Traction uniaxiale :

Les propriétés mécaniques dérivées d'un essai de traction peuvent nous renseigner sur les performances du matériau étudié, L'évolution du comportement mécanique à travers la paroi pipe en HDPE pipe, en fonction de milieu d'immersion, est évaluée par un essai de traction uniaxiale qui consiste à placer une éprouvette du matériau à tester, entre deux mors de la machine de traction puis à appliquer une contrainte jusqu'à la rupture de l'éprouvette, Cet essai permet de mesurer le degré de résistance à la rupture pour des éprouvettes immergées dans des liquides agressifs pendant 7 et 128 jours,

Les essais ont été effectués sur une machine de traction est de type ZWICKI munie d'une cellule de force de 5 kN qui convient aux plastiques, pilotée par un logiciel test expert, Les essais sont effectués à température ambiante avec une vitesse de 50 mm/min (figure 2.10).



Figure 2.10 : Machine d'essais de traction pilotée par ordinateur.

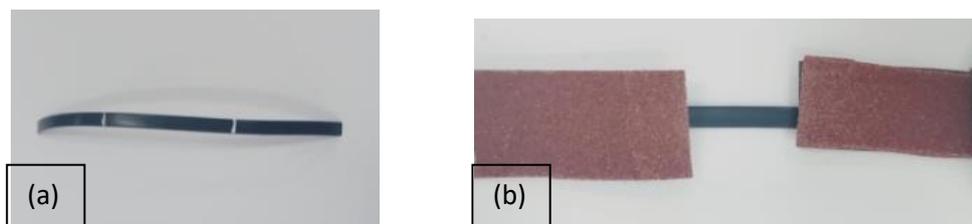


Figure 2.11 : (a) éprouvette filament ; (b) éprouvette renforcée aux extrémités.

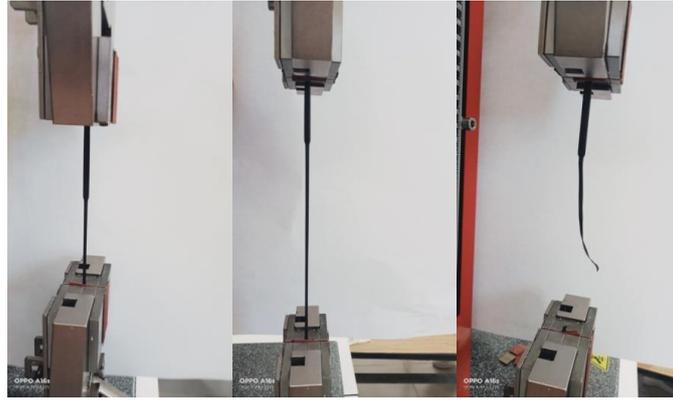


Figure 2.12 : Différentes étapes de l'étirement de l'éprouvette filament.

L'effort appliqué F est créé par pression transmise à un Piston. Dans le cas où la machine d'essai comporte un mécanisme enregistreur, on obtient après l'essai de l'échantillon un diagramme représentant la relation entre les efforts F et les allongements ΔL 'F=f(ΔL) tracé à une échelle déterminée sur une feuille de papier et qu'on appelle diagramme "efforts-allongements".

La figure 2.12 illustre une courbe contrainte-déformation typique délivrée par le rapport du logiciel TestXpert[®] pour une couche composée dans ce cas de trois éprouvettes. Trois zones

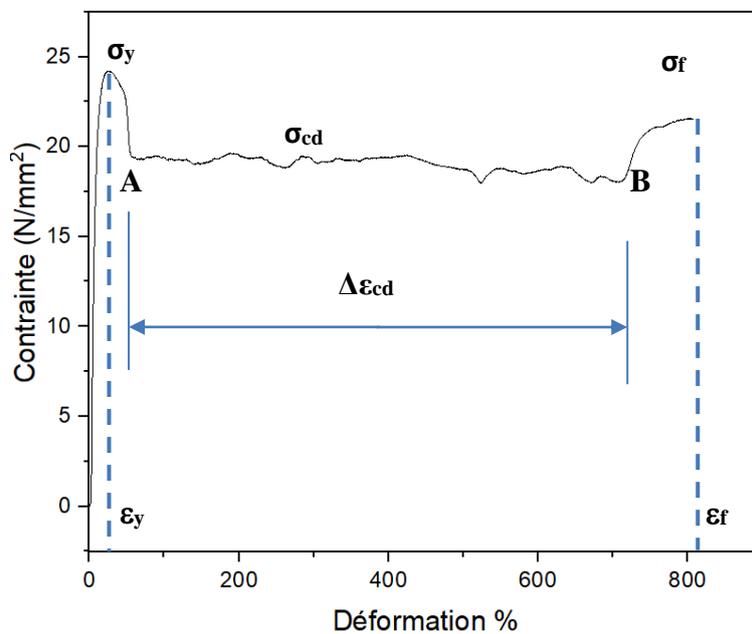


Figure 2.13 : Courbes σ - ϵ nominale présentant les points caractéristiques de l'étude.

distinctes caractérisent le comportement : (1) une région élastique linéaire, (2) une région d'étirage à froid enserrée entre les points A et B (qui présente pour cette couche plus de 500 %

de déformation), et (3) une rupture ultime du matériau couplée avec échec, Cette courbe identifie intrinsèquement le comportement des polymères semi-cristallins, qui sont normalement plus ductiles, notamment entre la température de transition vitreuse et la température de fusion, et subissent un étirage à froid avant rupture ultime. Des observations minutieuses ont indiqué que l'étirage à froid a commencé juste après la limite d'élasticité et avant le point A (Figure 1.13). Après le point B, l'écrouissage a eu lieu et la contrainte a augmenté jusqu'à ce que les blocs de cristal s'alignent parallèlement la direction d'étirement lorsqu'une structure fibrillaire était formée.

CHAPITRE 3 :

COMPORTEMENT MECANIQUE DE FILAMENTS HDPE VIEILLIS

DANS L'ACIDE CHLORHYDRIQUE

3.1 Introduction :

Ce chapitre vise à présenter deux types de résultats tels que décrits dans le chapitre 2. Dans la première partie, nous présentons les résultats de la sorption de HCl 20% par le HDPE. Ensuite, nous présentons les résultats des essais de traction sur des filaments usinés à partir d'un tube HDPE. Le schéma de travail est indiqué dans la Figure 3.1.

Pour des raisons de comparaisons et de suivi de l'absorption et de l'évolution des propriétés mécaniques des échantillons de références appelés « As received » (AR) sont préparés. Ils n'ont pas été exposés à aucun environnement autre que l'air. Cette condition de référence est aussi utilisée pour identifier les effets observés après le vieillissement pour des durées de 7j et de 28j.

Il est à noter que l'un des objectifs de cette étude est d'examiner l'effet des agents agressifs sur les propriétés physiques. Les éprouvettes du filament sont conditionnés dans des tubes à essai (ECBU) et peuvent être facilement distingués avec des étiquettes. D'autre part, une solution de HCl à 20 % influence négativement les propriétés mécaniques du HDPE lorsqu'il y a contact. L'effet dépend aussi de la durée de contact.

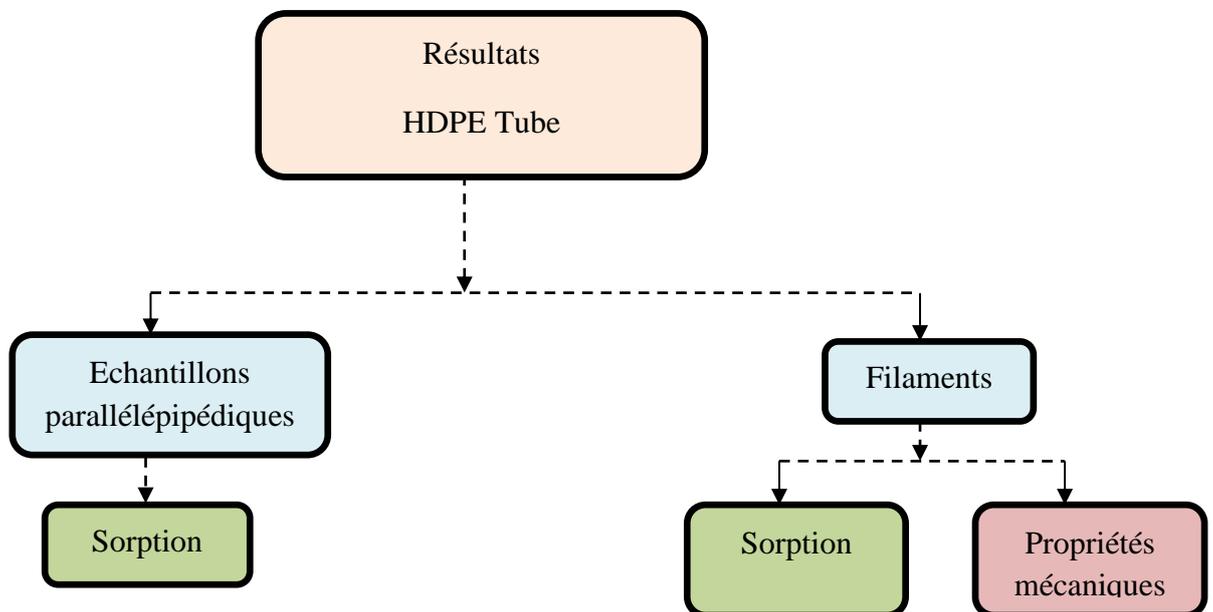


Figure 3.1 : Schéma de présentation et d'analyse des résultats.

3.2 Résultats :

Dans cette section, 2 types d'essais qui sont l'absorption et les essais de comportement mécanique sont présentés.

3.2.1 Sorption :

L'absorption est un phénomène ou un processus, impliquant des principes physiques et chimiques, par lesquels des molécules ou des ions pénètrent dans une phase de la matière quel que soit son état (gaz, liquide ou solide). Ce phénomène diffère de l'adsorption en ce sens que les espèces adsorbées restent à la surface. En revanche, les espèces absorbées pénètrent à l'intérieur de la phase (c'est-à-dire plus profondément dans le volume). La sorption est donc la rétention d'une espèce par une substance. L'absorption et la sorption sont parfois appelées collectivement sorption.

La méthode utilisée pour analyser les résultats de cette étude est basée sur la différence entre la masse initiale et la masse après immersion. Les résultats sont traités à l'aide de l'équation suivante :

$$\frac{\Delta m}{m_0} = \frac{m_t - m_0}{m_0} \quad (1)$$

Où les indices t et 0 désignent respectivement l'état final au temps t et l'état initial (avant l'immersion). Le rapport de cette variation de masse est exprimé en pourcentage. La durée nécessaire à la mesure de m_t après l'enlèvement fait l'objet de nombreux débats.

La **Figure 3.2** présente la mise en route des essais d'absorption du HCl par le HDPE. Les éprouvettes utilisées sont soit de forme parallélépipédique (P) ou de filaments (F) de longueur 120 mm.



Figure 3.2 : Conditionnement des éprouvettes pour les tests de sorption.

3.2.1.1 Cas des parallélépipèdes :

Les éprouvettes P prélevées sont de dimension $10 \times 11 \times 24 \text{ mm}^3$. Elles sont vieilles dans une solution de HCl 20% à différentes périodes (7, 14, 21 et 30 jours). Le phénomène de sorption observé est illustré dans la **Figure 3.3**.

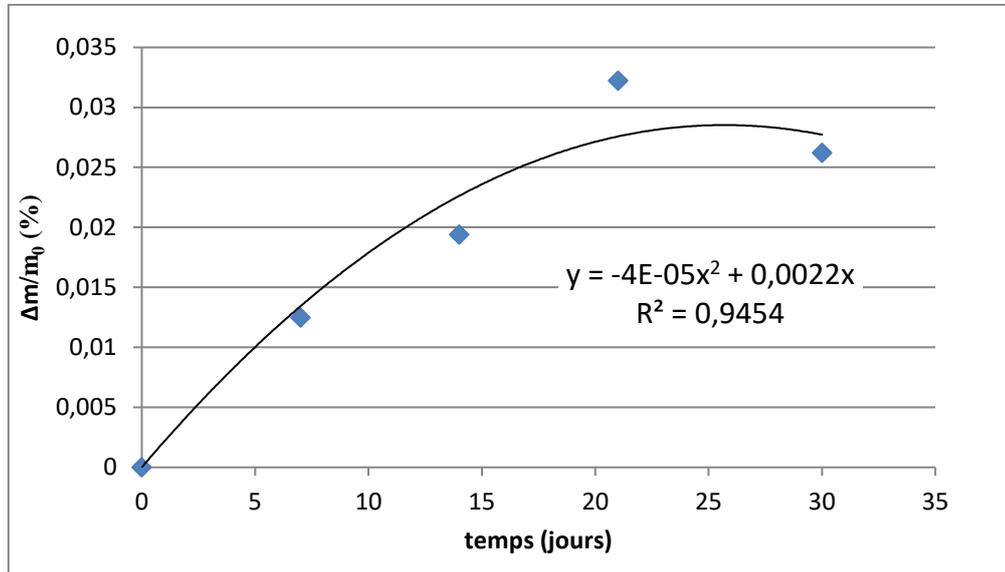


Figure 3.3 : Sorption de HCl par le HDPE (échantillons P) en fonction du temps.

3.2.1.2 Cas du Filament :

Après la préparation des éprouvettes (F) découpées du filament et immergées dans le milieu acide HCl, pour des périodes de (7 et 28 jours), la même méthode est utilisée pour traiter les résultats.

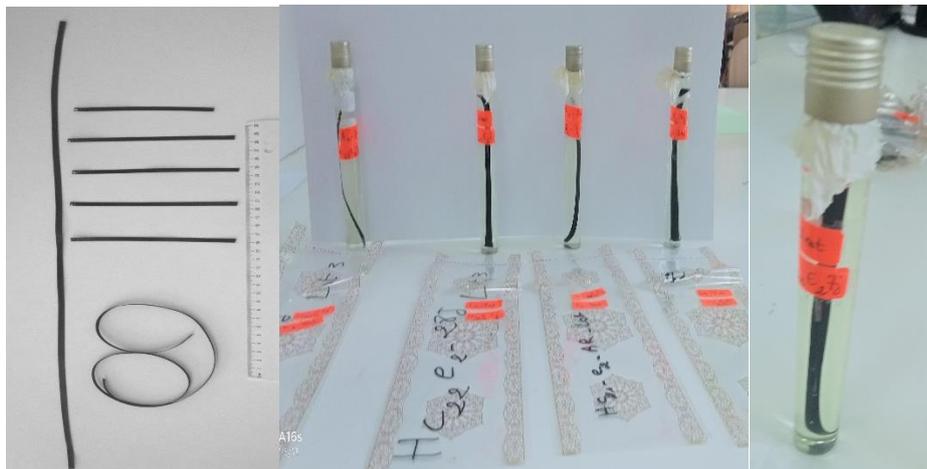


Figure 3.4 : Vues d'ensemble d'une couche et ses éprouvettes (F) et une éprouvette conditionnée dans le milieu HCl 20%.

Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau 3.1 :

Tableau 3.1 : Résultats obtenus après 7 jours d'immersion des filaments.

t/t ₀	Eprouvettes	m ₀ (g)	m _{t-7j} (g)	Δm/m ₀ , (%)
0,236	HC6E2_7J	0,262	0,26	0,0076336
0,273	HC7E1_7J	0,263	0,268	-0,019011
0,276	HC7E5_7J	0,264	0,263	0,0037879
0,315	HC8E4_7J	0,265	0,261	0,0150943
0,513	HC13E2_7J	0,268	0,268	0
0,513	HC14E1_7J	0,275	0,275	0
0,552	HC14E5_7J	0,256	0,256	0
0,592	HC15E3_7J	0,277	0,276	0,0036101
0,789	HC20E2_7J	0,273	0,273	0
0,828	HC21E2_7J	0,274	0,274	0
0,868	HC22E2_7J	0,28	0,28	0
0,907	HC23E2_7J	0,284	0,284	0

Le tableau 3.1 : donne le pourcentage d'absorption correspondant aux deux périodes considérées. Les résultats ne montrent pas d'absorption dans une période de 7 jours. Le **tableau 3.2** donne le pourcentage d'absorption correspondant aux deux périodes considérées. Les résultats indiquent aussi qu'il n'y a pas d'absorption pendant une période de 28 jours. Il faut retenir que la solution a probablement participé à l'affaiblissement de la résistance des échantillons, compte tenu du contact avec l'acide durant cette période.

Tableau3.2 : Résultats de 28 jours d'immersion des filaments dans HCL20%.

t/t ₀	Eprouvettes	m ₀ (g)	m _{t28j} (g)	Δm/m ₀ (%)
0,236	HC6E3_L1_28	0,262	0,261	0,00381679
0,273	HC7E2_L1_28J	0,263	0,262	0,00380228
0,276	HC6E_L1_28J	0,264	0,263	0,00378788
0,315	HC8E5_L1_28J	0,265	0,264	0,00377358
0,513	HC13E3_L2_28J	0,268	0,265	0,01119403
0,513	HC14E2_L2_28J	0,275	0,266	0,03272727
0,552	HC15E1_L2_28J	0,256	0,267	-0,0429688
0,592	HC15E4_L2_28J	0,277	0,268	0,03249097
0,789	HC20E3_L3_28J	0,273	0,269	0,01465201
0,828	HC21E3_L3_28J	0,274	0,27	0
0,868	HC22E3_L3_28J	0,28	0,271	0
0,907	HC23E3_L3_28J	0,284	0,272	0

Les résultats de sorption ne sont pas faciles à expliquer car il faut avoir les données sur la composition chimique exacte du matériau et les composants qui peuvent soit se dissoudre soit se détacher et passer en solution à cause de la présence du milieu désigné, par exemple l'acide chlorhydrique (HA) dans ce cas. Une discussion plus détaillée est donnée dans la partie des interprétations (Section 3.3.1). Les données expérimentales sont consignées dans les [Tableaux 3.1 et 3.2 de l'Annexe A](#).

3.2.2 Comportement mécanique de Filament :

Dans cette section, les courbes contraintes-déformations sont exposées pour les 3 cas d'étude (AR, 7j et 28j de vieillissement). Au début, les courbes de contraintes-déformation sont présentées par lot (1; 2; 3) et par éprouvette des couches sélectionnées pour le cas d'étude. En général, les couches sélectionnées restent dans les limites tracées des lots considérés.

3.2.2.1 As-Received :

La [figure 3.5](#) représente le comportement mécanique des éprouvettes AR (filaments non vieillis) pour les 3 lots (CE, CM et CI). Les couches étudiées sont les 6, 7, 13, 14, 15, 20, 21, 22 et 23. Cet arrangement dépend des éprouvettes disponibles dans la série d'essais réalisée. Il faut noter qu'une couche peut présenter jusqu'à 5 éprouvettes au total, mais réparties sur dans le lot et entre les cas AR, 7j, 28j et les éprouvettes mises en réserves appelées « OFF » dans le chapitre 2.

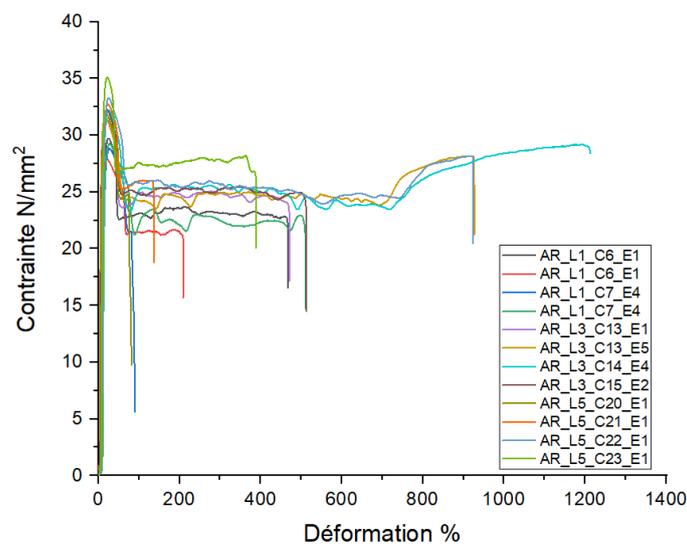


Figure 3.5 : Comparaison des courbes contrainte-déformation d'un filament non vieilli issu de l'ensemble de la paroi du tube HDPE (les couches externe, médiane et interne).

Couche externe (Lot 1) :

La **figure 3.5a** présente le comportement mécanique des éprouvettes des couches les plus externes.

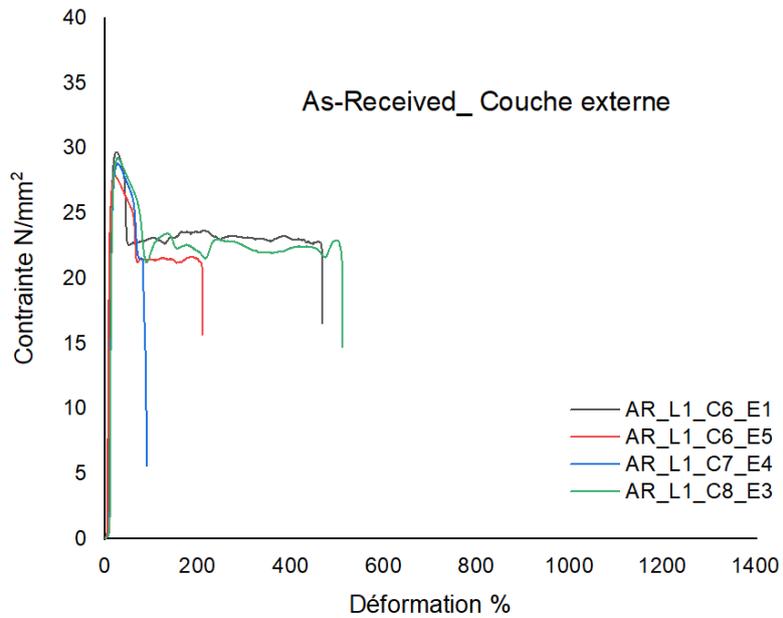


Figure 3.5a :AR-couche externe.

Couche médiane (lot 3) :

La figure 3.5b présente le comportement mécanique des éprouvettes des couches médianes.

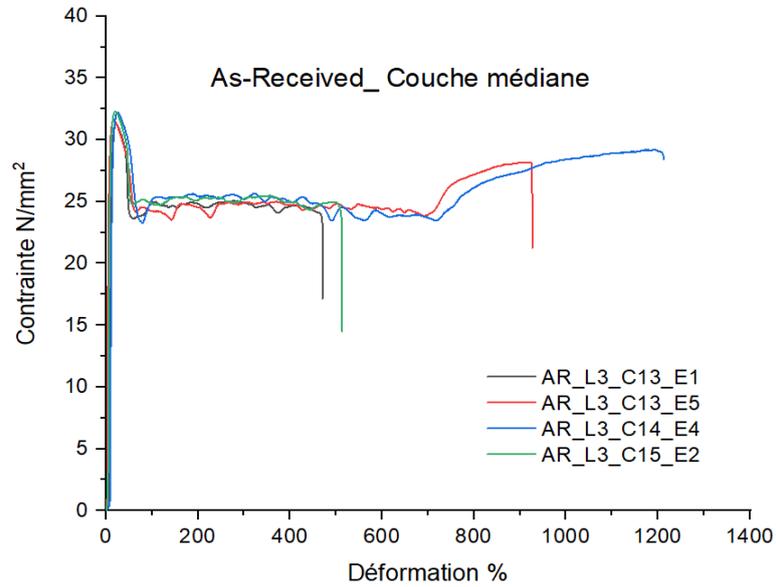


Figure 3.5b : AR-couche médiane.

Couche interne (lot 5) :

La figure 3.5c présente le comportement mécanique des éprouvettes des couches les plus internes.

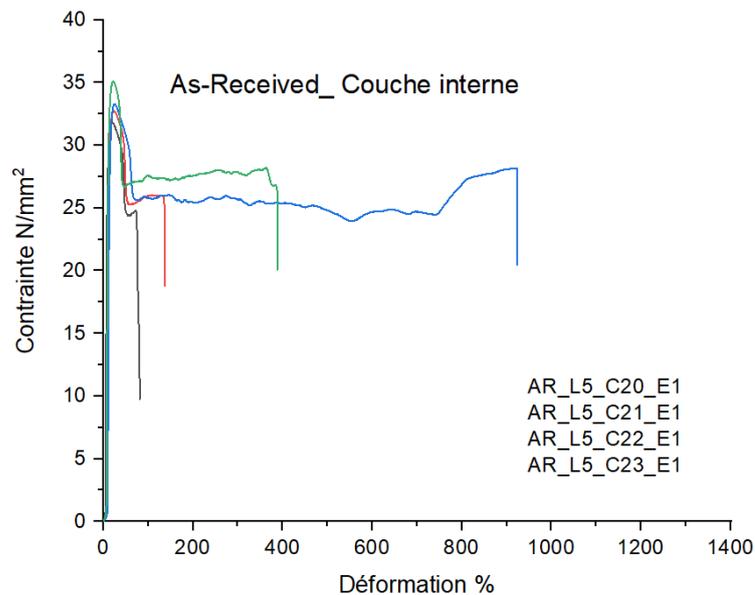


Figure 3.5c : AR-couche interne.

3.2.2.2 Cas des Eprouvettes Vieillies 7j :

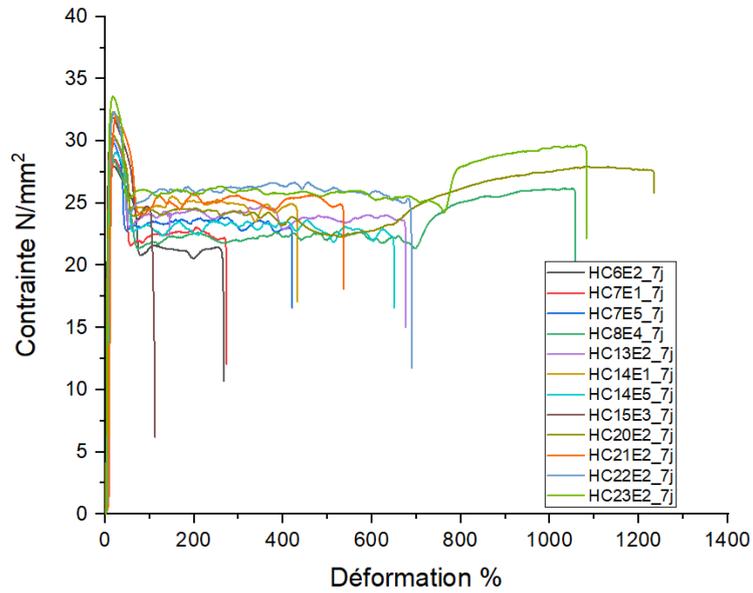


Figure 3.6 : Comparaison des courbes de contrainte-déformation d'un filament issu d'un tube HDPE vieilliss dans HCl 20% pendant 7 jours, (les couches externe, médiane et interne).

Couche externe (lot 1) :

La figure 3.6a présente le comportement mécanique des éprouvettes des couches les plus externes.

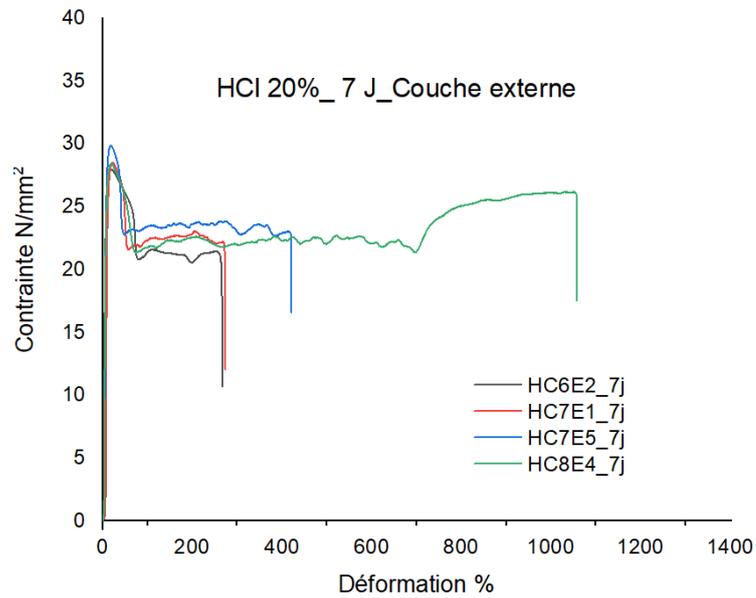


Figure 3.6a HCl20%-7j-couche externe.

Couche médiane (lot 3) :

La figure 3.6b présente le comportement mécanique des éprouvettes des couches médianes.

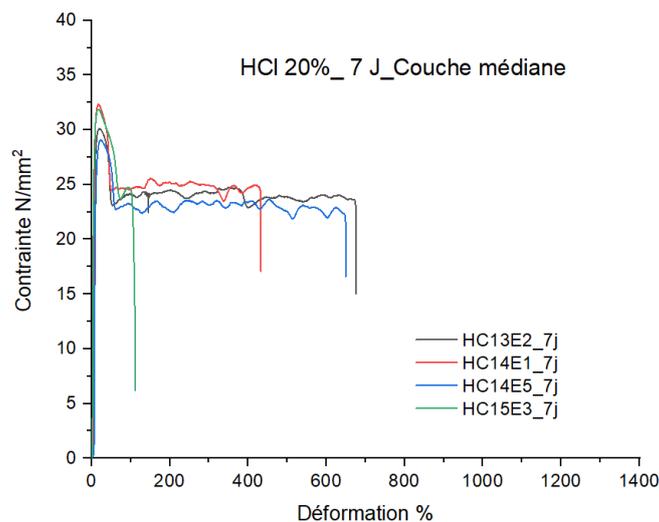


Figure 3.6b : HCl20%-7j-couche médiane.

Couche interne (lot 5) :

La figure 3.6c présente le comportement mécanique des éprouvettes des couches internes.

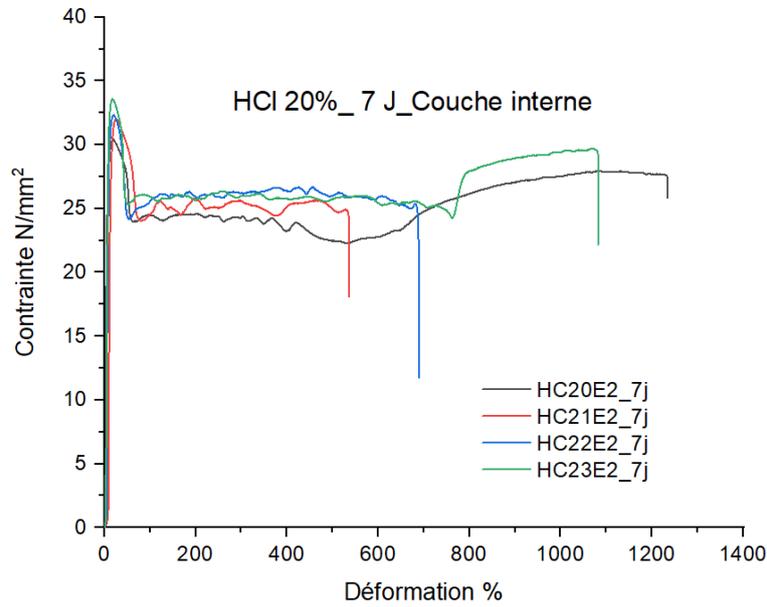


Figure 3.6c : HCl20%-7j-couche interne

3.2.2.3 Cas Epreuve Veilles 28j :

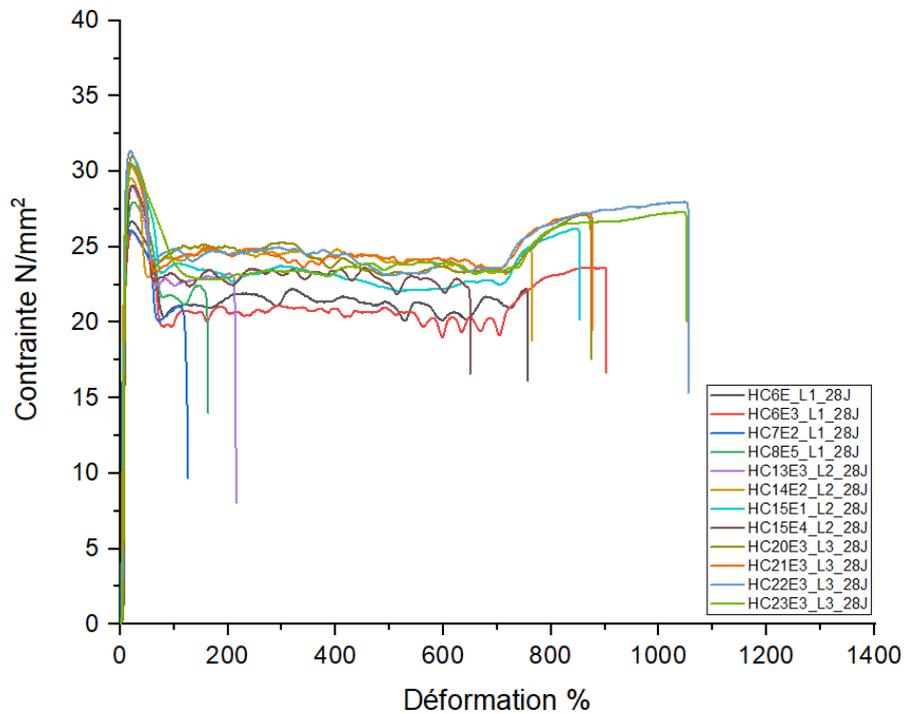


Figure 3.7 : Comparaison des courbes de contrainte-déformation d'un filament issu d'un tube HDPE vieilli dans HCl 20% pendant 28 jours, (les couches externe, médiane et interne).

Couche externe (lot 1) :

La figure 3.7a présente le comportement mécanique des éprouvettes des couches les plus externes.

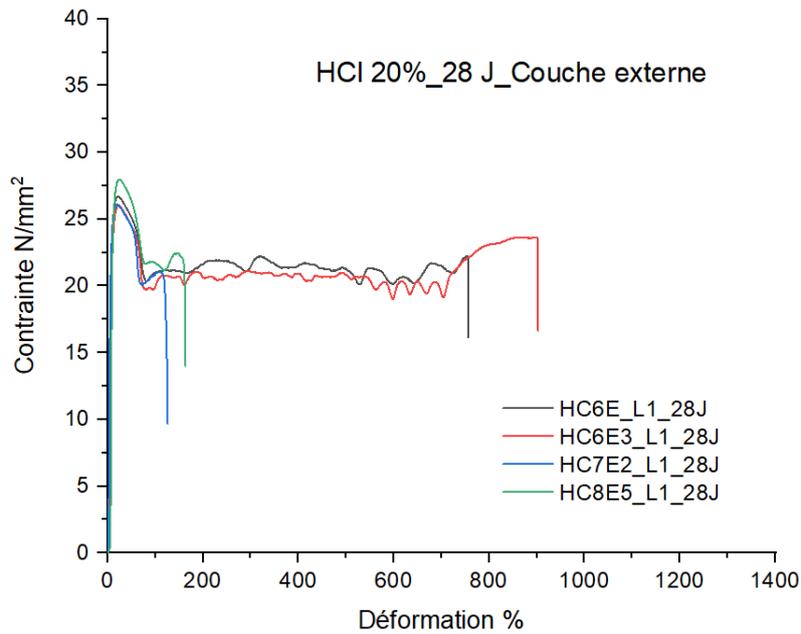


Figure 3.7a : HCl 20%, 28j-couche externe.

Couche médiane (lot 3) :

La figure 3.7b présente le comportement mécanique des éprouvettes des couches médianes.

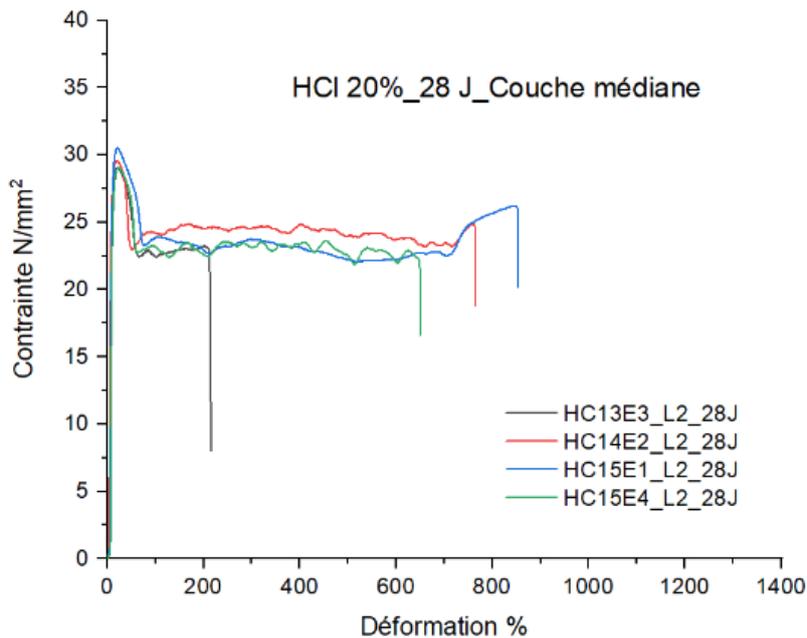


Figure 3.7b : HCl 20%, 28j-couche médiane.

Couche interne (lot 5) :

La figure 3.7c présente le comportement mécanique des éprouvettes des couches les plus internes.

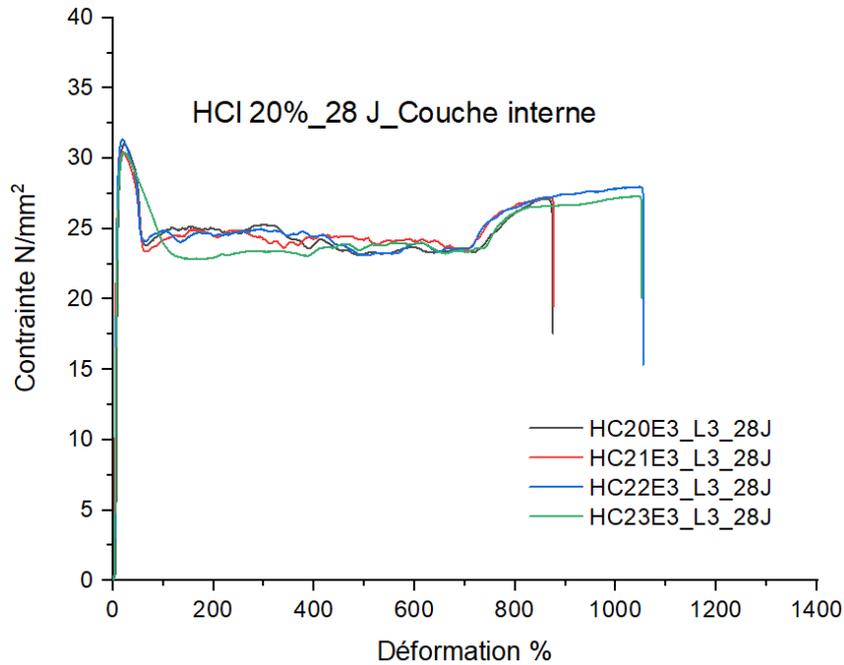


Figure 3.7c : HCl 20%28j-couche interne.

3.3 Discussions

Cette section donne les premières interprétations des résultats présentés auparavant. Il s'agit de la sorption et du comportement mécanique des filaments testé sous la mode traction.

3.3.1 Analyse des résultats de l'absorption

Dans le premier cas, celui des éprouvettes parallélépipédiques (P), l'absorption du HCl est croissante dans le temps. Elle a atteint un maximum de 0,032% à t=20j et elle commence à diminuer à partir de t=30j (valeur lue= 0,026 %). En pratique cette courbe pour HCl peut diminuer jusqu'à zéro ; c'est le phénomène de la désorption. La courbe de tendance est de la forme :

$$\frac{\Delta m}{m_0} = -4 \cdot 10^{-5} t^2 + 0.0022 t \quad R^2=0,95 \quad (2)$$

Dans le cas des filaments, l'absorption est restée nulle car les filaments sont de masses réduites et le phénomène d'absorption-désorption est négligeable. Le HCl est en contact avec le HDPE mais n'est pas retenu pour faire changer la masse. Il faut retenir que l'effet du HCl sur le HDPE reste important. Ce que nous devons rechercher lors de l'étude du comportement mécanique.

Pour les éprouvettes P, à 7 jours, l'absorption du HCl par le HDPE n'est pas significative (0,012%), alors qu'après 21 jours, les éprouvettes ont pris suffisamment de liquide (jusqu'à 0,032%), mais après 28 jours le % de la masse absorbée diminue pour atteindre une valeur de 0,026%.

Par contre, les éprouvettes du filament (F) n'ont pas montré d'absorption significative détectable avec une balance de 10^{-3} g de précision. Les résultats enregistrés sont nuls à 7j et à 28 jours. Il faut faire attention en termes d'interprétation car des valeurs nulles ne veulent pas dire que le matériau HDPE n'a subi des effets sur sa structure ou ses propriétés. Aussi, le phénomène de la sorption avec les acides comporte à la fois une absorption (IN : entrée) et une désorption (OUT : sortie). Dans ce cas précis, la taille et la masse des éprouvettes sont très différentes et cette donne influence beaucoup les résultats. L'adsorption des éprouvettes F est n'est pas un objectif immédiat pour cette étude, le but est d'étudier l'effet du vieillissement du HDPE sur les propriétés mécaniques et à travers la paroi du tube.

3.3.2 Module de Young (Module d'élasticité)

Cette propriété mécanique est calculée pour chacune des courbes contrainte-déformation obtenues. La méthode de la sécante est utilisée par le logiciel TestXpert©. Dans la Figure 3.8, le module E (MPa) est tracé en fonction de l'épaisseur adimensionnelle (t/t_0) et en fonction de durée de vieillissement (7j et 28j).

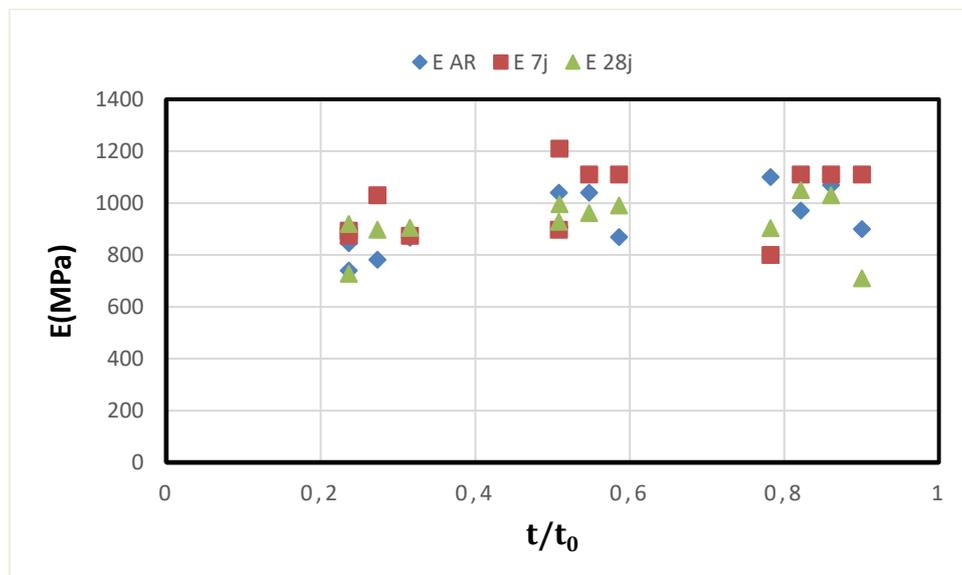


Figure 3.8: module de Yonug en fonction de t/t_0 .

Le cas AR est présenté comme une référence pour estimer l'intensité du vieillissement subi par les éprouvettes. Il est noté que les la durée de 7j donne des E important quel que soit le lot (E, M, I). L'ordre trouvé est le suivant :

Pour $0,236 < t/t_0 < 0,315$: $E(7j) > E(28j) > E(AR)$

Pour $0,508 < t/t_0 < 0,586$: $E(7j) > E(28j) > E(AR)$

Pour $0,782 < t/t_0 < 0,9$: $E(7j) > E(AR) > E(28j)$

Dans la littérature, la couche interne est généralement plus cristalline et donc plus résistante. Cependant dans ce travail, les données expérimentales montrent que le cas 7J est doté de valeurs de E plus importantes que AR pour CE, CM et CI. Dans CI, les valeurs de E de AR sont plus grandes de que ceux de 28J. Il est clair que ce cas nécessite une attention particulière pour chercher une explication. En somme, il faut aussi retenir que les valeurs moyennes de E sont aussi relativement proches :

CE : AR (808,25 MPa) ; 7j (917,75 MPa) et 28j (862 MPa).

CE : AR (964 MPa) ; 7j (1081,75 MPa) et 28j (969 MPa).

CE : AR (1010,25 MPa) ; 7j (1032,5 MPa) et 28j (923,5 MPa).

L'effet de la durée est prononcé lors du cas 7 j par rapport à 28j quel que soit le lot (E, M, I). La dispersion reste acceptable pour les dimensions utilisées.

3.3.3 contraintes σ_y , déformation ϵ_y :

Le point caractéristique étudié ici est représenté par les coordonnées (σ_y, ϵ_y) . C'est le point qui donne les limites élastiques des courbes $(\sigma-\epsilon)$.

En premier, la limite élastique σ_y est présentée dans la Figure 3.9 en fonction de t/t_0 . Dans tous les cas (Lots 1, 3 et 5), le HDPE non vieilli donne des valeurs de la limite élastique plus grandes que ceux vieillis à 7 et 28j.

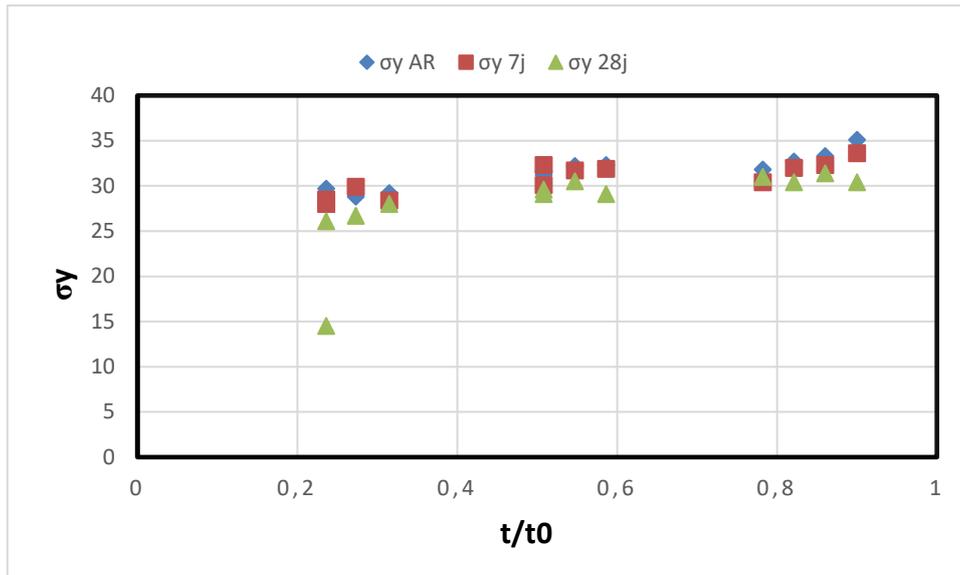


Figure 3.9: σ_y en fonction de t/t_0

Ceci veut dire que le HCl dégrade cette propriété et que la dégradation est plus importante avec le temps (28j). A 7 jours, la limite élastique diminue par rapport à AR et reste au-dessus des valeurs de 28 j. Cependant, les variations sont grandes. Il est encore confirmé que les couches les plus résistantes sont dans le lot 5 c'ad du côté interne. La tendance n'est très exprimée pour les 7 et 28 j dans le lot 5. L'ordre est le suivant :

Pour $0,265 < t/t_0 < 0,315$: $\sigma_Y(AR) > \sigma_Y(7j) > \sigma_Y(28j)$

Pour $0,508 < t/t_0 < 0,586$: $\sigma_Y(AR) > \sigma_Y(7j) > \sigma_Y(28j)$

Pour $0,782 < t/t_0 < 0,9$: $\sigma_Y(AR) > \sigma_Y(7j) > \sigma_Y(28j)$

En second lieu, la déformation au point limite ϵ_y est présentée dans la Figure 3.10 en fonction de t/t_0 . Dans tous les cas (Lots 1, 3 et 5), le HDPE non vieilli donne des valeurs de la limite élastique plus grandes que ceux vieillis à 7 et 28j.

Pour $0,236 < t/t_0 < 0,315$: $\epsilon_y(AR) > \epsilon_y(28j) > \epsilon_y(7j)$

Pour $0,505 < t/t_0 < 0,586$: $\epsilon_y(28j) > \epsilon_y(AR) > \epsilon_y(7j)$

Pour $0,782 < t/t_0 < 0,9$: $\epsilon_y(AR) > \epsilon_y(28j) > \epsilon_y(7j)$

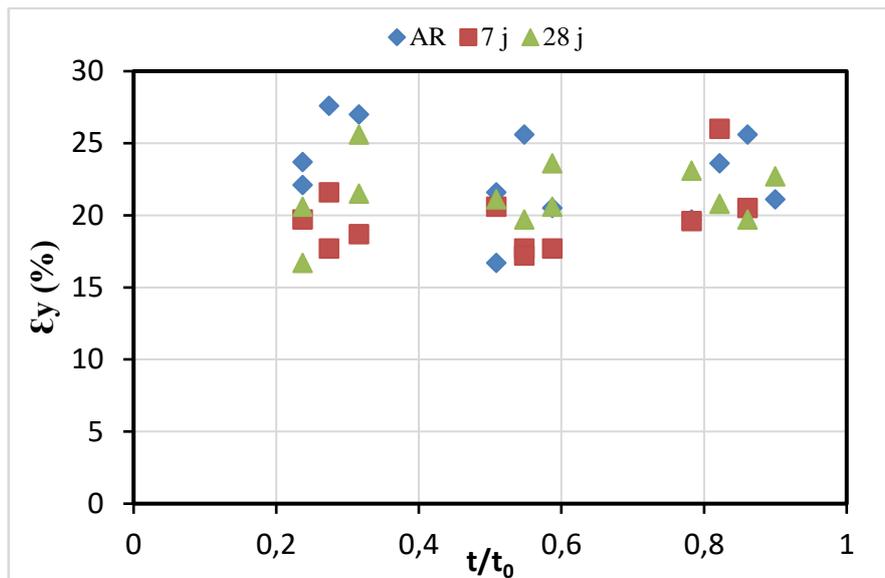


Figure 3.10 : ϵ_y (%) en fonction de t/t_0 .

3.3.4 contrainte σ_f , déformation ϵ_f :

Pour $0,236 < t/t_0 < 0,315$: $\sigma_f(7j) > \sigma_f(28j) > \sigma_f(AR)$

Pour $0,508 < t/t_0 < 0,586$: $\sigma_f(AR) > \sigma_f(7j) > \sigma_f(28j)$

Pour $0,782 < t/t_0 < 0,9$: $\sigma_f(7j) > \sigma_f(28j) > \sigma_f(AR)$

Dans ce cas la dispersion est très importante car le paramètre σ_f (Figure 3.10) est nominal et ne se rapporte pas à une mesure vraie. Cependant, on peut toujours estimer qu'il est relativement le plus important par rapport aux cas des 7j et 28j. Ceci suppose qu'il y a une certaine dégradation à 7j et 28j.

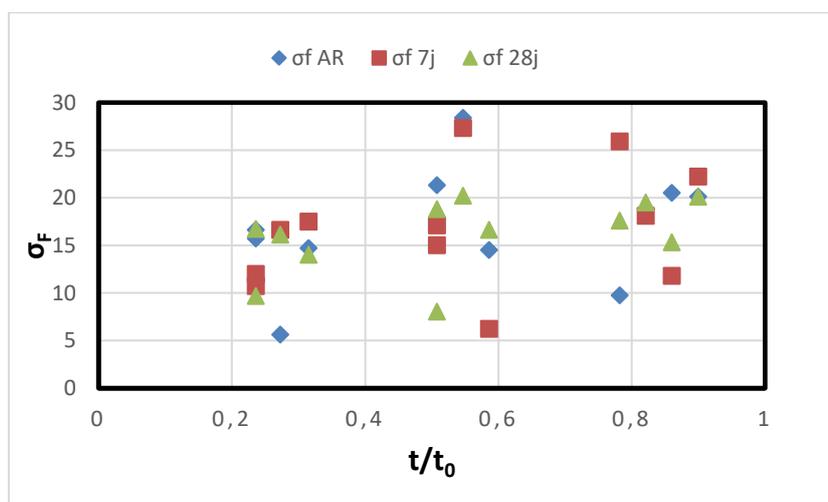


Figure 3.11: σ_f en fonction de t/t_0 .

Pour ϵ_f :

Comme dans le cas de σ_f , l'évolution de ϵ_f reste caractérisée par beaucoup de dispersion (Figure 3.11). Si nous acceptons le fait que les environnements agressifs font augmenter les paramètres de déformation (contraire aux contraintes), les lots 1 et 5 (CE et CI) sont conformes. Pour les couches de CM, les AR sont moins affectées.

Pour $0,265 < t/t_0 < 0,315$: $\epsilon_f(7j) > \epsilon_f(28j) > \epsilon_f(AR)$

Pour $0,571 < t/t_0 < 0,684$: $\epsilon_f(AR) > \epsilon_f(7j) > \epsilon_f(28j)$

Pour $0,782 < t/t_0 < 0,907$: $\epsilon_f(7j) > \epsilon_f(28j) > \epsilon_f(AR)$

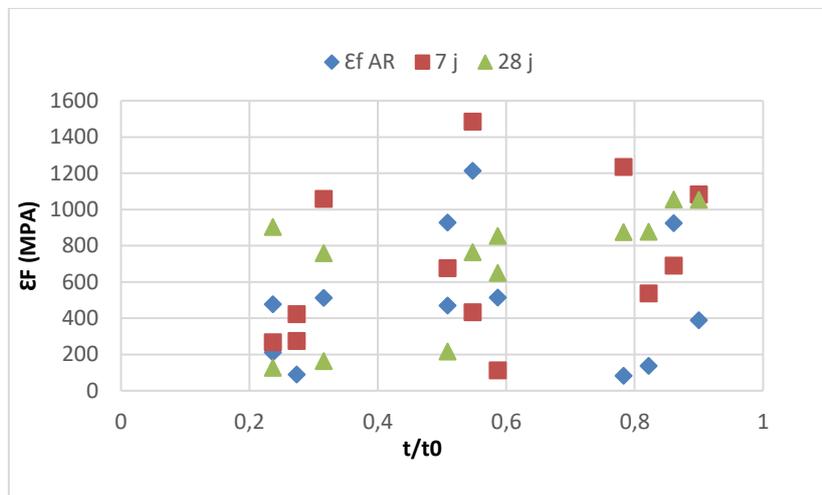


Figure 3.12: ϵ_f en fonction de l'épaisseur adimensionnelle.

3.3.5 contrainte σ_{CD} , déformation $\Delta\epsilon_{cd}$:

Pour $0,265 < t/t_0 < 0,315$: $\sigma_{CD}(AR) > \sigma_{CD}(7j) > \sigma_{CD}(28j)$

Pour $0,08 < t/t_0 < 0,586$: $\sigma_{CD}(AR) > \sigma_{CD}(7j) > \sigma_{CD}(28j)$

Pour $0,782 < t/t_0 < 0,9$: $\sigma_{CD}(AR) > \sigma_{CD}(28j) > \sigma_{CD}(7j)$

Dans tous les cas, les AR sont les plus importantes càd que les vieillissements de 7j et 28j ont réduit cette propriété.

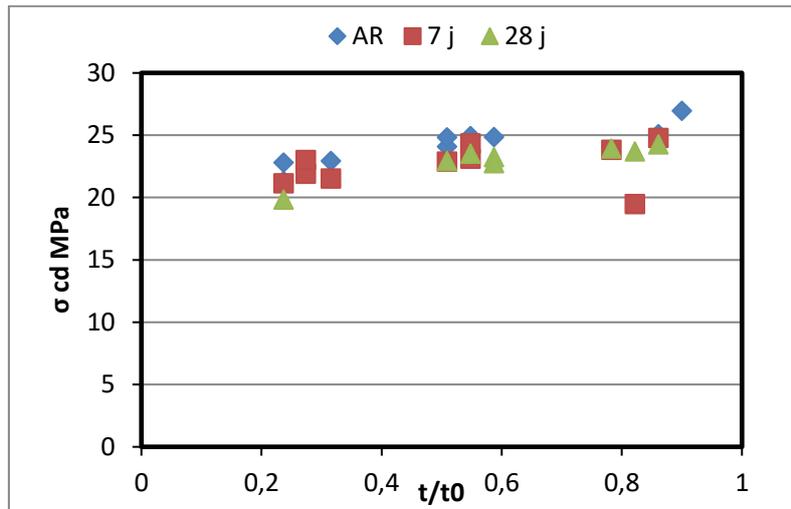


Figure 3.13 : évolution de σ_{CD} en fonction de l'épaisseur adimensionnelle.

$\Delta \epsilon_{cd}$:

Pour $0,236 < t/t_0 < 0,315$: $\Delta \epsilon_{CD} (28j) > \Delta \epsilon_{CD} (7j) > \Delta \epsilon_{CD} (AR)$

Pour $0,508 < t/t_0 < 0,586$: $\Delta \epsilon_{CD} (7j) > \Delta \epsilon_{CD} (AR) > \Delta \epsilon_{CD} (28j)$

Pour $0,782 < t/t_0 < 0,9$: $\Delta \epsilon_{CD} (28j) > \Delta \epsilon_{CD} (7j) > \Delta \epsilon_{CD} (AR)$

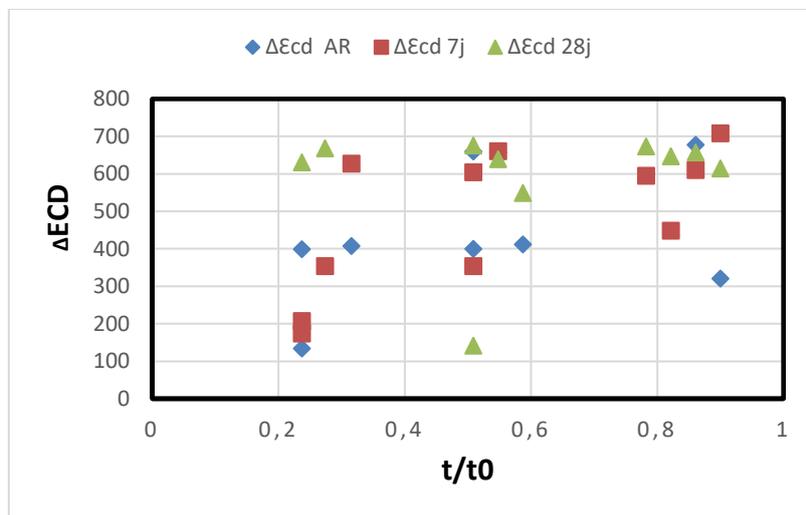


Figure 3.14 : Evolution de $\Delta \epsilon_{CD}$ en fonction de l'épaisseur adimensionnelle.

Dans ce cas, le HCl a affecté les valeurs de $\Delta \epsilon_{CD}$ surtout dans les couches CE et CI.

3.6 Conclusion :

Pour les éprouvettes P, l'absorption du HCl est croissante dans le temps et donne une courbe de tendance avec un coefficient satisfaisant. L'absorption a atteint un maximum de 0,032% à $t=20j$. Dans le cas des filaments, l'absorption est restée nulle car les filaments sont de masses réduites et le phénomène d'absorption-désorption est négligeable. Les résultats enregistrés sont nuls à 7j et à 28 jours. Il faut faire attention en termes d'interprétation car des valeurs nulles ne veulent pas dire que le matériau HDPE n'a subi des effets sur sa structure ou ses propriétés. L'adsorption des éprouvettes F est n'est pas un objectif immédiat pour cette étude, le but est d'étudier l'effet du vieillissement du HDPE sur les propriétés mécaniques et à travers la paroi du tube.

Pour les propriétés mécaniques :

Le Module de Young des AR, il est noté que les la durée de 7j donne des E important quel que soit le lot (E, M, I). Dans la littérature, la couche interne est généralement plus cristalline et donc plus résistante. Cependant dans ce travail, les données expérimentales montrent que le cas 7J est doté de valeurs de E plus importantes que AR pour CE, CM et CI.

Pour la limite élastique σ_y , le HDPE non vieilli donne des valeurs de la limite élastique plus grandes que ceux vieillis à 7 et 28j que que soit le cas (Lots 1, 3 et 5). Le HCl dégrade cette propriété et que la dégradation est plus importante avec le temps (28j).

Pour la déformation au point limite ε_y , le HDPE non vieilli donne des valeurs de la déformation élastique plus grandes que celles vieillis à 7 et 28j.

Dans le cas de σ_f , la dispersion est très importante par ce que c'est un paramètre nominal et ne se rapporte pas à une mesure vraie. Il est possible de toujours estimer qu'il est relativement le plus important par rapport aux cas des 7j et 28j.

L'évolution de ε_f reste aussi caractérisée par beaucoup de dispersion.

Conclusions Générale

Conclusions Générale

Les polymères sont couramment appelés « les plastiques » pour leur capacité à se déformer réversiblement pour les petites charges, mais ils très employés en canalisations (tuyauterie, pipe, tube...) et autres pièces mécaniques lorsque les propriétés sont améliorées et les risques industriels sont réduits. Dans ce cas, la performance est assurée et le gain économique est assuré par rapport aux autres matériaux. L'usage du polyéthylène (PE) et polyéthylène à haute densité (HDPE) est très répandu, en raison du prix de revient abordable et de la simplicité du procédé d'extrusion pour les tubes utilisés pour le transport d'eau, l'évacuation des égouts ou le transport de gaz naturel.

L'objectif de ce travail est la caractérisation du matériau HDPE-100 soumis au phénomène de vieillissement dans l'acide chlorhydrique (HCl) à 7 et 28 jours. Il s'agit d'étudier les effets découlant de l'absorption de HCl concentré à 20% sur les propriétés mécaniques (PM) dans la paroi du tube HDPE gaz. Des essais d'absorption de l'acide ont été menés dans les conditions de laboratoire. Des essais d'absorption et comportement mécanique sont menés dans les conditions de laboratoire.

Pour les éprouvettes P (parallélépipédiques), l'absorption de l'acide HCl est croissante dans le temps et donne une courbe de tendance avec un coefficient de détermination satisfaisant. L'absorption a atteint un maximum de 0,032% après 20j d'immersion. Dans le cas des éprouvettes F (filaments), l'absorption est restée nulle car les filaments sont de masses réduites comparées aux éprouvettes P et le phénomène d'absorption-désorption est négligeable. Il ne faut pas oublier qu'en termes d'interprétation que des valeurs d'absorption nulles ne veulent pas dire que le matériau HDPE n'a subi des effets négatifs au niveau de la structure (dégradations) ou sur ses PM (pertes de résistance).

Au niveau des propriétés mécaniques, il est noté qu'à la durée de 7j, le module de Young des éprouvettes as-received (AR) est important quel que soit le lot (CE : Externe, CM : Moyen, CI : Interne). Dans la littérature, la couche interne est généralement plus cristalline et donc plus résistante. Pour la limite élastique σ_y , le HDPE non vieilli donne des valeurs de la limite élastique plus grandes que ceux vieillis à 7 et 28j quel que soit le cas (CE ; CM ou CI). Le HCl dégrade cette propriété et la dégradation est plus importante avec la durée de 28j.

Pour la déformation au point limite ε_y , la dégradation du HDPE car les déformations des cas vieillis à 7 et 28j ont diminué par rapport à AR (non vieillis). Dans le cas de σ_f , la dispersion est très importante par ce que c'est un paramètre nominal. Il est possible de toujours estimer qu'il est relativement le plus important par rapport aux cas des 7j et 28j. L'évolution de ε_f reste aussi caractérisée par beaucoup de dispersion.

Cette étude a permis de statuer sur l'absorption du HCl (un acide fort) par le HDPE-100 dans un court terme (28j). Des études sur le long-terme sont nécessaires pour tirer des conclusions certaines sur les installations de réseaux de gaz en HDPE dans des terrains agressifs. Le recours à des investigations de la structure du HDFPE dégradé est aussi fondamentale pour évaluer les dégradations causées et comment les prendre en charge. Aussi, la partie PM basée sur les filaments ouvre de bonnes perspectives pour l'étude du phénomène ESC (Environmental Stress Cracking) des nouvelles résines HDPE sensées avoir des durabilités de plus d'une centaine d'années.

References bibliographies:

- [1] A. Frank, Fracture Mechanics Based Lifetime Assesment and Long-terme Failure Behavior of Polyethylene Pressure pipes, thèse, 175 p. 2010.
- [2] F. Addiego, Caractérisation de la variation volumique du polyéthylène au cours de la déformation plastique en traction et en fluage. Thèse de doctorat de l'Institut National Polytechnique de Lorraine, 2006.
- [3] f. Talhi, Etude de la fiabilité des assemblages des tubes en PE utilisés pour la distribution du gaz, thèse Université Ferhat Abbas Sétif-1, 2017.
- [4] X. Lefebvre, Fissuration fragile lente du polyamide 11 : mécanismes et durées de vie en fluage, thèse, Ecole National Supérieur Des Mines A Paris, 2002.
- [5] K. Q. Nguyen, C. Mwiseneza, K. Mohamed, P. Cousin, M. Robert, and B. Benmokrane, “Long-term testing methods for HDPE pipe - advantages and disadvantages: A review,” Eng. Fract. Mech., vol. 246, no. February, 2021, [https://doi: 10.1016/j.engfracmech.2021.107629](https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2021.107629)
- [6] R. Khelif, Analyse de la rupture et évaluation de la durée de vie basée sur la fiabilité des tubes en polyéthylène pour le transport du gaz, Ecole Doctorale Sciences Pour L'i NgeniEur De Clermont Ferrand, 2007.
- [7]: N. Kiass, R.Khelif, L. Boulanouaret K. Chaoui, Experimental approach to Mechanical property Variability through a High-Density polyethylene gas Pipe Wall, Polymer of Science, 2004.
- [8] Ed.M.F. KanninenetA.T. Hopper, Fracture Mechanics: sixteenth symposium/ West Conshohocken, ASTM STP 868, 1985.
- [9] X. LuetN.Brown, The ductile-brittle transition in a polyethylene copolymer, Journal of materials science, 1990, 25,pages 29-34.
- [10] K. Yu, E. V. Morozov, M. A. Ashraf, and K. Shankar, A review of the design and analysis of reinforced thermoplastic pipes for offshore applications, J. Reinf. Plast. Compos. Vol. 36, no. 20, pp. 1514–1530, 2017, doi : 10.1177/0731684417713666.
- [11] C. Devillers, Dégradation chimique du PE et influence sur le comportement, l'endommagement et la rupture en fluage : application à la durabilité des canalisations sous pression, thèse doctorat, l'École nationale supérieure des mines de Paris, 2011.
- [12] L. Alimi, comportement mécanique de nouvelles résines HDPE dans des milieux agressifs. Thèse doctorat, université Badji Mokhtar Annaba, 2016.
- [13] W. Ghabeche, Etude de l'effet des agents oxydants et réducteurs (ESC) sur le comportement mécanique des résines HDPE 100+ à court et long termes, thèse, université Badji Mokhtar Annaba, 2020.

- [14] I. Lalaymia, Rupture des tubes en HDPE sous le mode impact : effets de quelques milieux agressifs, mémoire de fin d'étude, université Badji Mokhtar Annaba, 2021.
- [15] M. Kaddeche, Étude de la rupture du polyéthylène sous charge constante, thèse, Université du 8 mai 1945 – Guelma, 2014.
- [16] B. Fayolle, Dégradation des polymères. Laboratoire PIMM, ENSAM, 151, BD de l'Hôpital, 75013 Paris.
- [17] W. Ghabeche, L. Alimi, and K. Chaoui, "Degradation of Plastic Pipe Surfaces in Contact with an Aggressive Acidic Environment," *Energy Procedia*, vol. 74, no. 0, pp. 351–364, 2015, doi: 10.1016/j.egypro.2015.07.625.
- [18] L. Alimi, K. Chaoui, W. Ghabeche, and W. Chaoui, short-term HDPE pipe degradation upon exposure to aggressive environments, 2013.
- [19] W. Ghabeche and K. Chaoui, An Investigation into Property Variances Between Outer and Inner HDPE Pipe Layers, vol. 25, no. 2, pp. 99–106, 2019.
- [20] W. Ghabeche, K. Chaoui, , Revue des interactions physico-chimiques du polyéthylène extrudé sous forme de tubes avec des environnements agressifs *Environmental Stress Cracking of High Density Polyethylene Pipes : A Review*," vol. 27, pp. 1–22, 2021.
- [21] S. Rehab-Bekkouche, W. Ghabeche, M. Kaddeche, N. Kiass, and K. Chaoui, Mechanical behaviour of machined polyethylene filaments subjected to aggressive chemical environments," *Mechanika*, vol. 77, no. 3, pp. 40–46, 2009.
- [22] Guenouche, A, Etude de l'effet de l'acide sulfurique et d'un solvant à base de toluène méthanol sur la résistance aux chocs d'un tube HDPE (gaz) et, Mémoire M2, université Badji Mokhtar Annaba, 2022.
- [24] S. Mammeri, K. Chaoui, K. Bouacha, Manufacturing of Testing Specimens from Tough HDPE-100 Pipe: Turning Parameters Optimization, Article soumis à *Int. J. of Applied Mechanics and Engineering (IJAME)*, 2023.

ANNEXES :

A : Résultats De L'immersion Des Eprovettes Parallélépipèdes Dans Hcl 20%.

B : Les Lots Et Les Couche Des Eprovettes En Fonction De t/t_0 (AR,7j,28j).

C : Tableaux Des Discussions Et Les Analyse Des Résultats De L'absorption (E , σ_y , ϵ_y , σ_f , ϵ_f , $\Delta\epsilon_{cd}$) .

Tableaux pour annexe :

TableauA-1 : Résultats de l'immersion des parallélépipèdes dans HCl 20%.

	0j	7j	14j	21j	30j
N°	m ₀ (g)	10080	20160	30240	43200
1	2,773	2,773	2,774	2,775	2,775
2	3,116	3,116	3,116	3,116	3,116
3	3,041	3,042	3,042	3,042	3,042
4	3,011	3,011	3,012	3,012	3,012
5	3,105	3,105	3,105	3,106	3,106
6	3,57	3,571	3,571	3,572	3,571
7	3,12	3,121	3,121	3,121	3,12
8	3,142	3,143	3,143	3,144	3,144
9	3,064	3,064	3,064	3,064	3,064
10	3,022	3,022	3,022	3,022	3,022
Moyne	3,090	3,091	3,09	3,091	3,091
($\Delta M/M_0$)100		0,01247615	0,019	0,032	0,0262

Tableau B-1 Les Lots Et Les Couche Des Eprouvettes En Fonction De T/T₀ (AR,7j,28j).

LOT	Eprouvettes	t/t₀
LOT 1	AR-L ₁ -C ₆ -E ₁	0,236
	AR-L ₁ -C ₆ -E ₅	0,236
	AR-L ₁ -C ₇ -E ₄	0,273
	AR-L ₁ -C ₈ -E ₃	0,315
LOT 3	AR-L ₃ -C ₁₃ -E ₁	0,508
	AR-L ₃ -C ₁₃ -E ₅	0,508
	AR-L ₃ -C ₁₄ -E ₄	0,547
	AR-L ₃ -C ₁₅ -E ₂	0,586
LOT 5	AR-L ₅ -C ₂₀ -E ₁	0,782
	AR-L ₅ -C ₂₁ -E ₁	0,821
	AR-L ₅ -C ₂₂ -E ₁	0,860
	AR-L ₅ -C ₂₃ -E ₁	0,9

Tableau B-2

LOT	Eprouvettes	t/t ₀
LOT 1	H_7j-L ₁ -C ₆ -E2	0,236
	H_7j-L ₁ -C7-E1	0,273
	H_7j-L ₁ -C7-E4	0,273
	H_7j-L ₁ -C8-E4	0,315
LOT 3	H_7j-L ₃ -C ₁₃ -E2	0,508
	H_7j-L ₃ -C ₁₄ -E1	0,547
	H_7j-L ₃ -C ₁₄ -E5	0,547
	H_7j-L ₃ -C ₁₅ -E2	0,586
LOT 5	H_7j-L ₅ -C ₂₀ -E2	0,782
	H_7j-L ₅ -C ₂₁ -E2	0,821
	H_7j-L ₅ -C ₂₂ -E2	0,860
	H_7j-L ₅ -C ₂₃ -E2	0,9

Tableau B-3

LOT	Eprouvettes	t/t ₀
LOT 1	H_28j-L ₁ -C ₆ -E4	0,236
	H_28j-L ₁ -C7-E2	0,236
	H_28j-L ₁ -C8-E5	0,315
	H_28j-L ₁ -C8-E1	0,315
LOT 3	H_28jL ₃ -C ₁₃ -E3	0,508
	H_28j-L ₃ -C ₁₄ -2	0,547
	H_28j-L ₃ -C ₁₅ -E1	0,586
	H_28j-L ₃ -C ₁₅ -E4	0,586
LOT 5	H_28j-L ₅ -C ₂₀ -E3	0,782
	H_28j-L ₅ -C ₂₁ -E3	0,821
	H_28j-L ₅ -C ₂₂ -E3	0,860
	H_28j-L ₅ -C ₂₃ -E3	0,9

Tableau C-1 Tableaux des Discussions et les Analyse des résultats de l'absorption(E , σ_y , ε_y , σ_f , ε_f , Δ , ε_{cd}) .

LOT	t/to	E AR	E 7j	E 28j
LOT 1	0,236	740	874	727
	0,236	845	893	919
	0,273	781	1030	897
	0,315	867	874	905
LOT 3	0,5086	907	1210	996
	0,508	1040	897	928
	0,547	1040	1110	961
	0,586	869	1110	991
LOT 5	0,782	1100	800	904
	0,821	971	1110	1050
	0,86	1070	1110	1030
	0,9	900	1110	710

Tableau C-2.

LOT	t/to	σ_y AR	σ_y 7j	σ_y 28j
LOT 1	0,236	29,7	28	14,5
	0,236	27,9	28,5	26,1
	0,273	28,8	29,9	26,7
	0,315	29,2	28,4	28
LOT 3	0,508	31,2	30,1	29,1
	0,508	31,6	32,3	29,6
	0,547	32,2	31,7	30,5
	0,586	32,3	31,9	29,1
LOT 5	0,782	31,8	30,4	31
	0,821	32,7	32	30,4
	0,86	33,3	32,3	31,4
	0,9	35,1	33,6	30,4

Tableau C-3

LOT	t/t ₀	ε _y AR	ε _y 7j	ε _y 28J
LOT 1	0,236	23,7	19,7	16,7
	0,236	22,1	21,6	20,6
	0,273	27,6	17,7	21,5
	0,315	27	18,7	25,6
LOT 3	0,508	21,6	20,6	21,1
	0,508	16,7	17,7	19,7
	0,5478	25,6	17,2	20,6
	0,586	20,5	17,7	23,6
LOT 5	0,782	19,7	19,6	23,1
	0,821	23,6	26	20,8
	0,860	25,6	20,5	19,7
	0,9	21,1	17,6	22,7

Tableau C-4

LOT	t/t ₀	σ _f AR	σ _f 7j	σ _f 28j
LOT 1	0,236	16,6	10,7	16,7
	0,236	15,7	12	9,66
	0,273	5,62	16,6	16,1
	0,315	14,7	17,5	14
LOT 3	0,508	17,2	15	8,03
	0,508	21,3	17,1	18,8
	0,547	28,4	27,3	20,2
	0,586	14,5	6,21	16,6
LOT 5	0,782	9,73	25,9	17,6
	0,821	18,8	18,1	19,5
	0,860	20,5	11,8	15,3
	0,9	20,1	22,2	20,1

Tableau C-5

LOT	t/to	€f AR	€f 7j	€f 28j
LOT 1	0,2368421	476,1	267,3	903
	0,2368421	209,7	273,5	126,2
	0,273913	89,4	421	757,3
	0,3157895	510,8	1057,8	163,5
LOT 3	0,5086957	470	675,7	215,2
	0,5086957	926,8	433	764,2
	0,5478261	1212,2	1484,2	852,5
	0,5869565	513,5	112	649,6
LOT 5	0,7826087	81,2	1234,4	874,8
	0,8217391	136,5	536,2	876,9
	0,8608696	923,8	689,9	1054,7
	0,9	388,2	1082,3	1052,3

Tableau C-6

LOT	t/to	σ cdAR	σ cd 7j	σ cd 28j
LOT 1	0,2368421	22,804	21,1375	19,842
	0,2368421	21,31	21,9015	-
	0,273913	-	23,019	-
	0,3157895	22,931	21,5325	-
LOT 3	0,5086957	24,084	22,8915	22,928
	0,5086957	24,822	23,12	23,5125
	0,5478261	24,929	24,348	23,2365
	0,5869565	24,848	-	22,7505
LOT 5	0,7826087	-	23,822	23,932
	0,8217391	-	19,484	23,699
	0,8608696	25,09	24,7725	24,271
	0,9	26,964	24,958	23,443

Tableau C-7

LOT	t/t0	$\Delta\text{Ecd AR}$	$\Delta\text{Ecd 7j}$	$\Delta\text{Ecd 28j}$
LOT 1	0,2368421	398,282	173,453	630,209
	0,2368421	133,612	206,843	-
	0,273913	-	353,296	667,843
	0,3157895	407,276	627,428	-
LOT 3	0,5086957	399,574	603,855	141,466
	0,5086957	659,233	353,472	675,235
	0,5478261	656,646	660,286	639,056
	0,5869565	411,125		548,608
LOT 5	0,7826087	-	594,354	673,224
	0,8217391	-	448,405	646,238
	0,8608696	677,265	610,277	656,786
	0,9	319,909	707,908	614,135