

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

UNIVERSITE BADJI MOKHTAR - ANNABA
BADJI MOKHTAR – ANNABA UNIVERSITY



جامعة باجي مختار – عنابة

Faculté de Technologie
Département de Génie Mécanique
Domaine : Sciences et Technologie
Filière : Génie Mécanique
Spécialité : Génie des Matériaux

Mémoire

Présenté en vue de l'obtention du **Diplôme de Master**

Thème : **Etude du vieillissement de tubes de gaz en HDPE-100 dans des milieux hydrocarbures**

Présenté par : **Richi Marwa**

Encadrant : **Chaoui Kamel**

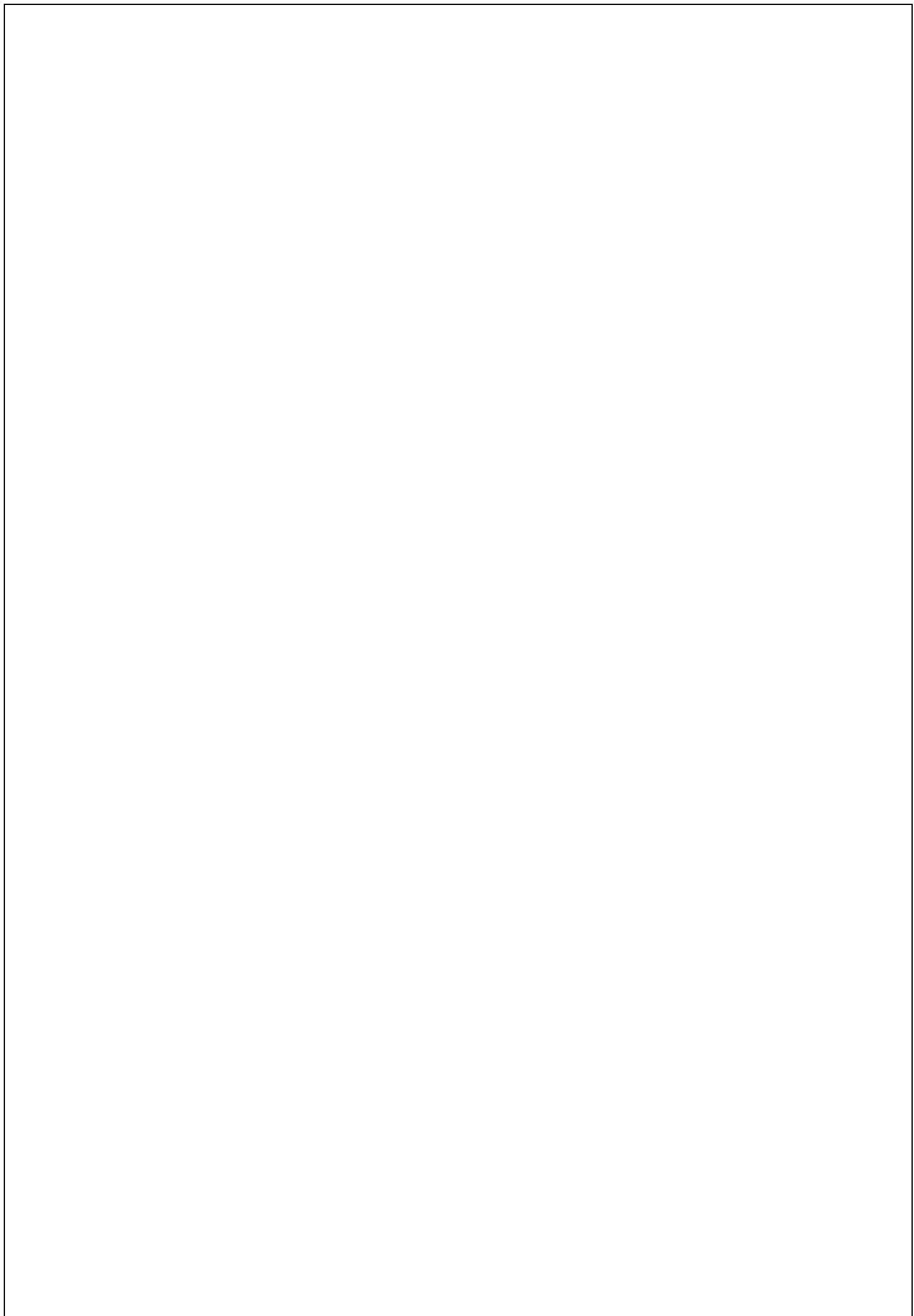
Grade : Pr

UBM Annaba

Jury de Soutenance :

Hamid Hamadache	Pr	UBM Annaba	Président
Kamel Chaoui	Pr	UBM Annaba	Encadrant
Fatheddine Zakaria Rahmaoui	MCB	UBM Annaba	Examinateur

Année Universitaire : 2024/2025



Résumé :

Ce mémoire vise à contribuer à la compréhension du comportement du Polyéthylène de Haute Densité (HDPE) extrudé en forme de tubes lorsqu'il est exposé à des environnements hostiles tels que les hydrocarbures comme Pétrole brut, Gas-oil ou Naphta. Quatre parties principales ont été menées : (i) L'usinage des éprouvettes sous forme d'arcs et en forme parallélépipédique simple, (ii) Essais d'absorption de liquides par le HDPE, (iii) Essais de résilience (cas As-received et vieillis), (iv) Mesure des déplacements de l'ouverture de rupture (COD) et des angles après essais de résilience. Donc, nous avons utilisé des éprouvettes découpées et usinées pour caractériser l'absorption de carburants par un polymère et déterminer son énergie de rupture après vieillissement. Nous avons exposé les éprouvettes à trois milieux de vieillissement (pétrole brut, gazole et naphta) pour 3 durées (7, 14 et 28 jours). Les mesures d'absorption et d'énergie de rupture ont été effectuées pour chaque combinaison. Concernant l'énergie de rupture (E_r), les données révèlent que le naphta conduit à une résistance accrue comparée aux autres milieux. Cela suggère un durcissement du HDPE, potentiellement accompagné d'une fragilisation. Après rupture, l'analyse des angles et des ouvertures de fissure (COD) formés par les deux moitiés de l'éprouvette en forme d'arc a mis en évidence une corrélation directe entre le COD (en mm) et l'angle correspondant (en degrés). La résistance est apparente dans le cas du Naphta alors que les plus grands COD et angles ont été observés dans le cas du vieillissement au pétrole brut.

Dédicace

Je dédie ce travail à :

- *Mes parents*

Ma tendre mère et Mon père bien-aimé,

- *Ma sœur Wafa*

*Pour leur soutien indéfectible, leur bienveillance
et leur abnégation,*

De m'avoir encouragé à terminer mon travail,

Dans les meilleures conditions,

Tout au long de mon parcours académique.

À tous mes amis,

*Et particulièrement à ceux qui m'ont accompagné
dans ce long périple.*

... Avec tous mes vœux de réussite,

À tous ceux que j'aime.

REMERCIEMENTS

Je remercie Dieu pour tout ce qu'Il m'a donné.

Je remercie chaleureusement Monsieur le Professeur Chaoui Kamel, pour l'engagement remarquable dont il a fait preuve et pour tous les efforts qu'il a déployés. Je le remercie pour tous ses précieux conseils entant que mon encadreur, Je souhaite ardemment que l'occasion me soit donnée de travailler à nouveau avec lui.

Je remercie les membres du jury Pr. H. Hamadache, Dr. F. Z. Rahmaoui,

Je remercie aussi toute l'équipe de l'Unité des AMM-SIDER d'El-Hadjar (ANNABA) et son personnel pour m'avoir donné l'occasion de faire mon stage de fin d'études de Master.

Je remercie les membres du labo LR3MI, en particulier Dr Younès Melail, Mme Soumia Bouchakhchouka, Dr Fatma Zohra Melais Dr Khaoula Berkas, Pr Kamel Djeghaba (Directeur du labo de Génie Civil), mes enseignants du Département de Génie Mécanique et tous mes camarades de la promotion 2024-2025.

Listes de Figures :

CHAPITRE I :

Figure I.1: modèle schématique de la synthèse d'un polymère.....	4
Figure I.2 : Grandes étapes de la fabrication des plastiques.....	5
Figure I.3 : Polymère linéaire.....	8
Figure I.4 : Polymères ramifiés.....	8
Figure I.5 : Polymères réticulés	8
Figure I.6 : Polymère semi-cristallisé.....	8
Figure I.7 : Principaux groupes des polymères.....	9
Figure I.8 : Les plaques de thermoplastique.....	10
Figure I.9: Quelque produit Thermoplastique.....	10
Figure I.10 : Polymérisation du polyéthylène.....	10
Figure I.11: Variétés de polyéthylène.....	11
Figure I.12: Microstructure d'un polyéthylène	12
Figure I.13 : Représentation d'une machine d'extrusion des tubes	16
Figure I.14: Ligne d'extrusion de tube en polyéthylène.....	16
Figure I.15 : Distribution des applications mondiales en PE.....	17
Figure I.16 : Domaines d'applications du PE durant l'année 2006 : a) USA et b) EU.....	17
Figure I.17 : distribution des applications en mondiales en PE.....	18
Figure I.18: Structure moléculaire de base des principaux hydrocarbures pétroliers.....	21
Figure I.19 : Structure moléculaire du décane (a), du 2,4-diméthylhexane (b), du cyclohexane (c) et de l'éthylène (d).....	22
Figure I.20 : Représentation des principales familles d'hydrocarbure et autres composés d'un pétrole avec quelques exemples de molécules.....	23
Figure I.21: Mode de transport par pipeline	26
Figure I.22: Mécanisme de génération des microfissures.....	29
Figure I.23 : Matériaux polymères et modifications des propriétés visuelles ; les images montrent le matériau avant le contact avec le 1-butanol et après 4 mois de contact ; le tuyau HDPE PEX-B2 (a) n'a pas changé d'aspect, tandis que le polyuréthane (b) s'est fissuré et a gonflé, et l'époxy (c) a présenté une légère modification de couleur.....	32
Figure I.24: Schéma des interactions possibles polymère-carburant ayant des conséquences éventuelles sur la durabilité du polymère.....	33
Figure I.25: Effet de l'eau distillée sur la rugosité de (a) la surface interne et (b) la surface externe.....	34

Figure I.26 : Effet du dichlorométhane et du toluène-méthanol sur la rugosité de (a) la surface intérieure et (b) la surface extérieure.....	35
Figure I.27: Courbes de contrainte de résine HDPE dans une solution de toluène-méthanol.	36
Figure I.28 : Perte de poids cumulée en fonction du temps pour toluène (T) (●) et méthanol (M) (Δ) lorsqu'une solution TM (50/50) traverse un film HDPE de 400 µm à 60 °C.....	37
Figure I.29 : Courbes d'absorption relative des carburants (essence et diesel) par des échantillons HDPE.....	38
Figure I.30: Analyse gravimétrique : absorption en fonction du temps et de la température..	39
Figure I.31: Composition des courbes de contrainte-déformation de la résine HDPE-100 dans des environnements de test.....	40
Figure I.32: Rugosité de (a) la surface intérieure et (b) la surface extérieure.....	41
Figure I.33: Shore hardness of inner surface and outer surface.....	41

CHAPITRE II :

Figure II.1: Tube HDPE-100 SDR 17 (Gaz).....	47
Figure II.2: Désignation normalisée des tubes (NF) (Gaz).....	48
Figure II .3: Outil en acier rapide.....	50
Figure II.4: Scie à métaux (coupe du tube HDPE).....	50
Figures II. 5 : Mesure l'épaisseur (13,7 mm).....	50
Figure II.6 : 6 segments de HDPE-100.....	51
Figure II .7 : Une scie à métaux.....	51
Figure II .8: Mesure la longueur (160mm).....	51
Figure II .9 : Dressage des segments.....	52
Figure II .10: un outil en acier rapide.....	52
Figures II. 11 : les anneaux de longueur (24mm).....	52
Figure II. 12: Outil de dressage.....	52
Figure II. 13: Photo en cours de dressage des anneaux.....	52
Figure II .14 : Anneaux pour les éprouvettes parallélépipédiques (section rectangulaire)....	53
Figure II .15: Traçage des anneaux.....	55
Figure II .16: Eprouvettes en arc avant l'entaillage.....	55
Figure II .17: Fraise à acier rapide.....	56
Figure II. 18 : Outil d'entaillage.....	56
Figure II. 19: Arcs en cours d'entaillage.....	57

Figure II. 20: Outil de l'entailage d'arcs.....	57
Figure II. 21 : Eprouvettes en arcs.....	58
Figure II. 22 : Eprouvette parallélépipédique.....	59
Figure II .23 : Machine à outil (opérations de tournage).....	59
Figure II .24 : Machine à outil (opérations de fraisage).....	60
Figure II. 25: Codification des groupes d'éprouvettes en arcs.....	61
Figure II. 26: Codification des groupes d'éprouvettes en arcs des parallélépipédiques.....	61
Figure II. 27: Pesage des différents types d'éprouvettes.....	62
Figure II .28 : Présentation des séries éprouvettes en arcs, (a) « A : As-Received », (b) T : Pétrole Brut, (c) E : Gas-oil (Diesel) et (d) N : Naphta (gasoline).....	63
Figure II. 29: Photo montre les éprouvettes NST immergées dans les trois milieux (pétrole brut, Essence, Gas-oil) et (As received).....	64
Figure II.30: Eprouvettes arc juste après immersion.....	64
Figure II.31: La machine de résilience ZWICKI 5113 (CHARPY).....	67
Figure II.32: Mesuré de la distance de centre de la machine.....	67
Figure I.33 : Description de la machine d'essai de choc.....	68
Figure II.34 : Le pendule utilisé dans notre l'essai de choc (25 Joules).....	68
Figure II.35 : Vues de la machine d'essai et des éprouvettes testées.....	35
Figure II.36 : Présentation des éprouvettes testées.....	36

Chapitre III :

Figure III.1: Absorption de pétrole brut pour les éprouvettes arcs en fonction du temps de vieillissement et en fonction des durées d'attente (10 ; 30 ; 60 et 1440 min.) avant essai de choc.....	72
Figure III.2 : Absorption de gas-oil pour les éprouvettes arcs en fonction du temps de vieillissement et en fonction des durées d'attente (10 ; 30 ; 60 et 1440 min.) avant essai de choc.....	73
Figure III.3 : Absorption du Carburant Naphta pour les éprouvettes arcs en fonction du temps de vieillissement et en fonction des durées d'attente (10 ; 30 ; 60 et 1440 min.) avant essai de choc.....	73
Figure III.4 : Courbe présente la variation des COD après la rupture.....	74
Figure III.5 : Courbe présente la variation des COD après la rupture.....	74
Figure III.6 : Graphe de la variation de l'énergie après la rupture dans le cas de (air)	75

Figure III.7 : Graphe présente la variation de l'énergie après la rupture dans le cas de pétrole brut 7 jours.....	75
Figure III.8 : Graphe présente la variation de l'énergie après la rupture dans le cas de pétrole brut 14 jours.....	76
Figure III.9 : Graphe présente la variation de l'énergie après la rupture dans le cas de pétrole brut 28 jours.....	76
Figure III.10 : Graphe présente la variation de l'énergie après la rupture dans le cas de Gas-oil 7 jours.....	77
Figure III.11 : Graphe présente la variation de l'énergie après la rupture dans le cas de Gas-oil 14 jours.....	77
Figure III.12 : Graphe présente la variation de l'énergie après la rupture dans le cas de Gas-oil 28 jours.....	78
Figure III.13 : Graphe présente la variation de l'énergie après la rupture dans le cas de Naphta 7jours.....	78
Figure III.14 : Graphe présente la variation de l'énergie après la rupture dans le cas de Naphta 14 jours.....	79
Figure III.15 : Graphe présente la variation de l'énergie après la rupture dans le cas de Naphta 28 jours.....	79
Figure III.16 : Graphe présente la variation de l'énergie après la rupture dans le cas de pétrole brut.....	80
Figure III.17 : Graphe présente la variation de l'énergie après la rupture dans le cas de Gas-oil.....	80
Figure III.18 : Graphe présente la variation de l'énergie après la rupture dans le cas de Naphta.....	81
Figure III.19 : Graphe présente la variation de l'énergie après la rupture dans les trois milieux (Pétrole brut, Gas-oil et Naphta).....	81
Figure III.20 : Graphe présente la variation de $\Delta m/m \%$ après la rupture dans les trois milieux (Pétrole brut, Gas-oil et Naphta).....	82

Listes de Tableaux :

CHAPITRE I :

Tableau I.1 : Propriétés mécaniques et thermiques des polyéthylènes

Tableau I.2: Classification de la résine

Tableau I.3: Quelques caractéristiques et spécifications

Tableau I.4 : Composition élémentaire des hydrocarbures pétroliers

Tableau I.5 : Composition chimique des principaux hydrocarbures pétroliers

Tableau I.7: Temps de saturation (d'équilibre) typiques publiés pour une variété d'hydrocarbures en contact avec des matériaux PE

Tableau I.8: Processus de dégradation

Tableau I.9 : Comparaison des principales propriétés mécaniques en fonction des environnements agressifs

CHAPITRE II :

Tableau II.1: Valeurs du MRS pour PE-80 et PE-100

Tableau II.2 : Classification des ARC

Tableau II.3 : Regroupe des éprouvettes ARC

Tableau II.4 : Regroupe des éprouvettes parallélépipédiques de section rectangulaire

Sommaire :

Résumé.....
Liste des Figures.....
Liste des Tableaux.....
Introduction générale.....

CHAPITE 01 : Etude Bibliographique Sur L'interaction Des Milieux D'hydrocarbures Avec Le Matériau Polyéthylène

I.1 Introduction	4.
I.2 Les matériaux polymères.....	4
I.2.1 Définition de polymère	4
I.2.2 Elaboration des polymères.....	5
I.2.3 La polymérisation.....	5
I.2.4 Propriétés des polymères.....	6
I.2.5 Classification des polymères.....	7
I.2.6 Différents types de matières plastiques.....	9
I.3 Le Polyéthylène.....	10
I.3.1 Définition de Polyéthylène.....	10
I.3.2 Les types de polyéthylène.....	11
I.3.3 La structure et la morphologie de polyéthylène.....	12
I.3.4 Les propriétés de polyéthylène.....	13
I.3.5 Les tubes en polyéthylènes.....	13
I.3.6 Mise en œuvre du PE.....	14
I.3.7 Procédés de fabrication des tubes en matières plastiques.....	16
I.3.8 Application de polyéthylène.....	17
I.3.8 Principales propriétés du HDPE	18
I.3.9 Avantages et Inconvénients du HDPE.....	19

I.4.	Les hydrocarbures.....	20
I.4.1	Définition des hydrocarbures.....	20
I.4.1	Composition chimique.....	20
I.4.3	Utilisations des hydrocarbures.....	22
I.4.4	Classification des Hydrocarbures.....	22
I.4.5	Classification des hydrocarbures liquides.....	23
I.4.6	Propriétés physico-chimiques des hydrocarbures.....	24
I.4.7	Transport et stockage des hydrocarbures.....	25
I.5	Interactions entre HDPE et les hydrocarbures.....	27
I.5.1	Les types du vieillissement	28
I.5.2	Interactions avec les tuyaux en polyéthylène.....	31
I.5.3	Interaction avec l'eau distillée.....	33
I.5.4	Interaction avec Dichlorométhane.....	35
I.5.5	Interaction avec le toluène-méthanol	36
I.5.6	Interaction avec Diesel et Gasoline.....	37
I.5.7	Interaction avec l'acide sulfurique.....	39
I.5.8	Interaction avec la température.....	39
I.5.9	Interaction avec le pétrole brut.....	39
I.5.10	Interaction avec Acide Chlorhydrique.....	40
I.5.11	Comparaison des principales propriétés mécaniques en fonction des environnements agressifs.....	42

CHAPITE II : Etude Bibliographique Sur L'interaction Des Milieux D'hydrocarbures Avec Le Matériaux Polyéthylène

II.1	Introduction.....	47
II.2	Description du matériau	47
II.2.1	Désignation.....	47

II.2.2	Notion MRS.....	48
II.2.3	Notion SDR.....	48
II.3	Préparation des éprouvettes.....	49
II.3.1	Conditions d'usinage.....	49
II.3.2	Les outils de coupe.....	50
II.3.3	Processus de coupe.....	50
II.3.3.1	Opération de tournage.....	51
II.3.3.2	Opération de fraisage.....	54
II.4	Travail sur les anneaux.....	55
II.5	L'entaillage des éprouvettes.....	57
II.6	Les machines utilisées.....	59
II.7	Les étapes et les conditions avant l'essai.....	61
II.8	Principe de l'essai de CHARPY.....	66
II.9	Procédures d'essai de choc.....	66
II.10	Le mouton pendule Charpy.....	68

CHAPITE III : Résultats et Discussion

III.1	Introduction.....	71
III.2	Méthodes d'analyse des résultats.....	71
III.2.1	Résultats de l'essai d'absorption.....	71
III.2.2	Mesures de COD et des angles.....	74
III.3	Résiliences.....	74
III.4	Courbe résiliences.....	80
III.5	Les éprouvettes parallélépipédiques.....	82

INTRODUCTION GENERALE

Depuis plus d'une trentaine d'années, l'importance des matières plastiques est devenue primordiale pour plusieurs industries très variées et s'étendant à presque tous les aspects de la vie quotidienne des êtres humains. Il y a un certain temps, les applications se limitaient à des usages vraiment basiques de vie courante tels que les films d'emballage, les fibres textiles, les différents revêtements de sols ou de pièces mécaniques ou à des produits de bon marché en vue de remplacer des matériaux nobles comme les aciers ou les alliages.

Avec une maîtrise avancée et approfondie de la structure moléculaire des différents polymères, il a été possible d'arriver à la conception de solutions nouvelles et sur mesure avec des matériaux ayant des propriétés exceptionnelles. Il suffit de considérer la nature des monomères du polymère, les types de liaisons chimiques existantes ainsi que l'architecture macromoléculaire, il est désormais possible de moduler avec précision les caractéristiques mécaniques ou thermiques et chimiques des matières plastiques durant le processus de production.

Ce changement scientifique a donné l'occasion pour créer pour mettre au point de nouvelles générations de polymères encore plus résistants et aussi plus performants. Les impacts de nouveaux polymères ont ouvert la voie à des applications pointues et parfois inattendues, qui ont transformé secteurs entiers comme dans le cas de la médecine avec de prothèses performantes, dans le domaine de l'aérospatiale avec les matériaux composites et aussi dans les applications techniques liées aux énergies renouvelables pour protéger et faire durer les surfaces exposées aux conditions de l'environnement adverse [1].

L'utilisation des polymères, notamment celle des polyéthylènes, a connu une croissance exponentielle, largement favorisée par les progrès réalisés dans les techniques de polymérisation simultanée de plusieurs monomères, les techniques d'essais et d'analyse des structures neuves et vieillies. Le polyéthylène haute densité (HDPE) a été initialement développé en 1953 par le chimiste Karl Ziegler. Il a été synthétisé à l'aide d'un procédé de polymérisation par catalyse ionique de l'éthylène. Les premières méthodes de polymérisation ont impliqué l'utilisation de réacteurs à autoclave haute pression de 965 à 3030 bars et des températures comprises entre 93°C et 315°C [2].

Dans le Chapitre I, une bibliographie sur les matériaux HDPE extrudé sous la forme de tubes et leurs interactions avec des environnements agressifs tels que les hydrocarbures est présentée. En effet, le chapitre présente plusieurs informations sur les hydrocarbures, leurs utilisations ainsi que les polymères et leurs composants (Structures). Ensuite, il traite la fabrication de tube HDPE et les normes correspondantes en termes de qualité et de géométrie

de produits d'extrusion. Enfin, la question de l'interaction entre les tubes HDPE et des environnements d'hydrocarbures est adressée [3]. C'est l'objectif visé par ce travail en traitant le phénomène de vieillissement chimique au cas où le HDPE est utilisé pour transporter ou distribuer ou stocker des hydrocarbures bruts ou raffinés (Gas-Oil : Mazout, Gasoline : Carburant Essence Sans plomb).

Dans le Chapitre II, la méthode expérimentale est présentée. Des essais d'absorption de Gas-oil, Essence et pétrole brut ont été menés dans les conditions de laboratoire. Pour les propriétés mécaniques, le mode de chargement choisi est l'essai de choc de Charpy (Résilience) en considérant deux types de géométries : des éprouvettes sous forme d'arc (non standards) et des éprouvettes parallélépipédiques. Les propriétés mécaniques analysées incluent les résiliences (kJ/m^2) mesurées à l'air libre, dans des environnements agressifs et en fonction de la durée d'exposition (de vieillissement). De plus, les formes des déformations finales de l'éprouvettes testées sont examinées à l'air libre ainsi qu'en fonction des différents milieux et des périodes de vieillissement, en mesurant les angles finals. Ces angles servent à estimer une sorte de déplacement d'ouverture de fissure post-rupture, indiquant l'intensité de l'impact et l'ouverture maximale finale de la fissure engendrée. Pour finir, une estimation des mécanismes primaires de propagation de la fissure et d'absorption est faite pour les éprouvettes arcs et parallélépipédiques soumis à des environnements agressifs [4].

Enfin, le Chapitre III présente et discute les résultats obtenus pour les 2 approches utilisées, à savoir les essais d'absorption et les essais de choc. Il faut noter que les éprouvettes en arcs ont servi pour l'absorption et pour l'étude de la rupture dans les 4 cas considérés (A, T, E et N).

L'objectif de cette étude est d'investiguer les effets du vieillissement de tubes en HDPE destinés à la distribution du gaz naturel lorsqu'ils sont mis au contact de certains carburants issus du pétrole brut. Les étapes de réalisation de ce travail consistent en des opérations d'usinage des éprouvettes parallélépipédiques (essais d'absorption) et d'éprouvettes en arcs entaillées (essais de chocs). Trois milieux sont considérés ; il s'agit du pétrole brut (Crude Oil), du carburant diesel (Gas-Oil) et carburant Essence Sans plomb (Gasoline ou Naphta). Des essais d'absorption et d'impact sont menés sur les éprouvettes non vieillies (AS-Received) et cette vieillies (Agé) pour établir les % absorption dans le temps et l'évolution de l'énergie de rupture.

CHAPITRE I :

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE SUR L'INTERACTION DES MILIEUX D'HYDROCARBURES AVEC LE MATERIAU POLYETHYLENE

I.1 Introduction :

La détérioration d'un matériau polymère dans le domaine tuyauterie dépend de comment et dans quelle mesure il interagit avec son environnement. La dégradation des plastiques en service dépend de plusieurs paramètres : la chaleur, le rayonnement (ultraviolet et infrarouge), la pluie, l'humidité, les contaminants atmosphériques, le cycle thermique et la teneur en oxygène de l'air contribuent tous à la dégradation des plastiques exposés à l'extérieur. Aucun de ces facteurs n'est constant dans n'importe quel endroit, et les conditions météorologiques varient considérablement selon l'emplacement. La durée de vie utile des plastiques doit être prédictive pour planifier leur entretien et leur remplacement. Les thermoplastiques semi- cristallins tels que les conduites en HDPE posée en fouille sont susceptibles de se rompre lorsqu'ils sont exposés à des conditions environnementales défavorables, leur structure moléculaire amorphe (désordonnée) permet la propagation de microfissures - émanant généralement d'attaches mécaniques, d'angles internes pointus ou d'autres zones de forte contrainte. Ce mode de défaillance caractéristique peut être facilité par les intempéries extérieures, les vibrations ou, le plus souvent, par la combinaison de contraintes mécaniques et de contacts chimiques accidentels [5].

I.2 Les matériaux polymères :

I.2.1 Définition de polymère :

Un polymère est une macromolécule obtenue par la répétition d'une unité constitutive, encore appelée unité de répétition, comportant un groupe d'atomes liés par des liaisons covalentes (**Fig.I.1**).

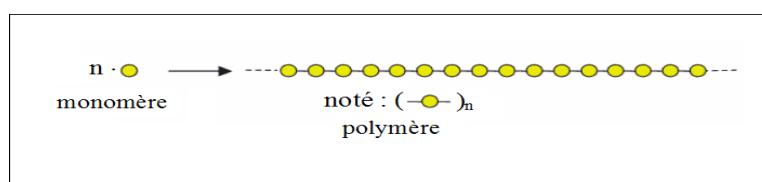


Figure I.1: modèle schématique de la synthèse d'un polymère [6]

n : veut dire <degré de polymérisation> ou < indice de polymérisation>

Pour des valeurs élevées de **n** (**n**>100), on parle de macromolécules. La plupart des macromolécules synthétiques se présentent de façon semblable, sous forme de fils longs et souples. Le terme polymère (du grec polus qui signifie « nombreux, plusieurs » et mēros qui signifie « unité, partie ») ; regroupe tout matériau formé par la répétition d'un très grand nombre

CHAPITRE I : Etude bibliographique sur l'interaction des milieux d'hydrocarbures avec le matériau polyéthylène

n de petites molécules de faible masse moléculaire appelées monomères qui sont liées entre elles par des liaisons primaires (liaisons covalentes) sachant que le monomère est une molécule de base (pouvant être par exemple non saturée ou cyclique ou encore comportant des fonctions réactives à ses extrémités. L'assemblage des monomères pour l'obtention des polymères (ou macromolécules) s'appelle la polymérisation. Cette réaction est aussi utilisée par les organismes vivants [6].

Chaque polymère se caractérise par son degré de polymérisation ou sa masse moléculaire. Le degré de polymérisation c'est le nombre total de monomères contenus dans une macromolécule. La polymérisation, qui désigne la réaction chimique de fabrication des macromolécules. Lorsque ce degré de polymérisation (DP) est inférieur à 30, on parle d'oligomère et lorsqu'il est supérieur à 30, c'est un polymère [6].

I.2.2 Elaboration des polymères :

Actuellement les matières plastiques sont essentiellement produites à partir de la pétrochimie . Le cycle suivant est le plus souvent déployé (**Fig I.2**) :

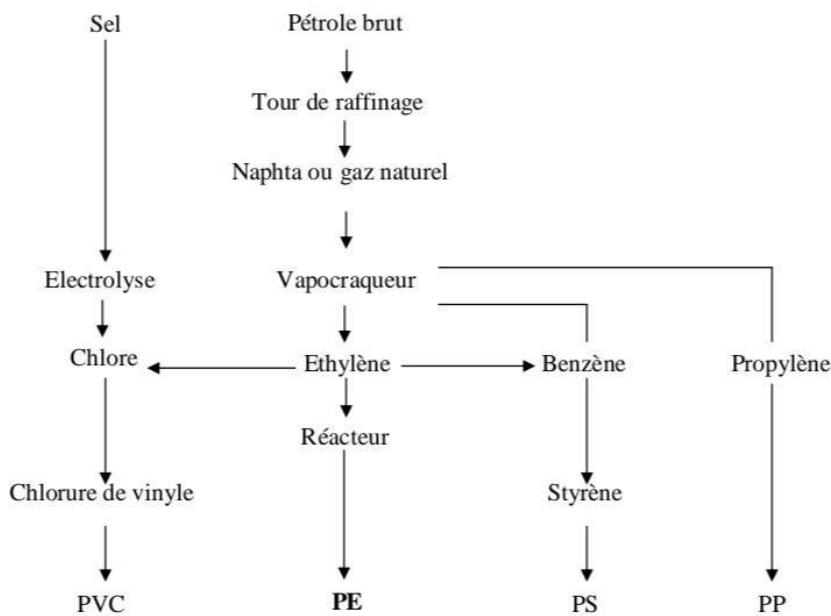


Figure I.2 : Grandes étapes de la fabrication des plastiques [7]

I.2.3 La polymérisation :

La polymérisation est la réaction qui, à partir des monomères, forme en les liants des composés de masse moléculaire plus élevée, les polymères ou macromolécules. Les noyaux des monomères sont le plus souvent constitués d'un atome de carbone (molécules organiques) ou d'un atome de silicium (polymères siliconés). On distingue les homopolymères les

CHAPITRE I : Etude bibliographique sur l'interaction des milieux d'hydrocarbures avec le matériau polyéthylène

Copolymères. Ils sont classés en 2 catégories : les thermoplastiques et les thermodurcissables.

Il existe essentiellement 2 types de réactions de polymérisation qui se différencient par leur cinétique réactionnelle :

- **La polymérisation par polyaddition** : C'est la polymérisation en chaîne dans laquelle les unités monomères sont additionnées une à une centre actif.

- **La polymérisation par polycondensation** : fournissent un ensemble de molécules dotées de propriété nouvelles et à grande valeur ajoutée : matériaux à haute résistance thermique ou chimique, fibres à haute ténacité, mousse rigides à porosité contrôlée, etc.

La réaction de polymérisation est en général aléatoire, de sorte que toutes les chaînes d'un polymère n'ont pas la même longueur. Une chaîne polymère est caractérisée par son degré de polymérisation, qui est le nombre de motifs monomères qui la constitue, et par sa masse molaire, qui est le produit de la masse molaire d'un motif par le nombre de motifs [8].

I.2.4 Propriétés des polymères :

Les polymères présentent plusieurs propriétés intéressantes c'est pour cela que leur domaine d'utilisation est très large et très varié. Examinons quelques propriétés de base des polymères :

– Propriétés thermiques :

La température de transition vitreuse "T_g" et la température de fusion "T_f" sont les deux températures fondamentales nécessaires dans l'étude des matériaux polymères. La température de transition vitreuse "T_g" est partiellement importante pour les polymères amorphes, notamment les thermoplastiques amorphes, pour lesquels, il n'existe aucune force de cohésion importante autre que l'enchevêtrement. Les zones cristallines ne fondent que bien au delà de la température de transition vitreuse "T_g". Les températures caractéristiques d'un seul et même matériau peuvent alors être classées de la façon suivante :

Température de transition vitreuse < Température de cristallisation < Température de fusion

Température de fusion < Température de décomposition thermique

– Propriétés mécaniques :

La grande majorité des polymères sont utilisés pour supporter des charges, c'est-à-dire qu'ils ont une fonction mécanique. Pour assurer cette fonction souvent critique, il convient de correctement dimensionner les pièces de structures, afin d'assurer leur résistances mécaniques et leur durée de vie en service.

CHAPITRE I : Etude bibliographique sur l'interaction des milieux d'hydrocarbures avec le matériau polyéthylène

Les propriétés mécaniques des polymères sont fortement influencées par la température et la vitesse de déformation. Pour un même matériau, une augmentation de la température conduit à un comportement évoluant de fragile à ductile, de même qu'une décroissance de la vitesse de déformation.

– Propriétés physiques :

Avant tout, rappelons qu'il existe une grande variété de matières plastiques, tout comme il existe un grand nombre d'alliages métalliques, une des caractéristiques physiques générales des polymères est :

La masse volumique : La masse volumique des matières plastiques est peu élevée. La légèreté des polymères est sans aucun doute une des qualités qui a le plus largement contribué à leur diffusion. En ce qui concerne le rapport (résistance à la traction / masse volumique), certains polymères sont en fait supérieurs bien à des matériaux métalliques. La faible masse volumique des plastiques est due au faible poids atomique des principaux atomes de leurs chaînes (principalement l'hydrogène et le carbone) [9].

I.2.5 Classification des polymères :

Les polymères peuvent être classés selon plusieurs modes qui sont :

Selon leur nature chimique :

- Polymères minéraux : exemple le polysilane.
- Polymères organiques: exemple le polyéthylène.
- Polymères organo-minéraux (hybride): exemple le Polydiméthylsiloxane.

Selon leur origine :

- Polymères naturels : exemple le caoutchouc naturel, cellulose, protéine.
- Polymères artificiels: obtenus par modification de polymères naturels, exemple : méthylcellulose.
- Polymères synthétiques : obtenus à partir de monomères qui n'existent pas dans la nature, exemple : les plastiques, les adhésifs [9].

Selon leurs domaines d'application :

Polymères techniques : ces polymères peuvent remplacer les matériaux traditionnels (métaux, céramiques...)

Polymères spéciaux : ces polymères possédant une propriété particulière (adhésion...) qui permet leur utilisation dans une application spécifique.

Selon leur architecture :

Les architectures macromoléculaires peuvent être divisées en quatre grandes familles : les

CHAPITRE I : Etude bibliographique sur l'interaction des milieux d'hydrocarbures avec le matériau polyéthylène

polymères linéaires, ramifiés, réticulés et les polymères amorphes, parfois ils peuvent être, au moins partiellement, cristallisés.

- **Polymères linéaire :** Sont constitués de grandes chaînes de monomères reliés entre eux par des liaisons covalentes.

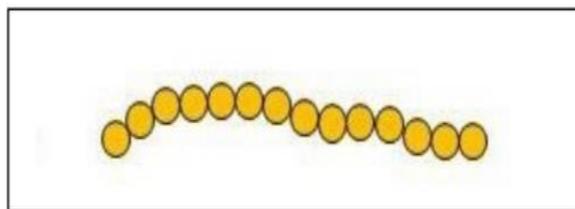


Figure I.3 : Polymère linéaire [9].

- **Polymères ramifiés :** Des chaînes homopolymériques ou copolymériques peuvent se greffer sur d'autres chaînes au cours de la polymérisation.

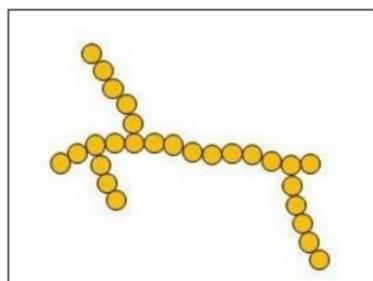


Figure I.4 : Polymères ramifiés [9].

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

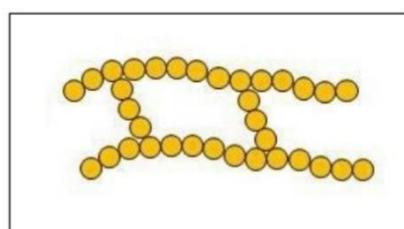


Figure I.5 : Polymères réticulés [9].

Polymères amorphes et polymères cristallisés : Les chaînes macromoléculaires peuvent être organisées de façon aléatoire dans l'espace et constituer ainsi une phase amorphe. La phase

CHAPITRE I : Etude bibliographique sur l'interaction des milieux d'hydrocarbures avec le matériau polyéthylène

amorphe est, en théorie équivalente à un liquide « figé », sans ordre moléculaire à grande distance ([Fig I.5](#)). Il existe néanmoins des orientations macromoléculaires préférentielles. Elles peuvent être rangées régulièrement avec la constitution d'un ordre responsable d'une propriété caractéristique de l'état cristallin : l'aptitude du matériau à diffracter les rayons X selon des angles définis. Ces structures peuvent aussi être observées en lumière polarisée. Dans un polymère, les deux états ordonnés et désordonnés peuvent exister dans un même matériau qui est alors de nature semi-cristalline [\[5\]](#).

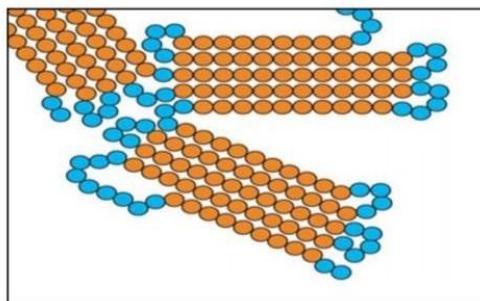


Figure I.6 : Polymère semi-cristallisé [\[9\]](#)

Selon leur comportement thermique :

- Les thermoplastiques : sont des polymères qui peuvent être moulés par chauffage et durcis par refroidissement.
- Les thermodurcissables : sont durs à la chaleur, ils se transforment de façon irréversible.
- Les élastomères : ils subissent de très grandes déformations sous l'action de contraintes mécaniques comme indiqué dans la [Figure I.7](#) pour les principaux groupes de polymères.

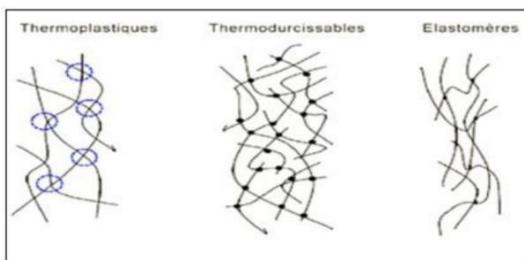


Figure I.7 : Principaux groupes des polymères [\[9\]](#)

I.2.6 Différents types de matières plastiques :

En fonction de leurs propriétés, les polymères sont divisés en trois classes. Il s'agit des thermoplastiques qui peuvent être partiellement cristallisés, les thermodurcissables et les élastomères.

- **Les thermoplastiques :** Les thermoplastiques ramollissent sous l'effet de la chaleur. Ils deviennent souples, malléables et durcissent à nouveau quand on les refroidit. Comme cette

CHAPITRE I : Etude bibliographique sur l'interaction des milieux d'hydrocarbures avec le matériau polyéthylène

transformation est réversible, ces matériaux conservent leurs propriétés et ils sont facilement recyclables. Leurs polymères de base sont constitués par des macromolécules linéaires, reliées par des liaisons faibles qui peuvent être rompues sous l'effet de la chaleur ou de fortes contraintes. Elles peuvent alors glisser les unes par rapport aux autres pour prendre une forme différente et quand la matière refroidit, les liaisons se reforment et les thermoplastiques gardent leur nouvelle forme, Exemples de thermoplastiques [10] :

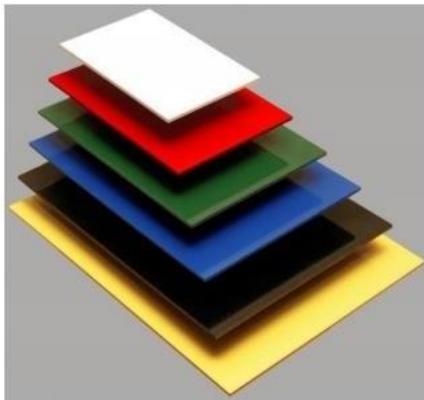


Figure I.8 : Les plaques de thermoplastiques



Figure I.9 : Quelques produits thermoplastiques.

Exemple des Polyéthylènes (PE) :

C'est aussi un polymère très polyvalent qui sert à la fois comme thermoplastique et comme fibre. Il est très facile à colorer et n'absorbe pas l'eau. On en trouve beaucoup sous forme de pièces moulées dans les équipements automobiles (parechocs, tableaux de bord, habillage de l'habitacle) et dans le mobilier de jardin. Ce matériau sert à fabriquer des boîtes à aliments qui résistent au lave-vaisselle parce qu'il ne fond pas en dessous de 160°C [9].

I.3 Le Polyéthylène :

I.3.1 Définition de Polyéthylène : Polyéthylène est un nom générique utilisé afin de décrire les polyoléfines issues de la polymérisation de l'éthylène (Figure 15). Ce sont les polymères les plus couramment utilisés [10].

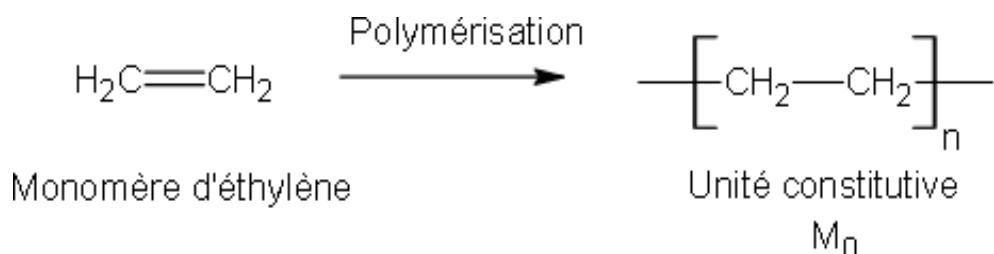


Figure I.10 : Polymérisation du polyéthylène [10]

I.3.2 Les types de polyéthylène :

Il existe trois grandes variétés de polyéthylène actuellement sur le marché:

-**le polyéthylène basse densité (PEBD)** : ce polymère thermoplastique de grande consommation est obtenu par polymérisation radicalaire de l'éthylène en opérant sous très haute pression (1800 à 3000 bars) et à haute température (200 à 300°C). Sa densité, voisine de 0,91-0,92, est plus faible que celle du polyéthylène haute densité, car sa structure révèle un taux de ramification supérieur à ce dernier.

-**le polyéthylène haute densité (PEHD)** : obtenu par catalyse Ziegler-Natta ou par le procédé Phillips. Il possède une structure plus linéaire et plus régulière que le PEBD. Ce polymère est semi-cristallin à une densité comprise entre 0,94 et 0,96 et a une très bonne résistance aux acides, alcools aliphatiques, aldéhydes, hydrocarbures aliphatiques et aromatiques.

-**le polyéthylène basse densité linéaire (PEBDL)** : la copolymérisation Ziegler-Natta de l'éthylène et d'une autre α -oléfine (1-butène, 1-hexène, 1-octène ou 4-méthyl-1-pentène) permet d'abaisser la densité du polyéthylène. Les propriétés physiques du matériau vont dépendre de la teneur en co-monomère et de sa distribution statistique. Concernant sa morphologie, il possède des ramifications de chaînes plus courtes que celles du PEBD. Sa masse volumique est de 0,92 cm³/g. Il présente une meilleure résistance à la rupture en traction que le PEBD. Comme toutes les polyoléfines, il est recyclable .

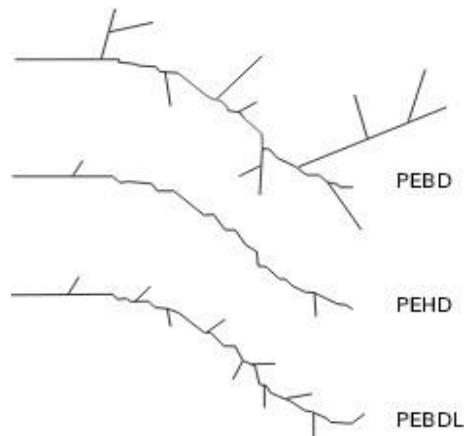


Figure I.11: Variétés de polyéthylène [10]

Le polyéthylène représente un quart de la production de plastiques synthétiques en raison de son faible coût de fabrication et de ses bonnes propriétés physiques et mécaniques. De plus, ce polymère peut être mis en forme aisément par extrusion ou injection. Il possède également

CHAPITRE I : Etude bibliographique sur l'interaction des milieux d'hydrocarbures avec le matériau polyéthylène

d'excellentes propriétés d'isolation électrique et de résistance aux chocs et présente une grande inertie chimique et biologique (contact alimentaire). Ces matériaux trouvent des applications dans de très nombreux domaines de la vie courante : emballage, objets moulés, tuyaux et câbles [10].

I.3.3 La structure et la morphologie de polyéthylène :

La morphologie des polymères semi- cristallins est très complexe, elle s'organise sur plusieurs échelles (microscopique, mésoscopique et macroscopique); comme le polyéthylène présente au moins deux phases différentes: la phase amorphe et la phase cristalline. Elle est analysée à plusieurs échelles, de la chaîne macromoléculaire aux sphérolites (Fig I.12) .

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

- A l'échelle nanoscopique, les chaînes se replient sur elles-mêmes et peuvent ainsi participer à l'édification de lamelles. L'épaisseur des lamelles cristallines, déterminée par diffraction des rayons X aux petits angles, est comprise entre 10 et 30 nm dans le cas du polyéthylène. Les lamelles amorphes et cristallines sont organisées sous forme d'empilements lamellaires.

-A l'échelle mécroscopique, le polymère est organisé sous forme d'empilements lamellaires, pour le HDPE se sont des sphérolites [12].

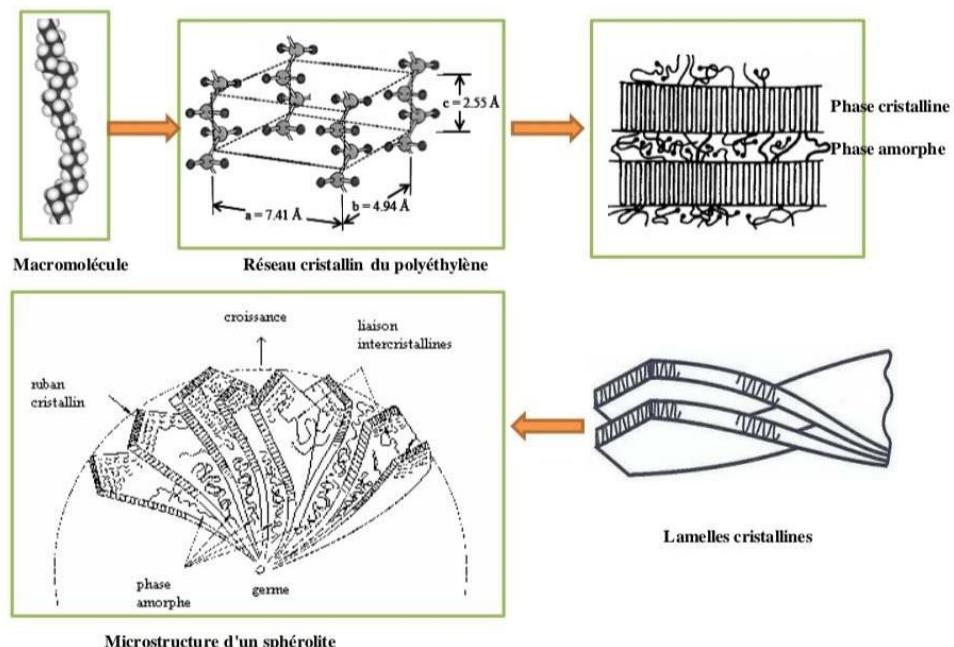


Figure I.12: Microstructure d'un polyéthylène [12]

I.3.4 Les propriétés de polyéthylène :

Les propriétés des polyéthylènes dépendent des paramètres structuraux comme la cristallinité, la masse volumique et la distribution des masses molaires, de la conception de la pièce et des conditions d'utilisation comme la durée des charges appliquées, la nature des contraintes de sollicitation et la température. L'introduction de branchements courts dans la chaîne carbonée, favorisant l'encombrement stérique, abaisse la masse volumique du HDPE et sa cristallinité [7].

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

Tableau I.1 : Propriétés mécaniques et thermiques des polyéthylènes [7]

I.3.5 Les tubes en polyéthylènes :

Les tubes en polyéthylènes sont caractérisés par : Les tubes en polyéthylènes sont caractérisés par :

- La classification de la résine: PE 40 - 63 - 80 – 100
- La pression nominale
- Le SDR: Diamètre extérieur/Epaisseur
- La MRS (Minimal Required Strength) ou “contrainte minimale requise”, issue de la classification des résines en PE (tableau I.2). L'appellation retenue par la future norme européenne donne à la fois la MRS de la résine et la “résistance hydrostatique à long terme”, en tenant compte du coefficient de sécurité fixé à 1.25. Les canalisations en polyéthylène se classent selon la MRS de la résine utilisée pour leur fabrication.

CHAPITRE I : Etude bibliographique sur l'interaction des milieux d'hydrocarbures avec le matériau polyéthylène

Des normes d'utilisation fixent le cadre conventionnel des comparaisons entre plusieurs résines PE sur une durée de 50 ans à une température de 20°C. D'une façon générale, la tenue d'une canalisation est fonction de sa durée et de sa température d'utilisation.

En se basant sur la connaissance du MRS, les dimensions des tubes (le diamètre et l'épaisseur de la paroi, la pression de service (PN)) sont déterminés et normalisés (ISO 4427).

Classification de la résine (selon ISO)	Contrainte minimale requise (MRS)	Résistance hydrostatique à long terme (à 20°C)
PE 100	10.0 MPa	8.0 MPa
PE 80	8.0 MPa	6.3 MPa
PE 63	6.3 MPa	5.0 MPa
PE 40	4.0 MPa	3.2 MPa
PE 32	3.2 MPa	2.5 MPa

Tableau I.2: Classification de la résine [12]

Le **Tableau I.3** regroupe quelques spécifications pour une composition de base de tubes en PE.

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

Tableau I.3: Quelques caractéristiques et spécifications [12]

I.3.6 Mise en œuvre du PE :

Pendant la mise en œuvre, le polymère est mélangé à différents produits (stabilisants, lubrifiants, plastifiants, charges..) pour élaborer une formulation qui se présente le plus souvent

CHAPITRE I : Etude bibliographique sur l'interaction des milieux d'hydrocarbures avec le matériau polyéthylène

sous forme de poudre ou de granulés. Cette formulation est ensuite fondue (cas des polymères semicristallins ou plastifiés (cas des polymères amorphes), à la fois par conduction thermique depuis les parois de l'outillage de mise en forme et par dissipation d'énergie mécanique. Cette matière thermoplastique très visqueuse est ensuite forcée dans un outillage qui va donner une première forme au produit (tube, film...), elle est ensuite mise en forme et alors refroidie, dans certain cas étirée ou bi-étirée, pour obtenir le produit final. De ce processus de mise en forme, des paramètres d'étirage et de refroidissement vont dépendre la structure cristalline du polymère et de l'orientation de la phase amorphe. Etant donné leur faible conductivité thermique et leur viscosité élevée, les matériaux polymères ne se laissent pas mettre en œuvre comme des matériaux traditionnels. Il faut en effet provoquer leur fusion, puis les mettre sous une pression suffisante pour pouvoir les forcer au travers des outillages de mise en forme.

Les machines d'extrusion ([Fig I.13](#)) sont des équipements de mise en œuvre les plus utilisés et au travers desquelles, la plus grande quantité de matières thermoplastiques est mise en forme. Les éléments actifs de ces machines sont une ou plusieurs vis enfermées dans un fourreau, dont la température peut être contrôlée par des éléments chauffants et refroidissants. Ces vis sont entraînées par un moteur électrique (parfois hydraulique) à vitesses variables au travers d'un réducteur et d'un dispositif d'accouplement [7].

-L'extrusion :

Une technique de fabrication continue de feuilles, de plaques, de tubes et de profilés. La matière plastique est introduite, sous forme de poudre ou de granulés, dans un cylindre chauffé. A l'intérieur de celui-ci tourne une vis sans fin assurant le transport et l'homogénéisation de la masse fondue. Cette masse plastique est ensuite pressée à travers une matrice d'extrusion ou une filière, qui donne la forme finale à la section de l'extrudat. Le produit extrudé est refroidi puis coupé en longueur [7].

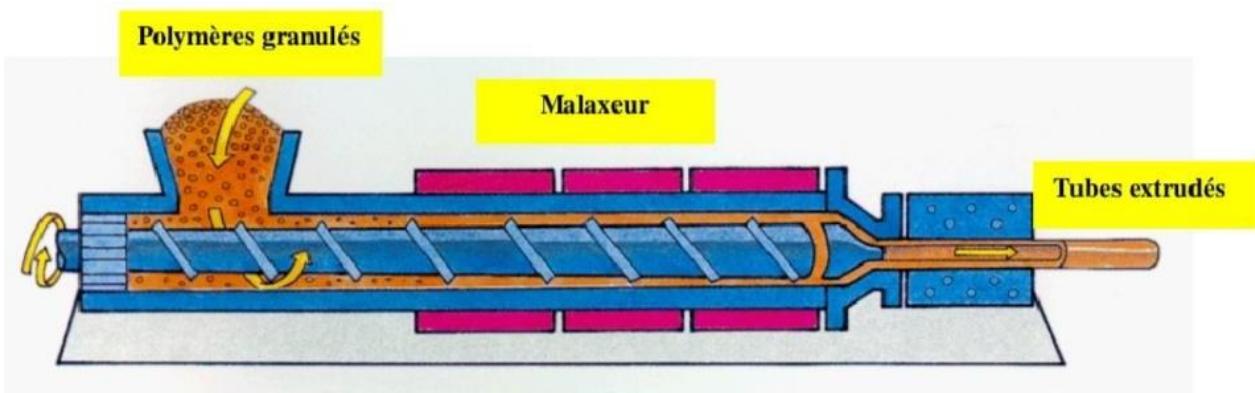


Figure I.13 : Représentation d'une machine d'extrusion des tubes [7]

Le HDPE peut être transformé par d'autres techniques :

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

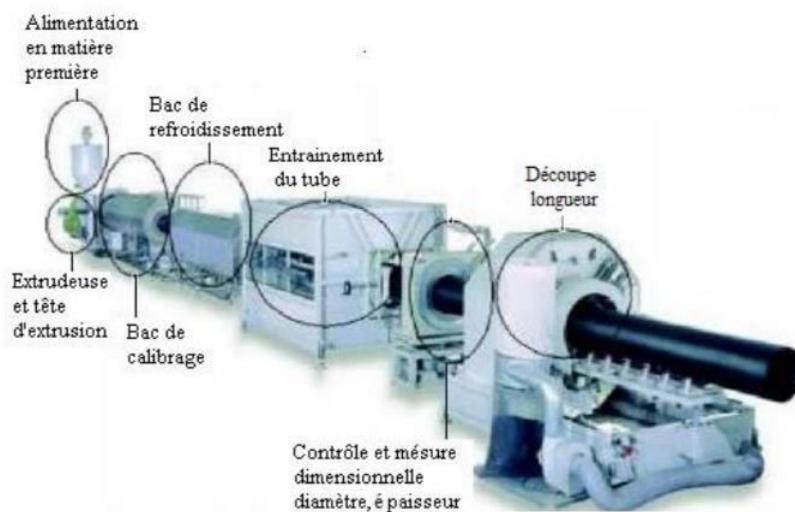


Figure I.14: Ligne d'extrusion de tube en polyéthylène [12]

I.3.7 Procédés de fabrication des tubes en matières plastiques :

-Tubes stratifiés : Leur fabrication s'effectue à partir d'une feuille de papier, d'une étoffe textile, ou d'un tissu de verre, préalablement imprégnés d'une solution de matière plastique, par trempage ou projection au pistolet. L'enroulement sous tension de la feuille autour d'un mandrin donne naissance à un rouleau dont l'épaisseur varie avec le nombre de tours. Ce

CHAPITRE I : Etude bibliographique sur l'interaction des milieux d'hydrocarbures avec le matériau polyéthylène

rouleau est ensuite polymérisé et aggloméré par passage dans une étuve, ou mieux par moulage dans un moule approprié, serré entre les plateaux chauffants d'une presse hydraulique. Des tubes stratifiés peuvent être fabriqués à froid avec certaines matières plastiques liquides dont la prise est obtenue par mélange avec un catalyseur.

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

-Tubes centrifugés: Ce procédé est utilisé avec les polyméthacrylates. La matière est projetée par centrifugation contre un moule cylindrique chauffé, animé d'un mouvement de rotation. Le tube est retiré après refroidissement [7].

I.3.8 Application de polyéthylène :

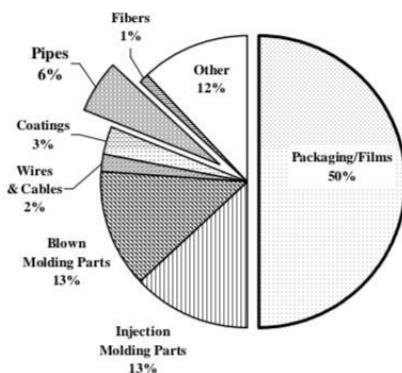


Figure I.15 : Distribution des applications mondiales en PE [7]

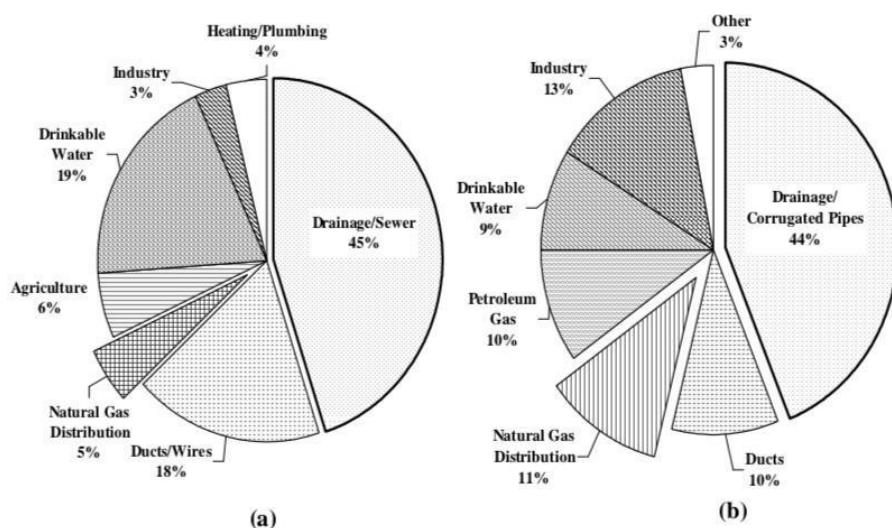


Figure I.16 : Domaines d'applications du PE en 2006 ; (a) USA et (b) EU [7]

CHAPITRE I : Etude bibliographique sur l'interaction des milieux d'hydrocarbures avec le matériau polyéthylène

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

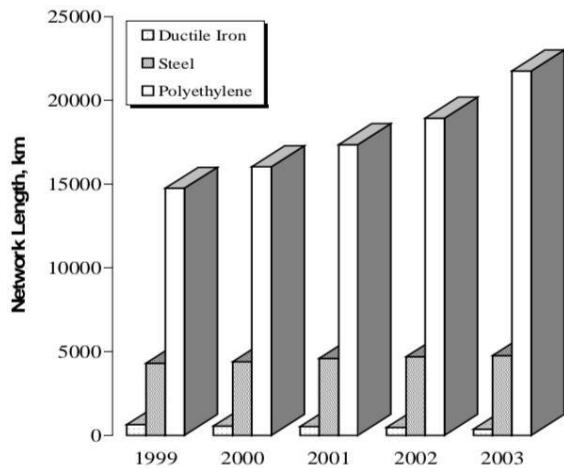


Figure I.17 : distribution des applications en mondiales en PE [7]

L'extrusion des granulés sur monovis 20 à 25 D est faite à un taux de compression de 3-3.5 et une température d'extrusion de 200° (entrée) à 240°C (filière). Les PE de moyenne densité sont aussi sollicités comme le HDPE dans des conditions similaires. Les applications sont nombreuses et intéressantes parmi lesquelles [7].

I.3.8 Principales propriétés du HDPE :

-Rigidité :

Comportement au choc : La rigidité d'une pièce en HDPE est d'autant plus élevée que la cristallinité du polymère est importante. Du fait que, l'augmentation de la masse molaire s'accompagne d'une baisse de la cristallinité 'K', la rigidité décroît quand la masse molaire augmente .

La résistance au choc varie en sens inverse de la rigidité.

CHAPITRE I : Etude bibliographique sur l'interaction des milieux d'hydrocarbures avec le matériau polyéthylène

La résistance au choc d'une pièce en HDPE est d'autant meilleure que :

- sa masse molaire est plus importante (mais sa transformation est plus difficile),
- la température est plus élevée (mais la rigidité décroît fortement avec la température),
- la distribution des masses molaires est plus étroite (pour les pièces injectées)

-Propriétés physiques :

La différence entre le HDPE et le PEBD est le point de ramollissement, puisqu'il se situe au-dessus du point d'ébullition de l'eau pour l'un et au-dessous pour l'autre. Les articles fabriqués, avec le polyéthylène de haute densité, peuvent ainsi être stérilisés à la vapeur.

-Propriétés thermiques :

La température de fusion du HDPE est comprise entre 125 et 135°C [14]. Sa température de transition vitreuse (T_g) est d'environ -110°C . Ses caractéristiques ainsi que le point de ramollissement Vicat sont d'autant plus élevés que le taux de cristallinité est important.

L'enthalpie de fusion du PE dépend de la structure moléculaire induite par le procédé de polymérisation ainsi que du procédé de mise en forme et plus précisément des conditions de refroidissement/ cristallisation [13].

-Résistances chimique :

A cause de sa nature paraffinique non polaire, le HDPE résiste bien aux acides forts et aux bases fortes. Cette résistance chimique est exploitée pour le transport des matières dangereuses dans des fûts extrudés-soufflés en HDPE de masse molaire élevée. La résistance chimique augmente avec le taux de cristallinité et dans une moindre mesure avec la masse molaire. Elle diminue fortement quand la température augmente. En revanche, le HDPE gonfle légèrement dans les solvants aliphatiques et davantage dans les solvants aromatiques dans lesquels, il se dissout partiellement à haute température.

-Comportement aux rayonnements :

Le HDPE est sensible au rayonnement solaire, plus particulièrement, dans le domaine UV. Après une exposition prolongée, le vieillissement se traduit par une baisse de la résistance au choc et de l'allongement à la rupture [13].

I.3.9 Avantages et Inconvénients du HDPE :

I.3.10 Avantages :

- Mise en œuvre aisée.

CHAPITRE I : Etude bibliographique sur l'interaction des milieux d'hydrocarbures avec le matériau polyéthylène

- Excellentes propriétés d'isolation électrique.
- Résistance aux chocs.
- Grande inertie chimique.
- Qualité alimentaire Perte du caractère perméable des PE que ce soit à l'eau, mais aussi à l'air et aux hydrocarbures.

Inconvénients :

- Sensibilité aux UV en présence d'oxygène.
- Sensibilité à la fissure sous contrainte.
- Mauvaise tenue à la chaleur.
- Collage important [13].

I.4. Les hydrocarbures :

I.4.1 Définition des hydrocarbures :

Les hydrocarbures sont des molécules composées uniquement d'atomes de carbone et d'hydrogène. Il existe trois chaînes distinctes d'hydrocarbures : la chaîne aliphatique et la Série alicyclique et aromatique. Les hydrocarbures aliphatiques (AH) sont constitués de Chaînes carbonées linéaires qui peuvent être saturées ou contenir une ou plusieurs chaînes doubles ou Triples liaisons (alcanes / alcènes / alcènes). Les hydrocarbures alicycliques peuvent également être saturé ou avoir une ou plusieurs doubles liaisons, alors on en parle respectivement de cyclanes et de cyclènes. Cependant, la structure cyclique est incompatible avec les triples liaisons du fait de leur géométrie linéaire, à moins que la molécule ne contienne un minimum de 8 carbones (cyclynes). Il existe aussi des hydrocarbures bicycliques ou tricycliques. Enfin, la chaîne aromatique ne comprend que des hydrocarbures insaturés. Elle rassemble tous les composés renfermant un ou plusieurs noyaux aromatiques. Les hydrocarbures aromatiques contenant plusieurs noyaux aromatiques accolés sont appelés hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) [14].

I.4.1 Composition chimique :

Les hydrocarbures pétroliers contiennent principalement des molécules composées d'atomes de carbone et d'hydrogène. Il s'agit d'alcanes non cycliques (ou paraffines), des cycloalcalnes (ou naphtènes), d'alcènes (ou oléfines) et d'hydrocarbures aromatiques (Fig I.18). D'autres constituants mineurs sont également présents dans les hydrocarbures pétroliers, comme des métaux et des composés polaires qui contiennent de l'azote, du soufre ou de l'oxygène. Les molécules polaires de faible masse moléculaire sont appelées des résines,

CHAPITRE I : Etude bibliographique sur l'interaction des milieux d'hydrocarbures avec le matériau polyéthylène

les plus lourdes étant regroupées sous l'appellation d'asphaltènes. La composition élémentaire des hydrocarbures pétroliers est présentée dans le [Tableau I.4](#).

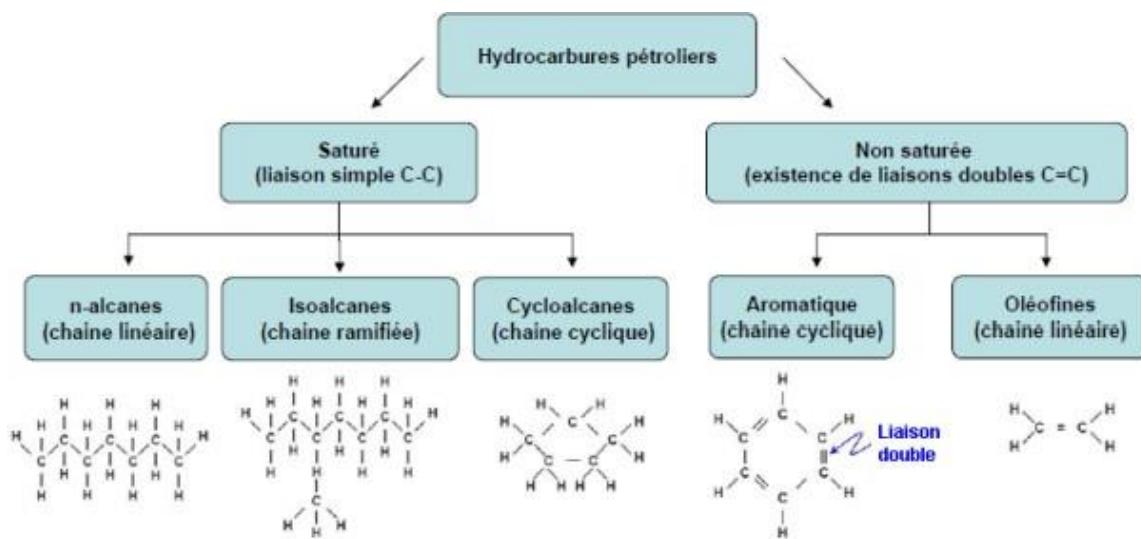


Figure I.18: Structure moléculaire de base des principaux hydrocarbures pétroliers [15].

Eléments	Pourcentage
Carbone	83 à 87 %
Hydrogène	10 à 14 %
Azote	0,1 à 2 %
Oxygène	0,05 à 6,0 %
Soufre	0,05 à 6 ,0 %
Métaux	<0,1 %

Tableau I.4 : Composition élémentaire des hydrocarbures pétroliers [15]

Les alcanes sont des hydrocarbures saturés qui sont répartis en deux groupes : les alcanes non cycliques, qui correspondent aux alcanes linéaires ou ramifiés, et les alcanes cycliques ou cycloalcanes, également connus sous le nom de naphtènes ([Fig I.18](#)). Les alcènes sont des hydrocarbures insaturés caractérisés par la présence d'au moins une double liaison covalente entre deux atomes de carbone ([Fig I.18](#)). Les alcènes non cycliques n'ayant qu'une double liaison possèdent une formule brute de la forme C_nH_{2n} , où « n » est un entier naturel supérieur ou égal à 2. L'alcène le plus simple est l'éthylène. Les alcanes et les alcènes non cycliques

CHAPITRE I : Etude bibliographique sur l'interaction des milieux d'hydrocarbures avec le matériau polyéthylène

constituent les hydrocarbures non aromatiques, qui sont également désignés sous le terme hydrocarbures aliphatiques.

La Figure I.19 présente des exemples de la structure moléculaire des alcanes non cycliques (le décane, un alcane linéaire, et le 2,4-diméthylhexane, un alcane ramifié), d'un cycloalcane (le cyclohexane) et de l'alcène le plus simple, l'éthylène [15].

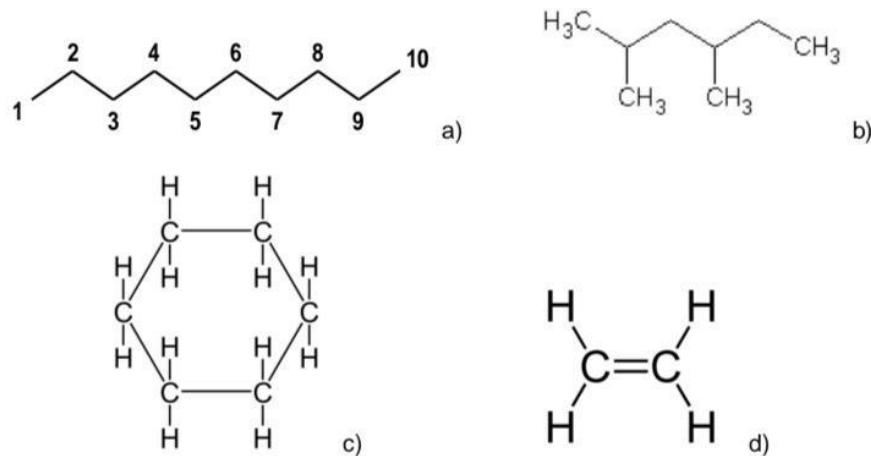


Figure I.19 : Structure moléculaire du décane (a), du 2,4-diméthylhexane (b), du cyclohexane (c) et de l'éthylène (d) [15]

I.4.3 Utilisations des hydrocarbures :

Les hydrocarbures sont essentiellement utilisés comme :

* Carburants.

* Combustibles et pour la fabrication des huiles lubrifiantes.

* Ils constituent aussi la matière première des synthèses pétrochimiques.

* Ils sont utilisés comme source de carbone pour la culture des microorganismes (Lefebvre, 1986), et se différencient fondamentalement des sucres par l'absence d'oxygène (Adrian, 1974) [16].

I.4.4 Classification des Hydrocarbures :

Les hydrocarbures constituent la fraction la plus importante d'un pétrole brut, ils représentent entre 65 et 95 % de la plupart des pétroles bruts. Ces derniers peuvent être classés en quatre familles principales en proportions variables selon leur origine:

- Les hydrocarbures saturés (30 à 70 %) ;
- Les hydrocarbures aromatiques et polyaromatiques (20 à 40 %) ;

CHAPITRE I : Etude bibliographique sur l'interaction des milieux d'hydrocarbures avec le matériau polyéthylène

- Les composés polaires(5 à 25 %) et les asphaltènes ;
- Les résines et les métaux (0 à 10 %)(Benchouk, 2017) [16].

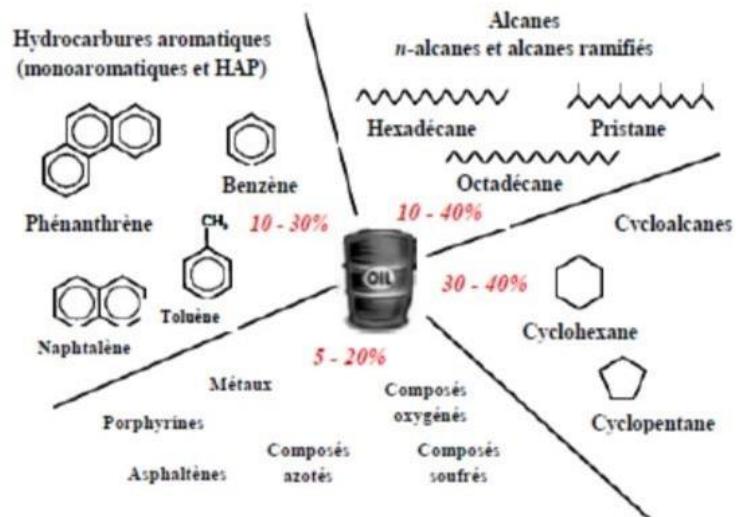


Figure I.20 : Représentation des principales familles d'hydrocarbure et autres composés d'un pétrole avec quelques exemples de molécules [16]

I.4.5 Classification des hydrocarbures liquides :

Les hydrocarbures liquides ou liquéfiés sont classés selon leur état physique en quatre catégories :

-Catégorie "A" - hydrocarbures liquéfiés dont la pression de vapeur à 15 C° est supérieure à 1bar. Ceux-ci sont répartis en deux sous-catégories :

-Sous-catégorie "A-1"- hydrocarbures maintenus liquéfiés à une température inférieure à 0 C°.

-Sous-catégorie Catégorie "A-2" -hydrocarbures liquéfiés dans d'autres conditions.Catégorie "B" -hydrocarbures liquides dont le point d'éclair est inférieur à 55 C°.

-Catégorie "C" -hydrocarbures liquides à point d'éclair supérieur ou égal à 55 C° et inférieur à 100 C°. Ceux-ci sont répartis en deux sous-catégories :

-Sous-catégorie C1 - Hydrocarbures à une température égale ou supérieure à leur point d'éclair :

- Sous-catégorie C2 - Hydrocarbures à une température inférieure à leur point d'éclair. Les fuel-oils lourds, quel que soit leur point d'éclair, sont assimilés à des hydrocarbures de catégorie C2 .

-Catégorie "D"- hydrocarbures liquides dont le point d'éclair est supérieur ou égal à 100

CHAPITRE I : Etude bibliographique sur l'interaction des milieux d'hydrocarbures avec le matériau polyéthylène

C° Ceux-ci sont répartis en deux sous-catégories :

- Sous-catégorie D1 - Hydrocarbures à une température égale ou supérieure à leur point d'éclair.
- Sous-catégorie D2 - Hydrocarbures à une température inférieure à leur point d'éclair[14].

I.4.6 Propriétés physico-chimiques des hydrocarbures :

-Densité : Elle correspond à la masse par unité de volume.. Elle tend à diminuer lors des processus d'altération des hydrocarbures : augmentation de la température, évaporation des fractions plus légères, ou interaction avec les particules du sol (Mbogne, 2017). Presque tous les hydrocarbures sont plus légers que l'eau, pour les produits les plus courants la densité varie de 0.7 à 0.9.

-La solubilité : La solubilité est la capacité d'une substance à se dissoudre dans la colonne d'eau .Elle est de l'ordre de : µg/l (solubilité faible) ; mg/l (solubilité moyenne); g/l (solubilité importante). En général, les HAP ont une faible solubilité, comprise entre 30 mg/l pour les composés légers et 10 – 4 mg/l pour les plus lourds.

-Polarité : Ils sont faiblement polaires avec des points d'ébullition et de fusion élevés. Les HAP sont apolaires ou peu polaires.

-Viscosité : Elle est définie comme la résistance à l'écoulement d'un liquide. Des hydrocarbures pétroliers ayant une faible viscosité sont très fluides et se propagent rapidement, rendant leur confinement difficile. La viscosité est influencée par la température. En effet, plus la température est faible, plus la viscosité est élevée [16].

Groupe	Composés	Unité	Essence	Diesel	Pétrole brut		Mazout intermédiaire	Mazout lourd n°6
					Léger	Lourd		
Alcanes	Totaux	%	50 - 60	65 - 95	55 - 90	25 - 80	25 - 35	20 - 30
	Alcanes non cycliques		45 - 55	35 - 45	40 - 85	20 - 60	10 - 25	10 - 20
	Cycloalcanes		5	25 - 50	5 - 35	0 - 10	0 - 5	0 - 5
Alcènes			5 - 10	0 - 10	-	-	-	-
Aromatiques	Totaux		25 - 40	5 - 25	10 - 35	15 - 40	40 - 60	30 - 50
	BTEX		15 - 25	0,5 - 2,0	0,1 - 2,5	0,01 - 2,0	0,05 - 1,0	0,00 - 1,0
	HAP		-	0-5	10 - 35	15 - 40	30 - 50	30 - 50
Composés polaires	Totaux		-	0-2	1 - 15	5 - 40	15 - 25	10 - 30
	Résines		-	0-2	0 - 10	2 - 25	10 - 15	10 - 20
	Asphaltènes		-	-	0 - 10	0 - 20	5 - 10	5 - 20
Métaux		ppm	-	-	30 - 250	100 - 500	100 - 1 000	100 - 2 000
Soufre		%	0,02	0,1 - 0,5	0 - 2	0 - 5	0,5 - 2	2 - 4

Tableau I.5 : Composition chimique des principaux hydrocarbures pétroliers [15]

CHAPITRE I : Etude bibliographique sur l'interaction des milieux d'hydrocarbures avec le matériau polyéthylène

Propriété	Unité	Essence	Diesel	Pétrole brut		Mazout intermédiaire	Mazout lourd n°6
		Léger	Lourd				
Viscosité	mPa.s * (15 °C)	0,5	2,0	5 à 50	50 à 50 000	1 000 à 15 000	10 000 à 50 000
Point d'écoulement	°C	-	-35 à -10	-40 à 30	-40 à 30	-10 à 10	5 à 20
Densité	g/ml (15 °C)	0,72	0,84	0,78 à 0,88	0,88 à 1,00	0,94 à 0,99	0,96 à 1,04
Densité API	degré API	65	35	30 à 50	10 à 30	10 à 20	5 à 15
Solubilité dans l'eau	mg/l	200	40	10 à 50	5 à 30	10 à 30	1 à 5
Point d'éclair	°C	-35	45	-30 à 30	-30 à 60	80 à 100	> 100
Tension interfaciale	mN/m † (15 °C)	27	27	10 à 30	15 à 30	25 à 30	25 à 35

Tableau I.6 : Propriétés des principaux hydrocarbures pétroliers [15]

I.4.7 Transport et stockage des hydrocarbures:

Le polyéthylène haute densité (PEHD) constitue une option technique intéressante pour le transport et la distribution du gaz naturel et des hydrocarbures, compte tenu de ses avantages en termes de résistance mécanique à long terme, de durée de vie, de coûts de maintenance et de résistance au vieillissement chimique[17].

Le transport des hydrocarbures s'effectue par plusieurs méthodes : via les pipelines, les routes, le transport ferroviaire et le transport maritime [14].

-Mode de transport par pipeline :

Le transport des hydrocarbures par pipelines (Figure 04) est une activité intermédiaire dans la chaîne pétrolière ; caractérisé par son rôle important dans l'acheminement des produits des gisements d'hydrocarbures vers les centres de traitements et de liquéfaction, à savoir : raffineries et complexes gaz naturel liquéfié. A cet effet, la disponibilité des installations, leur intégrité opérationnelle, afin d'honorer Les contrats avec les clients ne peuvent être satisfait qu'avec une fiabilité bien garantie, au stade de la conception et de l'exploitation de ces installations. Cependant, les multiples accidents plus ou moins Dangereux, notamment dû à la corrosion, pouvant affecter de nombreuses structures, provoquant parfois des dégâts importants [14].



Figure I.21: Mode de transport par pipeline [14]

-Stockages des hydrocarbures :

-Stockage de pétrole brut : Les réservoirs de stockage sont nécessaires à l'exploitation des champs pétroliers pour que la production ne soit pas interrompue suite à des arrêts du cheminement de pétrole brut vers les bacs de stockages des terminaux qui se trouvent sur les côtes ou près des unités de transformation de ces hydrocarbures.

Les réservoirs de stockage sont nécessaires à l'exploitation des champs pétroliers pour que la production ne soit pas interrompue suite à des arrêts du cheminement de pétrole brut vers les bacs de stockages des terminaux qui se trouvent sur les côtes ou près des unités de transformation de ces hydrocarbures.

Nous pouvons diviser le groupe des bacs en trois, en fonction de leurs états :

- Premier groupe en phase de remplissage.
- Deuxième groupe en phase de décantation.
- Troisième groupe en phase de vidange.

Le choix de la capacité d'un parc de stockage est fait en fonction du débit véhicules et des capacités des moyens de transport [18].

-Stockage des gaz :

Un gazomètre est un réservoir servant à stocker le gaz de ville, le gaz naturel ou bien le biogaz à température ambiante et à une pression proche de la pression atmosphérique. Le volume du réservoir varie selon la quantité de gaz qu'il contient, la pression étant assurée par

CHAPITRE I : Etude bibliographique sur l'interaction des milieux d'hydrocarbures avec le matériau polyéthylène

Une cloche mobile verticalement. Les plus grands gazomètres ont des capacités allant jusqu'à 350 000 m³, pour des structures atteignant plus de 60 mètres de diamètre.

-Stockage du gaz naturel liquéfié (GNL) :

Le but de l'unité de stockage et expédition est d'assurer le bon stockage de GNL produit par le train de liquéfaction dans les bacs de stockages. En moyenne, un GNL a une masse volumique de l'ordre de 480 kg/m³ et un pouvoir calorifique de 25 GJ.

La grande volatilité représente un danger potentiel très important. La conception des réservoirs et de leur environnement est donc dominée par le problème de la sécurité. Celui-ci s'analyse en plusieurs aspects :

-La sécurité passive : consiste à concevoir le réservoir de stockage de manière à minimiser la probabilité des incidents et leurs conséquences. Ces incidents peuvent être de nature interne ou externe.

- **Interne** : risque de fuite, de choc thermique, de surpression, d'évaporation anormale et brutale, ...etc.. ;
- **Externe** : incendie à l'extérieur du réservoir, séisme, chute d'objets volants, sabotage par arme à distance, sabotage par charge portative.

-La sécurité active : consiste à disposer de moyens de lutte contre les conséquences incidentes

: cuvettes de rétention en cas de fuite, dispositifs de lutte contre l'incendie, etc... [18]

I.5 Interactions entre HDPE et les hydrocarbures :

Cette section résume la littérature pertinente sur l'interaction entre le polyéthylène et les huiles ou les solvants organiques. Aujourd'hui, les progrès techniques dans l'industrie des polymères ont permis aux pipelines et conteneurs en plastique de devenir des solutions efficaces pour le transfert sûr et rapide du pétrole brut (CO) et du gaz naturel (GN). Les polymères et les matériaux composites associés sont de plus en plus utilisés dans la production et le transport du pétrole et du gaz comme solution fiable contre la corrosion. [17].

CHAPITRE I : Etude bibliographique sur l'interaction des milieux d'hydrocarbures avec le matériau polyéthylène

MATERIAL/ PRODUCT	EXPERIMENTAL CONDITIONS	HYDROCARBON	SATURATION TIME (h)	GAIN (%)
Geomembranes; HDPE test sheets; 350x300x1.6 mm ³ .	Sorption and desorption; Gravimetric method, 25°C	Benzene	42	0.12
		Toluene	37	0.11
		Acetone	106.7	0.02
HDPE film "cast"; 0.4 mm thick	Permeability study, Chromatography, 60°C, (Test. time: 140 min.)	Toluene/Methanol	Tol: 50 min.	High
HDPE compression molded sheets; (30x6x1.18 mm ³)	Raman spectroscopy, 30°C (Relaxation: 18h) Gravimetric method. (2500 h)	TM mixture 50:50	TM: 48 min.	Low
HDPE; Pre-pressed sheets; 305x305x1.65 mm ³ .		Crude oil (mixture)	3	6.9
HDPE pipe SDR 9, 2.61 mm thick.		Toluene (polar)	8.6	-
HDPE pipe; Machined sheets; 80x10x2mm ³ .		1-butanol (non polar)	1324.6	-
PE pipe grade, samples: 50x20mm ² ; 0.6 mm thick.	Ageing, Methods: FTIR, TGA, (Test. time: 145 days)	Toluene	16.2	-
		1-butanol	966.7	-
PE pipe; Monomodal. 2.59 mm thick, branched, diameter 12 mm.	Solubility, diffusivity, Weight loss method.	Diesel oil (Non-polar)	50°C	336
		Methyl ester (Biodiesel, Low polarity)	20°C	1080
		Toluene	23°C	173.6
PE pipes; branched, 1.8 mm thick, $\chi_c=58\%$, diameter 12 mm.	Sorption and desorption; 23°C	1-Butanol	> 4 months	< 0.005
		Crude MCHM	> 4 months	< 0.005
		MCHM : [(4-methylcyclohexyl)-Methanol]		
	Sorption, sample of 10 mg, (Test time up to 541 days)	Internal: liquefied propane and external: air gaseous propane	400	3.8

Tableau I.7: Temps de saturation (d'équilibre) typiques publiés pour une variété d'hydrocarbures en contact avec des matériaux PE [19]

I.5.1 Les types du vieillissement :

Sous l'effet de l'environnement, un tube en PE peut être dégradé chimiquement, physiquement, mécaniquement ou en combinaison de ces trois types de dégradations. Le Tableau 1 résume les principaux types de vieillissements, qui engendrent la dégradation des plastiques. Il est à noter que le vieillissement englobe 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 .

Plusieurs types de vieillissement affectent les polymères ; le vieillissement chimique, physique et mécanique. Dans la pratique, les différents vieillissements se superposent et les trois phénomènes s'interfèrent [20].

CHAPITRE I : Etude bibliographique sur l'interaction des milieux d'hydrocarbures avec le matériau polyéthylène

Vieillissement	Sans interaction avec l'environnement	Interaction avec l'environnement	Couplage physico-chimique	Couplage mécano-physico-chimique
Chimique	-Vieillissement thermique anaérobie	-Thermo-oxydation -vieillissement photochimique -Vieillissement en milieu réactif -Vieillissement biochimique	-Vieillissement chimique avec perte des antioxydants -Vieillissement chimique et plastification	-Couplage fissuration oxydation -Vieillissement sous contrainte -Couplage fissuration et vieillissement chimique
Physique	-Relaxation structurale -Migration des additifs	-Absorption de solvant	-Extraction des additifs en milieu liquide	-Stress Cracking en milieu solvant - Choc hygrothermique
Mécanique	-Fluage/ Relaxation -Fatigue -Usure			

Tableau I.8: Processus de dégradation [20]

-Vieillissement chimique :

Les polymères sont constitués de longues chaînes moléculaires, qui sont les macromolécules formées par l'union chimique ou la polymérisation d'unités simples, les monomères. Les propriétés des polymères sont gérées par la composition chimique, l'architecture moléculaire, le taux de cristallinité et/ou la morphologie des cristallites. Choi et al. discutent le vieillissement chimique, en partant du concept de la masse molaire , selon son étude, un polymère est généralement caractérisé par sa masse molaire MW [g/mol], qui représente le poids, en grammes, de N molécules, avec N le nombre d'Avogadro : 6×10^{23} .

La dégradation chimique des polymères dans un sens plus large, peut être considérée comme tout type de modification d'une chaîne polymère, soit du squelette principal de la chaîne et/ou des groupes latéraux. Ces modifications se traduisent souvent par la rupture de liaisons de valence primaires et la scission de chaînes, conduisant à la diminution de la masse moléculaire ([Fig. I.22](#)). Comme dans la polymérisation, le processus de dégradation peut s'initier par l'intermédiaire de mécanismes radicalaires et/ou ioniques. Dans les deux cas, la réduction du MW résulte de la scission aléatoire des chaînes (dégradation aléatoire), ou par dépolymérisation ce qui libèrent des unités monomères successives progressant à partir d'une extrémité de la chaîne. Par exemple, les polyoléfines hydrocarbonées (PE, PP, PB) se dégradent par oxydation thermique aléatoire, par l'intermédiaire d'un mécanisme de radicaux libres, tandis que le PTFE se dépolymérise. Le POM se dégrade de manière aléatoire par un mécanisme de radicaux libres au-dessus de 270°C. Par contre, au-dessous de 270°C, il se dégrade de manière ionique en se décompressant et en libérant le formaldéhyde HCHO. Les polymères insaturés, qui ont des doubles liaisons C=C, avec des électrons accouplés entre les atomes de carbones, sont plus

CHAPITRE I : Etude bibliographique sur l'interaction des milieux d'hydrocarbures avec le matériau polyéthylène

sensibles à la dégradation par oxydation que des polymères saturés qui contiennent une paire d'électrons entre les bandes de carbone. Dans la pratique, des additifs sont utilisés pour fournir une certaine protection contre la dégradation, leur consommation est un facteur critique à considérer lors de l'étude de la durée de vie des polymères, dans diverses applications [20].

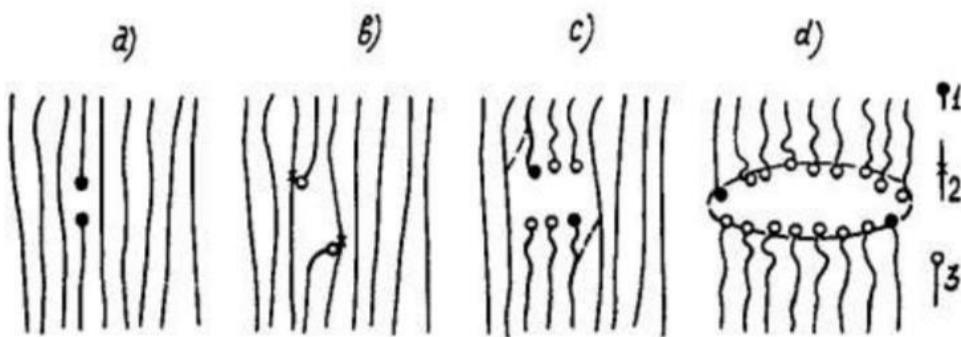


Figure I.22: Mécanisme de génération des microfissures:

- a) rupture primaire d'une macromolécule avec formation de deux radicaux terminaux x (•— désigne un radical terminal); (b) interaction des radicaux terminaux avec les macromolécules adjacentes, ce qui entraîne la formation de radicaux libres internes (χ—) et de groupes terminaux stables (o—); (c) scission des radicaux libres internes donnant des groupes atomiques stables et des radicaux terminaux; (d) formation de sous-microfissures résultant de la dégradation de la chaîne des macromolécules [20].

Dans le cas des tubes en HDPE pour le transport d'eau potable, la scission des chaînes est causée par l'oxydation du radical de la chaîne polymérique. Les précurseurs de la scission des chaînes sont des radicaux alkoxy, qui peuvent se réorganiser par scission, mais également peuvent capter l'hydrogène pour donner les alcools. Les radicaux alkoxy sont formés par décomposition d'hydroperoxyde, ou par l'échappement des radicaux de peroxydes de combinaisons bimoléculaires non-terminées.

Dans les réseaux de distribution d'eau, l'oxydation est initiée par la décomposition de l'hydroperoxyde au fur et à mesure que les espèces réactives du désinfectant contenues dans l'eau traitée attaquent le polymère. Les antioxydants phénoliques sont présents dans le PE pour empêcher l'oxydation à long terme. Cependant, ils peuvent être consommés chimiquement par les espèces réactives de désinfectants ou physiquement par diffusion à travers la paroi du tube en HDPE, ainsi ils seront extraits par l'eau et évaporés à l'interface eau-polymère et polymère-

CHAPITRE I : Etude bibliographique sur l'interaction des milieux d'hydrocarbures avec le matériau polyéthylène

air, respectivement. Par conséquence, les profils de la perte des antioxydants sont d'une importance cruciale pour la compréhension du processus de vieillissement du tube [20].

-Vieillissement physique :

Le vieillissement physique d'un polymère n'altère pas sa composition chimique. Cette notion recouvre l'ensemble des modifications lentes qui touchent la structure physique du matériau et qui pourraient se traduire par une variation dimensionnelle, ou juste une réorganisation interne des chaînes polymères. L'augmentation de la cristallinité, la relaxation des contraintes thermiques ou mécaniques, le gonflement par absorption de petites molécules (eau, CO₂, N₂, hydrocarbures, etc.), la migration d'additifs, etc. sont des phénomènes que subissent les polymères au cours de vieillissement, sans que leur chimie ne soit affectée. Ces phénomènes, peuvent être, à l'origine de fissurations, fluage, décoloration, pelage, puisqu'ils peuvent générer des gradients de contraintes. Une étude très détaillée du vieillissement physique a été menée par Struik , porté sur 35 matériaux dont de nombreux polymères synthétiques (PVC, PMMA et PC), des macromolécules naturelles (C₁₂H₂₂O), mais aussi des métaux présentant des transitions vitreuses (Pb).

La température de transition vitreuse T_g d'un polymère est l'un des paramètres les plus importants pour déterminer sa température d'utilisation, ses propriétés physiques et mécaniques ainsi que les conditions de traitement du matériau, aussi bien pour les polymères totalement amorphes que pour les polymères semi-cristallins. Comme l'a déclaré le lauréat du prix Nobel Anderson qu'elle est le « ... problème non résolu le plus intéressant de la théorie de l'état solide [20].

I.5.2 Interactions avec les tuyaux en polyéthylène :

En conditions réelles, les canalisations en plastique sont en interaction constante avec les autres réseaux souterrains (égouts, eau potable, câbles, etc.), qui ne sont pas nécessairement constitués de polymères. Leur vulnérabilité augmente donc, car les risques de détérioration peuvent devenir importants. Les mesures de protection sont réexaminées en incluant différents moyens de protection et des remblais adaptés. Il convient de souligner que les applications les plus importantes des tubes en PE restent liées au transport de fluides. Le HDPE est le matériau de référence utilisé pour le transport de gaz sous pression.

Pour les canalisations de drainage, la plupart des systèmes d'écoulement gravitaire sont

CHAPITRE I : Etude bibliographique sur l'interaction des milieux d'hydrocarbures avec le matériau polyéthylène

construits avec des tuyaux ondulés en PEHD. Ils comprennent principalement les égouts, les drains, les drains souterrains et les égouts sanitaires. Dans les systèmes de drainage, les tuyaux enterrés peuvent atteindre un diamètre de 1 524 mm et sont conçus pour supporter à la fois les charges du sol et les charges vives. La flexibilité des tuyaux en HDPE permet de transférer une partie de la surcharge sur le sol environnant. Une déformation excessive présente un risque de flambage des tuyaux[21].

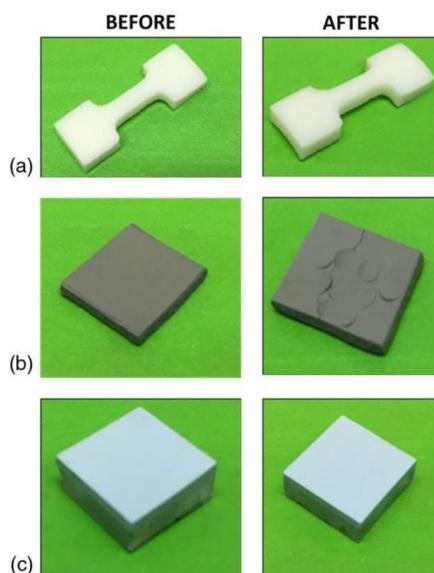


Figure I.23 :Matériaux polymères et modifications des propriétés visuelles ; les images montrent le matériau avant le contact avec le 1-butanol et après 4 mois de contact ; le tuyau HDPEPEX-B2 (a) n'a pas changé d'aspect, tandis que le polyuréthane (b) s'est fissuré et a gonflé, et l'époxy (c) a présenté une légère modification de couleur [22]

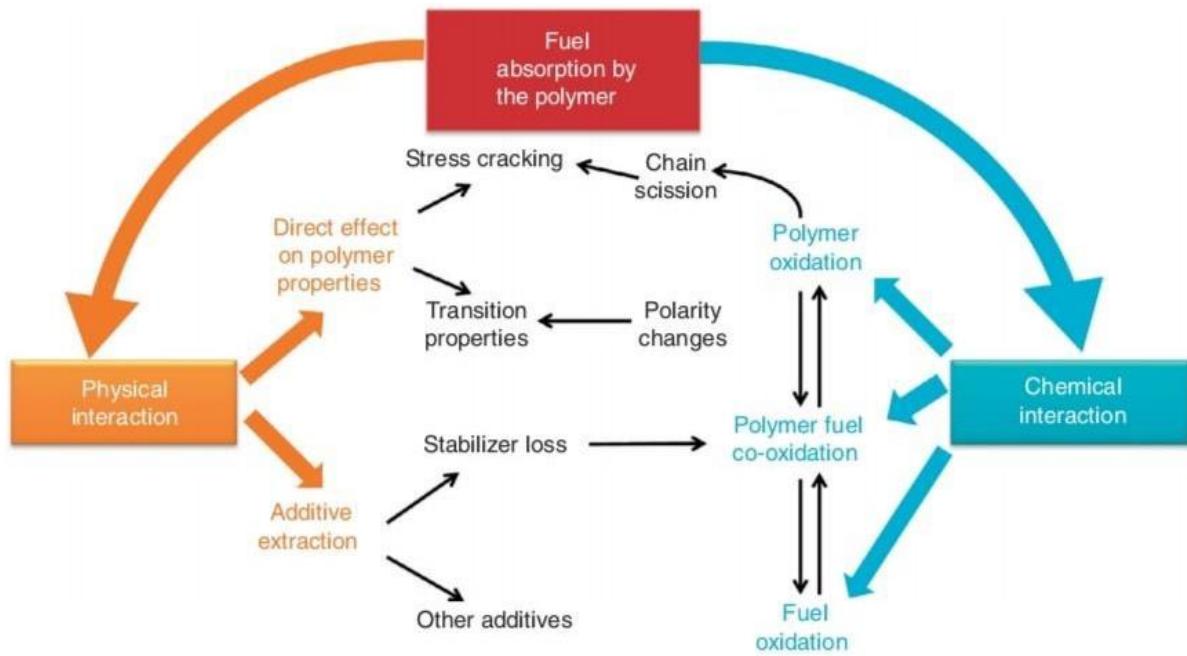


Figure I.24: Schéma des interactions possibles polymère-carburant ayant des conséquences éventuelles sur la durabilité du polymère [23]

I.5.3 Interaction avec l'eau distillée:

La figure I.25 illustre l'effet de l'eau distillée sur la rugosité de surface des tuyaux. Pour l'intérieur, la rugosité absolue (R_a) a diminué de 4,9 % tandis que pour la surface extérieure, elle a augmenté de 5,8 %. La différence des deux plis qui existait avant l'exposition à l'eau distillée (figure 2 : état initial) est à peu près maintenue après contact (49,5 %) [24].

CHAPITRE I : Etude bibliographique sur l'interaction des milieux d'hydrocarbures avec le matériau polyéthylène

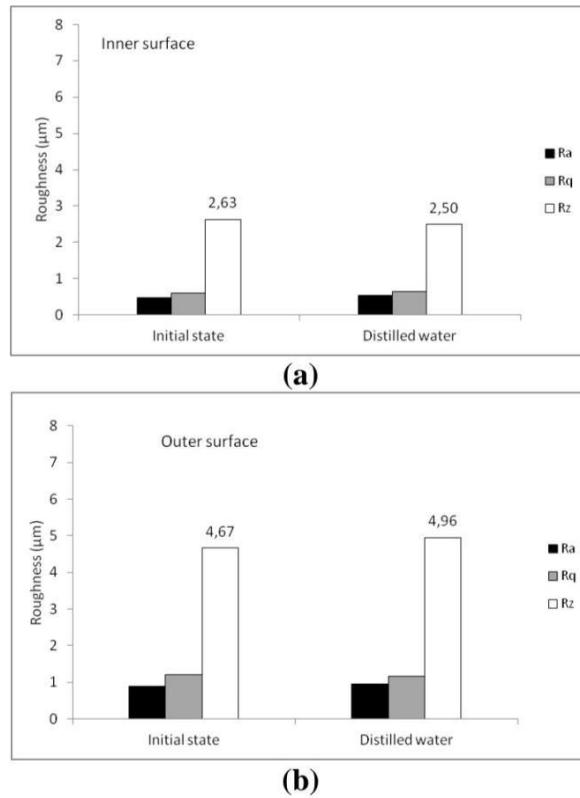


Figure I.25: Effet de l'eau distillée sur la rugosité de (a) la surface interne et (b) la surface externe [24].

La figure I.25 illustre l'effet de l'eau distillée sur la rugosité de surface des tuyaux. Du côté intérieur, la rugosité absolue (Ra) a diminué de 4,9 %, tandis que pour la surface extérieure, elle a augmenté de 5,8 %. La différence de deux plis qui existait avant l'exposition à l'eau distillée est à peu près maintenue après le contact (49,5 %). La surface du matériau en polyéthylène est généralement hydrophobe et résiste donc à l'eau, tandis que dans des conditions humides et en présence de polluants, une perte progressive d'hydrophobie se produit. Le phénomène de gonflement du PE a été identifié et peut être aggravé par d'autres paramètres tels que la pression externe. Kriston et ses collègues ont noté que pour une immersion précoce dans l'eau distillée, le poids des échantillons a augmenté de 0,50 % en 5 mois, mais a diminué progressivement jusqu'à se stabiliser autour de 0,19 % en 12 mois [25].

I.5.4 Interaction avec Dichlorométhane:

Les organiques volatils et les huiles minérales présents dans les eaux souterraines, ou dans le remblai de tuyau, peuvent perméabiliser les tuyaux en plastique. La présence de contamination est généralement identifiée par les clients et se manifeste par un goût et une odeur inhabituels dans les systèmes de distribution d'eau. Pour les substances hautement toxiques, y compris le dichlorométhane et le benzène, le seuil de goût et d'odeur devrait être bien en dessous du niveau maximal de contaminants dans l'eau potable (MCL). Le dichlorométhane est un solvant connu pour ses la volatilité et son puissant pouvoir oxydant, généralement utilisé dans les tests de résistance chimique pour déterminer la qualité des tubes en polymère . Les résultats de rugosité sont illustrés dans la Figure L'effet du dichlorométhane semble réduit sur la surface extérieure (augmentation d'environ 1 % par rapport à la valeur initiale) tandis qu'un phénomène d'érasure est observé sur la surface intérieure (chute de rugosité de 10 %)[24].

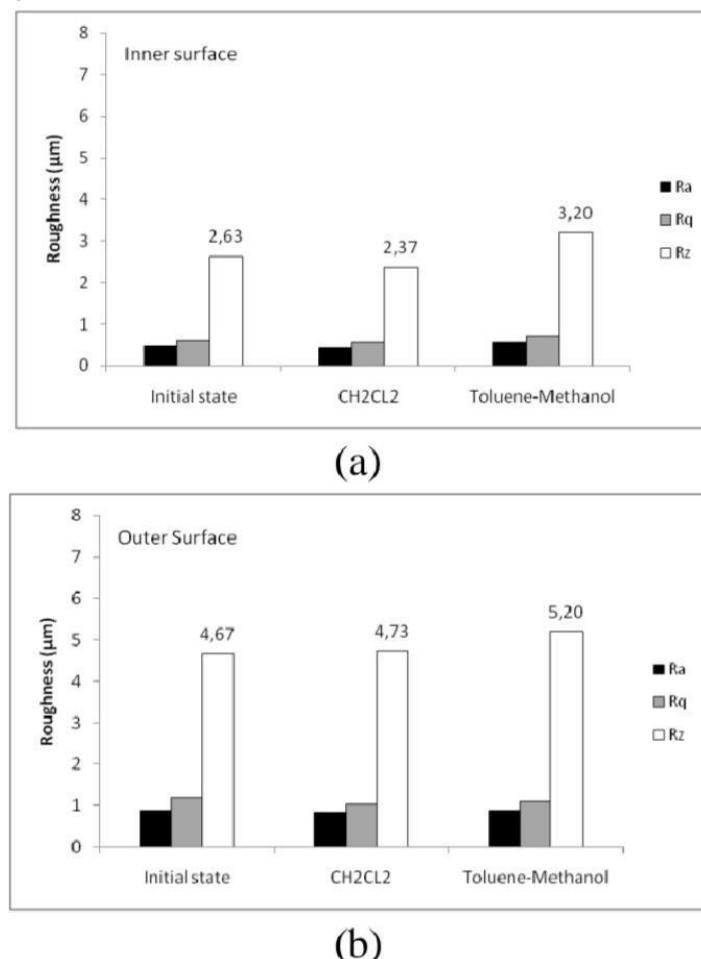


Figure I.26 : Effet du dichlorométhane et du toluène-méthanol sur la rugosité de (a) la surface intérieure et (b) la surface extérieure. [24].

I.5.5 Interaction avec le toluène-méthanol :

La figure 28 présente l'interaction du HDPE avec un mélange toluène-méthanol, connu pour être un bon solvant de nombreux matériaux. On constate que la limite d'élasticité est nettement plus faible et que les seuils d'écoulement (début d'étirage) se produisent à des déformations légèrement plus importantes que dans l'air. Le phénomène d'étirage, situé à environ 11 MPa, est sensiblement plus court que celui de l'air. Concernant le début du durcissement plastique, la pente est réduite ; elle devient plus faible, ce qui indique un effet direct du mélange des deux solvants sur les chaînes structurales du polyéthylène, qui sont désormais complètement orientées autour de 500 % de déformation jusqu'à 900 %. La déformation à la rupture atteint la limite de 950 % avec une dispersion moindre avant la rupture [26].

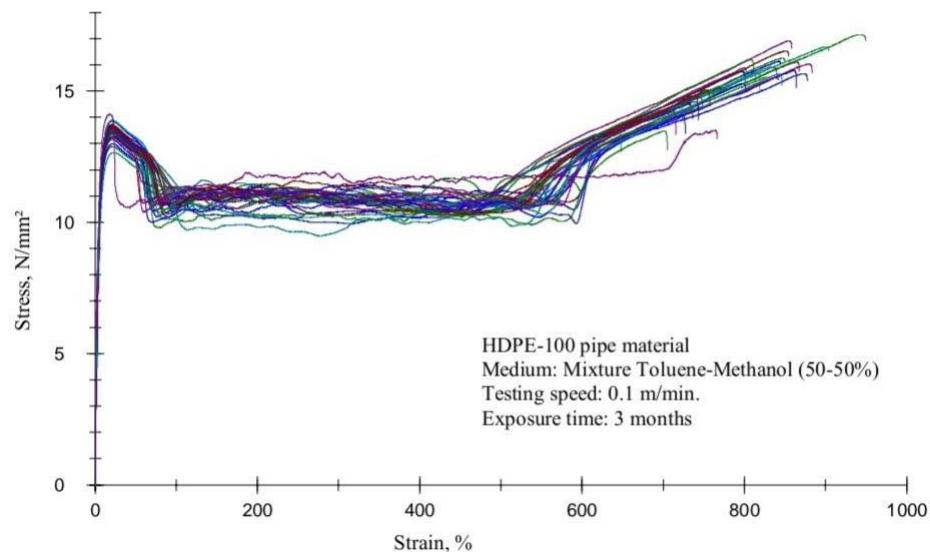


Figure I.27: Courbes de contrainte de résine HDPE dans une solution de toluène-méthanol [26]

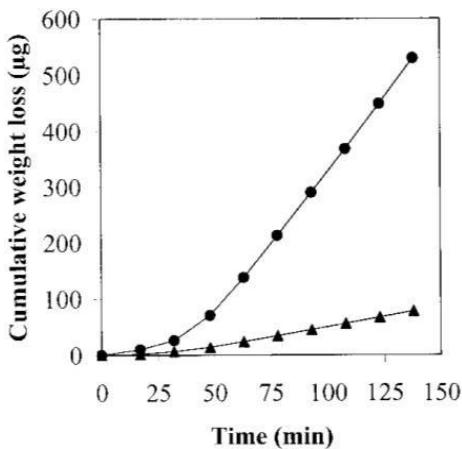


Figure I.28 : Perte de poids cumulée en fonction du temps pour toluène (T) (●) et méthanol (M) (Δ) lorsqu'une solution TM (50/50) traverse un film HDPE de 400 µm à 60 °C [27]

La figure I.28 montre l'évolution des masses de vapeurs de méthanol et de toluène ayant traversé un film de HDPE de 400 µm en contact avec un mélange de masses équivalentes de ces deux solvants à 60 °C. On constate notamment que le flux de méthanol est très inférieur à celui du toluène. Ces courbes permettent de déterminer le temps de réponse de chacun des composants et, une fois la phase permanente atteinte, d'obtenir leurs flux de perméation respectifs [27].

I.5.6 Interaction avec Diesel et Gasoline :

Les résultats d'immersion des échantillons d'essai dans l'essence et le diesel illustrent les courbes présentées à la figure I.29. On observe clairement deux trajectoires avec une nette différence de taux d'absorption, malgré la stabilité du temps d'immersion. De plus, une absorption maximale atteignant 85 % a été observée pour les échantillons immersés dans l'essence ; et une valeur maximale atteignant 4 % pour le diesel.

La figure I.29 montre que la courbe d'absorption de l'essence suit la courbe de Fick. On observe une augmentation linéaire jusqu'à la deuxième semaine, suivie d'une stabilisation des

CHAPITRE I : Etude bibliographique sur l'interaction des milieux d'hydrocarbures avec le matériau polyéthylène

valeurs d'absorption après la troisième semaine, avec une période transitoire d'immersion non linéaire après la 11e semaine. L'immersion des échantillons dans l'essence et le diesel a révélé une capacité d'absorption d'essence plus élevée au cours des trois premières semaines, jusqu'à saturation, après quoi le processus d'absorption s'est quasiment stabilisé. L'immersion dans le fioul a révélé une capacité d'absorption relativement faible et régulière, notamment pendant la période d'immersion. [28]

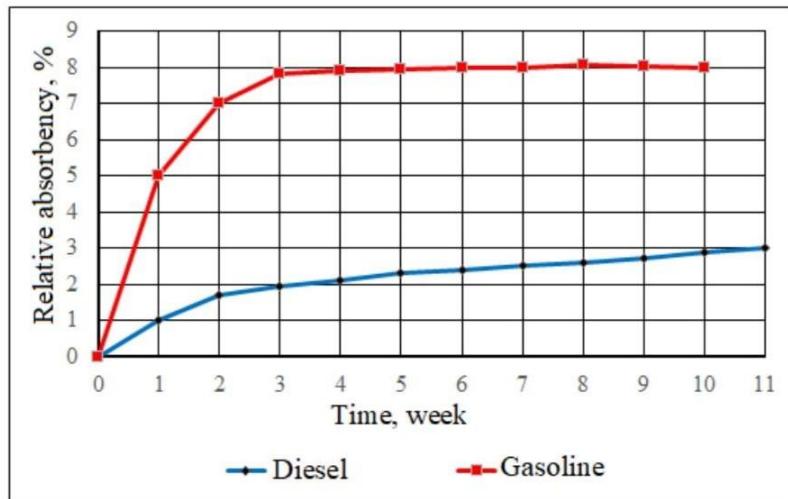


Figure I.29 : Courbes d'absorption relative des carburants (essence et diesel) par des échantillons HDPE [28]

I.5.7 Interaction avec l'acide sulfurique :

Au contact des ions H⁺ provenant de l'acide sulfurique, le HDPE présente un comportement contrastant avec celui des environnements pétrole brut et toluène-méthanol. La limite d'élasticité est comparable à celle de l'air, voire légèrement inférieure, mais la dispersion des courbes est importante. Il a été constaté que la contrainte d'étirage moyenne est également similaire à celle de l'air (~12,5 MPa), tandis que son étendue dépasse largement celle du cas de référence de l'air, comme le montre la figure 4 pour tous les environnements considérés. La zone de durcissement plastique reste comparable, mais les déformations à la rupture approchent environ 1 000 %, ce qui représente plus de 200 % par rapport à l'air, mais est bien inférieur à celui du pétrole brut. La zone III est également caractérisée par une forte dispersion et la contrainte nominale à la rupture est relativement plus faible (< 16 MPa) par rapport aux autres cas [26].

I.5.8 Interaction avec la température:

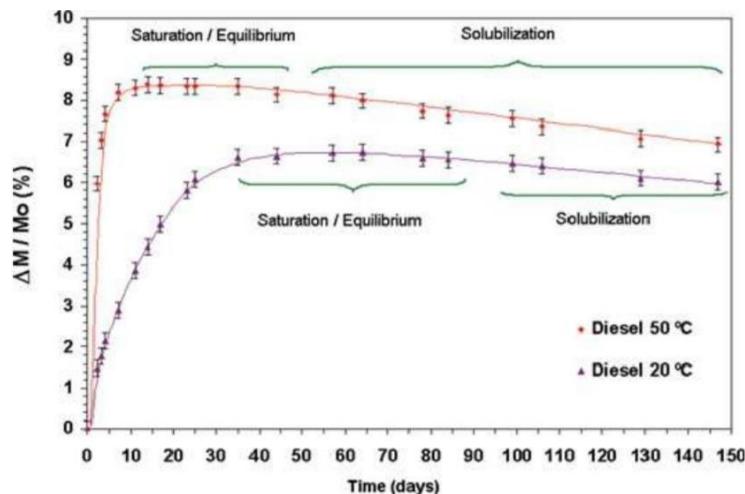


Figure I.30: Analyse gravimétrique : absorption en fonction du temps et de la température [29]

I.5.9 Interaction avec le pétrole brut :

L'interaction du tube HDPE avec le pétrole brut, dans un dispositif expérimental similaire, montre une diminution substantielle de toutes les propriétés mécaniques liées à l'état de

Chapitre I : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE SUR L'INTERACTION DES MILIEUX D'HYDROCARBURES AVEC LE MATERIAU POLYETHYLENE

contrainte. En effet, la limite d'élasticité, le seuil de contrainte d'étirage et la contrainte moyenne d'étirage sont tous inférieurs à ceux du cas air. La dispersion des courbes obtenues sur toute l'épaisseur du tube (de l'extérieur vers l'intérieur) est importante, en particulier pour les zones (II) et (III) illustrées à la figure 2. Par exemple, la contrainte moyenne pendant la phase d'étirage s'étend entre 9,5 et 12,5 MPa, tandis que la contrainte nominale à la rupture atteint environ 19 MPa. La zone III présente une déformation comprise entre 500 % et 1500 % et présente une certaine dispersion par rapport aux cas air et mélange toluène-méthanol.

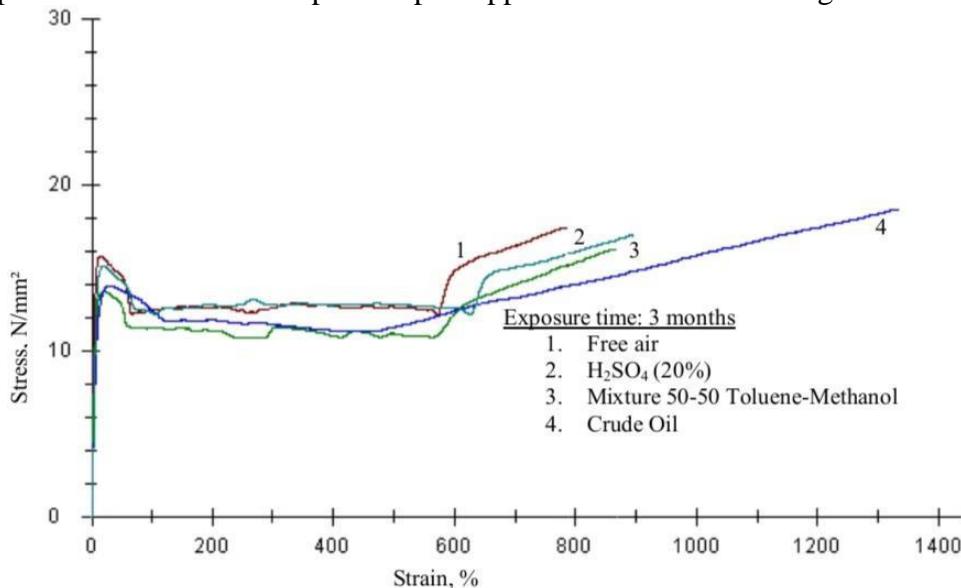


Figure I.31: Composition des courbes de contrainte-déformation de la résine HDPEPE-100 dans des environnements de test [26]

On observe également une contraction conséquente de la zone d'étirage (II), qui ne couvre qu'environ 400 % de la déformation (tandis que la zone III occupe plus de 1 000 % de la déformation). L'interaction avec le pétrole brut est probablement due au transport de certaines fractions pétrolières par le flux gazeux. De plus, la pente plastique de durcissement est presque entièrement déployée dans ce cas, assurant une continuité harmonieuse entre les zones II et III, tandis que la transition est assez radicale pour les environnements air et toluène-méthanol [26].

I.5.10 Intéraction avec Acide chlorhydrique :

Dans cette étude, il était intéressant d'étudier l'effet d'un acide fort tel que HCl afin de mettre en évidence le comportement des tuyaux en HDPE en contact avec des ions chlorure. En effet, plusieurs études ont été menées pour vérifier le rôle du chlore dans H₂O sur la dégradation

Chapitre I : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE SUR L'INTERACTION DES MILIEUX D'HYDROCARBURES AVEC LE MATERIAU POLYETHYLENE

des tubes utilisés pour l'eau potable. Il a été démontré que le chlore et ses dérivés détériorent les propriétés du HDPE, notamment en combinant la chaleur [13]. Les résultats de rugosité mesurés sur les surfaces extérieure et intérieure du tube sont présentés les Figure.

Pour la surface intérieure (Figure I.32 a), il a été constaté que la rugosité augmente en contact avec HCl. Cet effet est proportionnel à la concentration lorsque celle-ci a été variée de 1 % à 10 % et 20 %. Cette observation est similaire aux résultats de la surface extérieure mais avec des valeurs plus grandes (Figure I.32 b) [25]

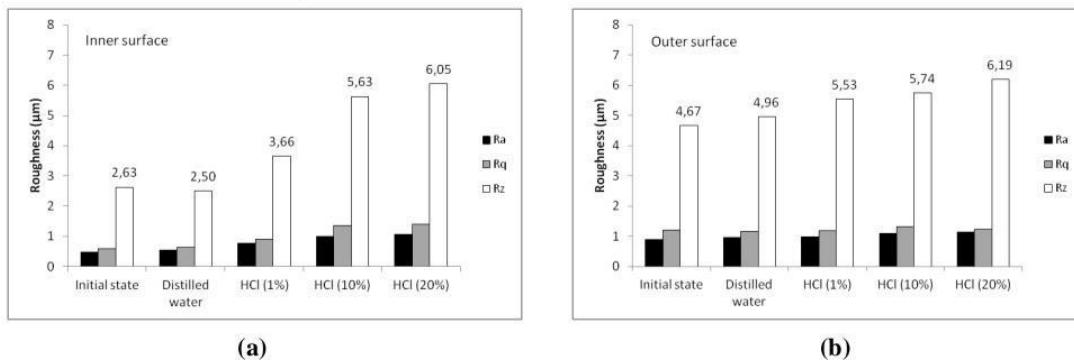


Figure I.32: Rugosité de (a) la surface intérieure et (b) la surface extérieure [25]

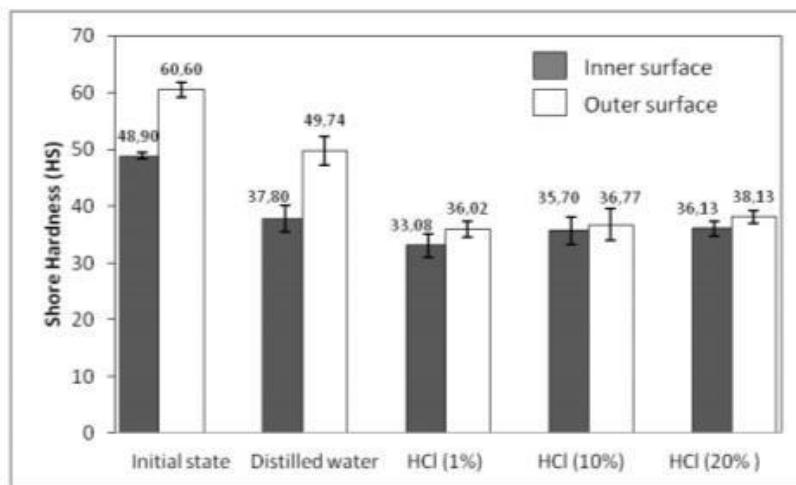


Figure I.33: Shore hardness of inner surface and outer surface [25]

I.5.11 Comparaison des principales propriétés mécaniques en fonction des environnements agressifs :

Environment	E , N/mm ²	$R_{p0.2}$, N/mm ²	σ_y , N/mm ²	ε_y , %	ε_f , %	σ_{CD} , N/mm ²	$\Delta\varepsilon_{CD}$, %
Air	669.42	6.39	15.33	14.56	737.50	12.22	520.62
H ₂ SO ₄ (20%)	277.36	10.72	15.01	19.32	731.90	12.40	553.50
Toluene Methanol	461.16	4.29	13.45	19.15	791.74	10.74	452.18
Crude Oil	239.82	8.64	13.00	27.95	1245.44	11.02	452.90

Tableau I.9 : Comparaison des principales propriétés mécaniques en fonction des environnements agressifs [26]

-Diffusion et sorption :

Les matériaux polymères sont vulnérables à diverses attaques chimiques en raison de leur composition chimique. Le ramollissement et la dégradation chimique sont les deux principaux types de faiblesses. Le ramollissement est la diminution de la rigidité causée par l'absorption de substances de l'environnement dans la masse du polymère. Il est généralement suivi d'un gonflement lorsque les produits chimiques entrants occupent l'espace libre accessible de la masse et interagissent avec les affinités entre les atomes du polymère, permettant une expansion volumique accrue. La rupture des liaisons chimiques dans la chaîne polymère est appelée dégradation chimique ou segmentation. La rupture des liaisons réduit les chaînes polymères et, finalement, réduit la ductilité du polymère à zéro. La dégradation chimique peut se produire simultanément au ramollissement et au gonflement, ce qui accélère généralement le processus en augmentant la disponibilité des produits chimiques attaquants et en favorisant l'éloignement des extrémités de liaison fragmentées, minimisant ainsi la probabilité d'inversion de la réaction dans un processus à l'équilibre. La structure chimique des hydrocarbures produits est comparable à celle des polyoléfines telles que le polyéthylène et le polypropylène. Par conséquent, les hydrocarbures sont facilement absorbés par les polyoléfines [17].

-Modifications structurelles :

Le procédé d'extrusion des tubes en plastique consiste à fondre et à forcer la matière visqueuse à travers une filière pour obtenir le produit final. Parallèlement, il nécessite un refroidissement rapide à l'eau afin de figer la forme du tube et d'obtenir des paramètres dimensionnels tolérables et uniformes (circonference du tube, diamètre extérieur et épaisseur uniforme). Cette opération entraîne au moins deux modifications fondamentales de la paroi du

Chapitre I : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE SUR L'INTERACTION DES MILIEUX D'HYDROCARBURES AVEC LE MATERIAU POLYETHYLENE

tube : (i) la répartition des contraintes internes. (Contrainte résiduelle) et (ii) l'hétérogénéité de la structure (par exemple, cristallinité, morphologie...). Par exemple, le niveau de cristallinité dans la masse est fortement influencé par la vitesse de refroidissement des pièces en polymère fondu. Comme la structure cristalline n'a pas le temps de croître, l'état final est corrélé à la cinétique de cristallisation. Par conséquent, il est entendu que, lors de l'extrusion, les différentes conditions de refroidissement locales peuvent entraîner des morphologies différentes sur l'épaisseur du tube. Dans les zones soumises à une évacuation rapide de la chaleur par des jets d'eau intensifs, la microstructure développe plutôt des sphérolites de très petite taille, voire non sphérolitiques, et présentant un faible pourcentage de cristallinité. La trempe à partir de l'état fondu réduit la cristallinité, tandis que dans les zones de refroidissement lent, la microstructure comprend des sphérolites plus grandes avec présence de vides et la cristallinité conserve un profil uniforme.³⁷ Une fois installés en service, les tubes en HDPE sont en contact avec les environnements réels et le vieillissement physique (ou chimique ou thermique) est immédiatement amorcé [17].

**CHAPITRE II :
METHODE EXPERIMENTALES
POUR L'ETUDE DE LA RESISTANCE DE TUBES HDPE-100
VIEILLIS DANS DES SOLUTIONS D'HYDROCARBURES**

CHAPITRE II : Méthode expérimentales Pour l'étude de la résistance de tubes HDPE-100 vieillis dans des solutions d'hydrocarbures

II.1 Introduction :

Ce deuxième chapitre présente la méthode expérimentale et les différents matériaux et le matériau utilisé et les machines et leurs outils. On montre le matériau de HDPE-100 dans un tube de gaz et les expériences et les essais, et les différentes propriétés de ce matériau et les applications par exemple les milieux qui influencent sur ce matériau pour le transport et le stockage.

Le transport par canalisations consiste à déplacer de façon continue ou séquentielle des quantités de fluides sur des tronçons de pipelines sous l'unique effet de la pression. Les fluides véhiculés peuvent être des gaz (gazoducs), des hydrocarbures liquides ou liquéfiés (oléoducs) et du sel liquéfié (saumoducs). Les données disponibles indiquent que sa durée de vie minimale est de 50 ans dans des applications typiques de drainage et de transport lorsqu'il est enterré .En service, les tubes en PE subissent des charges internes et externes qui provoquent des déformations et dégradent les propriétés mécaniques. Ces propriétés sont aussi influencées par la nature de l'environnement de service. Les solutions acides ou alcalines, hydrocarbures fluides, essences, huiles de lubrification, carburants, kéro-sènes, détergents, agents de blanchiment et autres sont souvent stockés et vendus dans des emballages en HDPE pour des durées relativement courtes [11].

Le polyéthylène haute densité (HDPE) est un matériau attrayant aussi dans les applications géotechniques dues à ses caractéristiques comme la densité, la résistance mécanique, la longévité et le coût. Il est employé dans les géo membranes et les canalisations pour le transport des fluides comme le gaz naturel, l'eau potable et même les eaux résiduaires [11].

Ce chapitre montre toutes les étapes de l'usinage de tube pour deux types des éprouvettes en forme arcs et de parallélépipèdes, comme suit :

- Description du HDPE
- Processus de coupe
- Les machines et les outils utilisés
- Les conditions avant l'essai
- L'absorption et L'essai de Charpy

CHAPITRE II : Méthode expérimentales Pour l'étude de la résistance de tubes HDPE-100 vieillis dans des solutions d'hydrocarbures

II.2 Description du matériau :

Le matériau utilisé dans cette étude est un tuyau de HDPE-100 (Gaz).



Figure II.1: Tube HDPE-100 SDR 17 (Gaz)

Le matériau utilisé dans cette étude est un tuyau de HDPE-100 (Gaz). Son diamètre extérieur est 200 mm avec un SDR de 17. L'épaisseur est de 13,7 mm. La longueur considérée

Longueur : 1 m

Couleur : pigmenté en noir et muni de bandes jaunes

II.2.1 Désignation :

Norme de référence : EN 1555-2 / NA 7591-2. Pression Nominale : PN 4 GAZ.

Conditionnement : En couronne de 100 m jusqu'au Ø 63, et en barre de 12 m à partir du Ø 90.

Marquage sur tube : Norme - Fabricant - Matte - do x en- GAZ 4 - Date de fabrication

- N° de Lot - Equipe de Fabrication - Ligne de production - Code matière première (LNE) [4].

CHAPITRE II : Méthode expérimentales Pour l'étude de la résistance de tubes HDPE-100 vieillis dans des solutions d'hydrocarbures

II.2.2 Notion MRS:

Désignation de la résine HDPE	Classification (norme ISO)	Contrainte Min. Requise (MRS), MPa	Résistance Hydrostatique à LT, 20°C, MPa
3ème Génération	PE-100	10,0	8,0
2ème Génération	PE-80	8,0	6,3

Tableau II.1: Valeurs du MRS pour PE-80 et PE-100 [4]

II.2.3 Notion SDR :

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

$$SDR = D/e$$

où D est le diamètre extérieur (mm) et e est l'épaisseur (mm).

Exemple : pour notre tube PE de diamètre extérieur de 200 mm et d'une épaisseur de 11,4 mm, le SDR normalisé est de : 17,6 (sans dimension) [4].

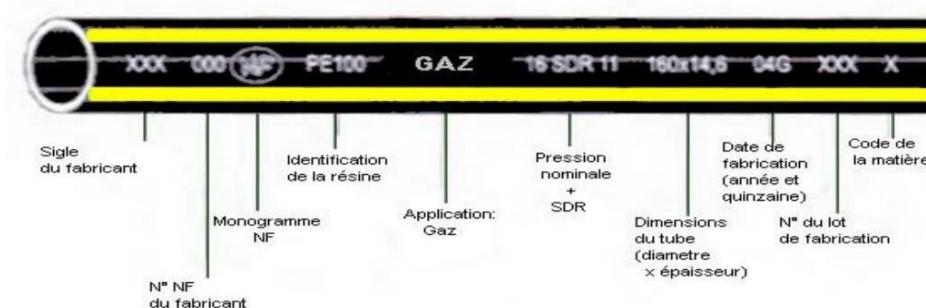


Figure II.2: Désignation normalisée des tubes (NF) (Gaz) [12]

CHAPITRE II : Méthode expérimentales Pour l'étude de la résistance de tubes HDPE-100 vieillis dans des solutions d'hydrocarbures

II.3 Préparation des éprouvettes :

II.3.1 Conditions d'usinage :

Nous utilisons deux opérations pour l'usinage et Chaque processus a ses propres conditions générales :

Nous avons sélectionné ces paramètres en fonction des machines et outils utilisés pour le polymère.

-Conditions de tournage :

Profondeur de passe (ap ; mm)	Température	Vitesse de coupe	avance
4 mm	33 °C	125 m/min	1 m/rev

-Conditions de fraisage :

Vitesse de coupe	Vitesse de rotation	profondeur	Les avances
125 m/min	215 m/min	2mm	50 m/rev

CHAPITRE II : Méthode expérimentales Pour l'étude de la résistance de tubes HDPE-100 vieillis dans des solutions d'hydrocarbures

II.3.2 Les outils de coupe :



Figure II .3: Outil en acier rapide



Figure II.4: Scie à métaux (coupe du tube HDPE)

II.3.3 Processus de coupe :

Avant de couper le tuyau, nous avons d'abord mesuré l'épaisseur.



Figures II.5 : Mesure l'épaisseur (13,7 mm)

CHAPITRE II : Méthode expérimentales Pour l'étude de la résistance de tubes HDPE-100 vieillis dans des solutions d'hydrocarbures

Dans l'atelier de tournage, nous avons commencés par découper le tuyau avec une scie à métaux dans la machine. Il nous donne six segments de longueur 160mm.



Figure II.6 : 6 segments de HDPE-100



Figure II .7 : Une scie à métaux



Figure II .8: Mesure la longueur (160mm)

II.3.3.1 Opération de tournage :

Dans la machine de tour premièrement, nous avons dressés la surface des segments avant de couper par un outil en acier rapide. Ils se forment des files noires après nous récupérons les coupeaux.

**CHAPITRE II : Méthode expérimentales Pour l'étude de la résistance de tubes
HDPE-100 vieillis dans des solutions d'hydrocarbures**



Figure II .9 : Dressage des segments



Figure II .10: un outil en acier rapide

Deuxièmement, après le dressage nous avons coupés ces segments sous la forme des anneaux de langueur 24 mm avec une outil en acier rapide pour réaliser des éprouvettes en forme d'arc, avec une vitesse de coupe 125 m/min et en cours de coupe, nous avons récupérés les coupeaux aussi.

**CHAPITRE II : Méthode expérimentales Pour l'étude de la résistance de tubes
HDPE-100 vieillis dans des solutions d'hydrocarbures**



Figures II. 11 : les anneaux de longueur (24mm)



Figure II. 12: Outil de dressage



Figure II. 13: Photo en cours de dressage des anneaux

Longueur : 24mm

Epaisseur : 13.7mm

CHAPITRE II : Méthode expérimentales Pour l'étude de la résistance de tubes HDPE-100 vieillis dans des solutions d'hydrocarbures

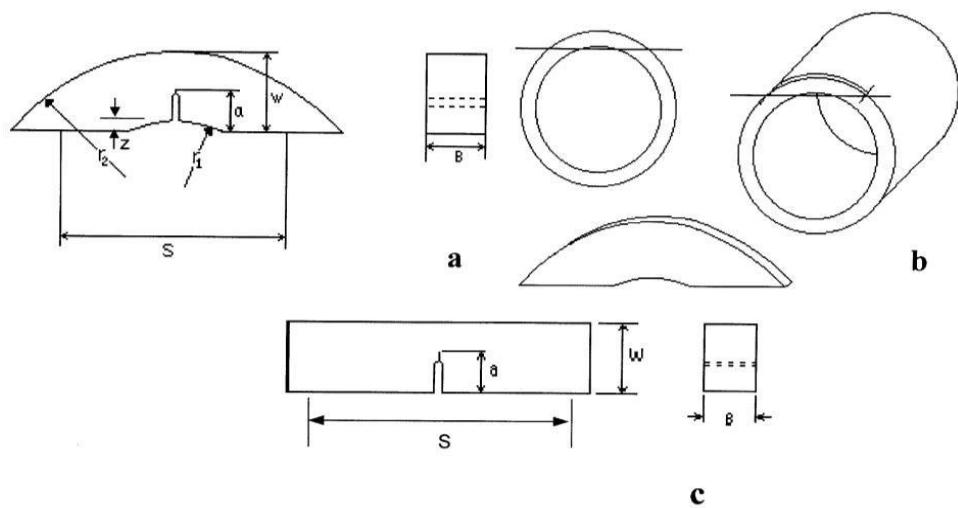
Au même temps, elle reste deux anneaux pour réaliser des éprouvettes parallélépipédiques de section rectangulaires d'épaisseur 10mm et largeur 10mm et longueur 24mm.



Figure II .14 : Anneaux pour les éprouvettes parallélépipédiques (section rectangulaire)

II.3.3.2 Opération de fraisage :

Le schéma qui représente l'opération :



a : profondeur entaillé=2mm

b : largeur d'anneau=24mm

c : largueur de STD et d'après [Niglia] : w (épaisseur) = 13,7 mm

B (largeur) = 24 mm

S (distance entre supports) = 48 mm

[30]

CHAPITRE II : Méthode expérimentales Pour l'étude de la résistance de tubes HDPE-100 vieillis dans des solutions d'hydrocarbures

II.4 Travail sur les anneaux :

Dans l'atelier de fraisage nous avons commencés par tracer la forme des arcs sur les anneaux de largeur 24 mm avec un effaceur.



Figure II .15: Traçage des anneaux

Après, nous avons coupés-les par un outil à acier rapide et chaque anneau donne 6 éprouvettes arcs.



Figure II .16: Eprouvettes en arc avant l'entaillage

**CHAPITRE II : Méthode expérimentales Pour l'étude de la résistance de tubes
HDPE-100 vieillis dans des solutions d'hydrocarbures**



Figure II .17: Fraise à acier rapide



Figure II. 18 : Outil d'entaillage

Et la quatrième segment nous avons coupés-le pour réaliser les éprouvettes parallélépipédiques de section rectangulaires et de largeur 10mm.

**CHAPITRE II : Méthode expérimentales Pour l'étude de la résistance de tubes
HDPE-100 vieillis dans des solutions d'hydrocarbures**

II.5 L'entaillage des éprouvettes :



Figure II. 19: Arcs en cours d'entaillage



Figure II. 20: Outil de l'entaillage d'arcs

L'outil de l'entaillage des ARC :

Nom : Fraise C

Diamètre : 99 mm

Matière : acier rapide

CHAPITRE II : Méthode expérimentales Pour l'étude de la résistance de tubes HDPE-100 vieillis dans des solutions d'hydrocarbures

Nous avons entaillés les éprouvettes sur la surface intérieure sous la forme (V) avec une profondeur 2 mm. (Arcs)

Les essais instrumentés de rupture par choc en flexion trois points sont largement utilisés pour évaluer les polymères de qualité tuyau. On utilise souvent des éprouvettes découpées dans des tuyaux de petit diamètre, nécessairement en forme d'arc.

L'orientation et l'historique thermique pouvant différer entre les tuyaux extrudés et les plaques moulées par compression, cette différence de géométrie supplémentaire doit être correctement prise en compte, sous peine de masquer les effets sur les propriétés du matériau. Voici le schéma qui montre les dimensions de la géométrie en forme d'arc selon la norme ASTM E 399-90 [27].

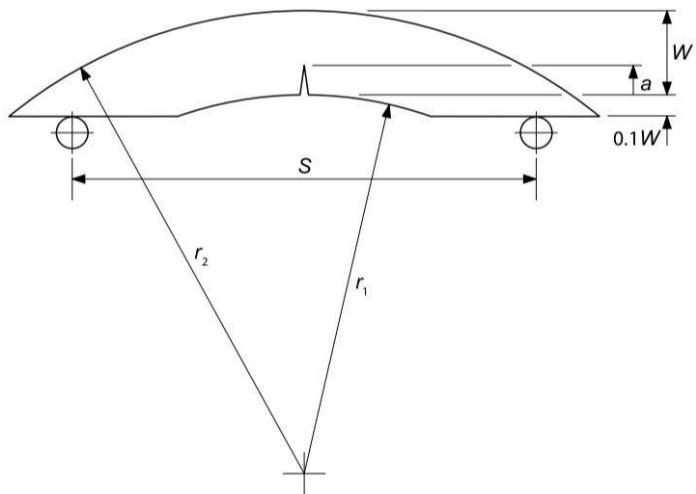


Figure II. 21 : Eprouvettes en arcs

CHAPITRE II : Méthode expérimentales Pour l'étude de la résistance de tubes HDPE-100 vieillis dans des solutions d'hydrocarbures

Et les éprouvettes parallélépipédiques de section rectangulaires et de largeur 10mm.

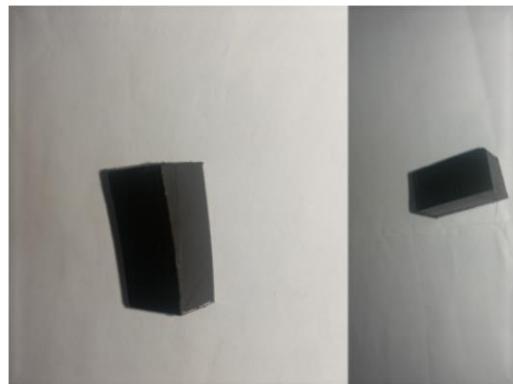


Figure II .22 : Eprouvette parallélépipédique

II.6 Les machines utilisés :

-Machine de tour :



Figure II .23 : Machine à outil (opérations de tournage)

Le nom : TRENS. SN50 chassis (ALMO)

La vitesse de coupe maximale : 2000 m/min

La vitesse de coupe minimale : 22.4 m/min

Longueur maximale : 2 m

Diamètre maximale : 250 mm

**CHAPITRE II : Méthode expérimentales Pour l'étude de la résistance de tubes
HDPE-100 vieillis dans des solutions d'hydrocarbures**

-Machine de fraise :



Figure II .24 : Machine à outil (opérations de fraisage)

Le nom : Fraiseuse MU-HURON

Vitesse maximale:

-Z: 1400 tr/min

-X et Y: 2800 tr/min

Capacité machine:

- X: 1500 mm

- Y: 700 mm

- Z: 550 mm

La puissance motrice: 5.9 KW [4]

CHAPITRE II : Méthode expérimentales Pour l'étude de la résistance de tubes HDPE-100 vieillis dans des solutions d'hydrocarbures

II.7 Les étapes et les conditions avant l'essai :

-Codage : Après le nettoyage des deux types des éprouvettes dans le laboratoire, la numérotation en chiffres romains de 1 à 30 et des symboles par un instrument tranchant

Groupes	01	02	03	04
Le milieu	Pétrole brut	Gas-oil	Essence	Témoins(As received)
Le symbole	T	E	N	A
Nombre des éprouvettes ARC	30	30	30	30

Tableau II.2 : Classification des ARC



Figure II. 25: Codification des groupes d'éprouvettes en arcs
groupes d'éprouvettes en arcs des parallélépipédiques

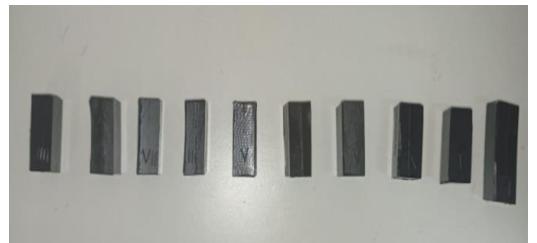


Figure II. 26: Codification des

**CHAPITRE II : Méthode expérimentales Pour l'étude de la résistance de tubes
HDPE-100 vieillis dans des solutions d'hydrocarbures**

-Pesage : L'étape suivante consistait à peser la masse initiale m_0 de chaque éprouvette à l'aide d'une balance $10^{-3}g$ chaque éprouvette a été pesé trois fois, puis la moyenne a été calculée.



Figure II. 27: Pesage des différents types d'éprouvettes

**CHAPITRE II : Méthode expérimentales Pour l'étude de la résistance de tubes
HDPE-100 vieillis dans des solutions d'hydrocarbures**

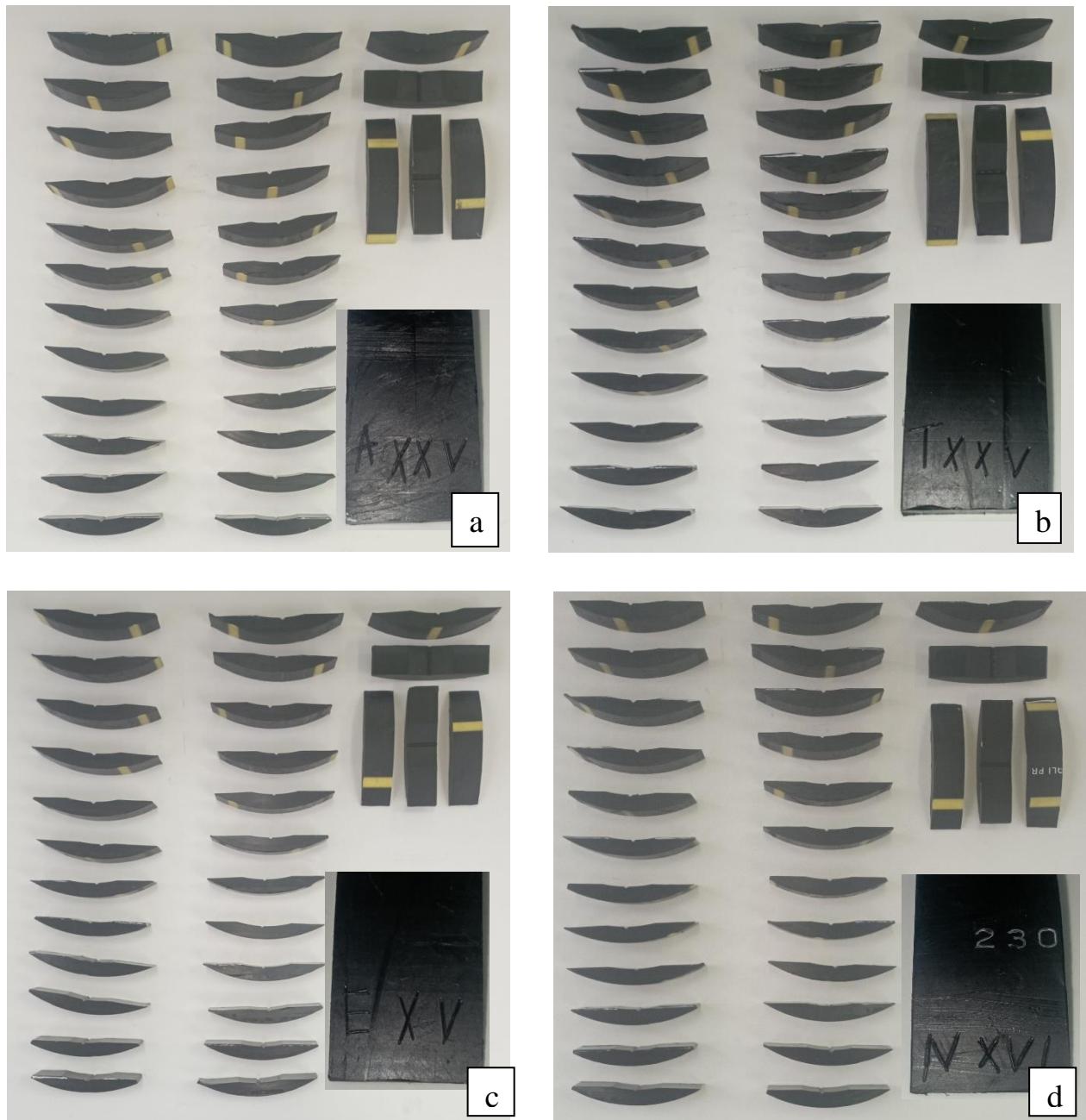


Figure II .28 : Présentation des séries éprouvettes en arcs, (a) « A : As-Received », (b) T : Pétrole Brut, (c) E : Gas-oil (Diesel) et (d) N : Naphta (gasoline).

CHAPITRE II : Méthode expérimentales Pour l'étude de la résistance de tubes HDPE-100 vieillis dans des solutions d'hydrocarbures

- Immersion :** Quant à la dernière étape avant l'essai, il s'agit de l'immersion. Les éprouvettes sont immergées dans les trois milieux différents, chaque milieu contenant 30 éprouvettes.
- Ensuite, Extraction des éprouvettes après chaque période de 7 jours, 14 jours et 28 jours. Puis, je les ai séchés avec du papier absorbant et enfin je les ai pesés après 10 min, 30 min, 60 min ,1 h ,24 h, 96 h et calculer la masse après l'immersion.



Figure II. 29: Photo montre les éprouvettes NST immergées dans les trois milieux (pétrole brut, Essence, Gas-oil) et (As received)



Figure II.30: Eprouvettes arc juste après immersion

- L'essai d'absorption :

C'est un essai classique dans lequel la masse de l'éprouvette est mesurée avant et après l'immersion, et il existe une norme à suivre dans notre cas. L'objectif de cette procédure est de

CHAPITRE II : Méthode expérimentales Pour l'étude de la résistance de tubes HDPE-100 vieillis dans des solutions d'hydrocarbures

déterminer le niveau d'absorption des éprouvettes. Il y a une norme à suivre seulement dans notre cas au lieu d'avoir des géométries normalisée de quelques cm² de surface .

-Temps de vieillissement et organisation des éprouvettes :

Il y a 120 éprouvettes ARC, et 30 éprouvettes parallélépipédiques de section rectangulaires Ces tableaux représentent toutes les données après les opérations de tournage et le fraisage, Nous avons obtenu le nombre total des anneaux est 28 anneaux et les trois milliers utilisés, Et c'est ainsi qu'elles ont été divisées :

Temps de vieillissement	Gas -oil	Pétrole brut	Essence(Naphta)
7 jours	10 ARC	10 ARC	10 ARC
14 jours	10 ARC	10 ARC	10 ARC
28 jours	10 ARC	10 ARC	10 ARC

Tableau II.3 : Regroupe des éprouvettes ARC

Et il reste 30 éprouvettes sous forme d'arcs témoins (As-received).

Temps de vieillissement	Gas-oil	Pétrole brut	Essence
Après 10min			
Après 30min			
Après 1h	10	10	10
Après 24h			

Tableau II.4 : Regroupe des éprouvettes parallélépipédiques de section rectangulaire

CHAPITRE II : Méthode expérimentales Pour l'étude de la résistance de tubes HDPE-100 vieillis dans des solutions d'hydrocarbures

I.8 Principe de l'essai de CHARPY :

Le but de l'essai Charpy, nommé essai de flexion par choc Charpy, est de mesurer la résistance d'un matériau à une sollicitation dynamique. Pour cela, une éprouvette entaillée est posée sur deux appuis et est rompue sous l'action du marteau d'un pendule qui vient la solliciter en son centre sur la face opposée La grandeur obtenue est une énergie qui est la différence entre l'énergie initiale et finale du pendule. Après correction des pertes dues au frottement, on obtient l'énergie nécessaire à la déformation et à la rupture de l'éprouvette, dont on déduit la résilience KCV, qui est l'énergie de la rupture, divisée par la section nominale au droit de l'entaille. Cette grandeur s'exprime en Joules par cm². La résilience n'est pas une grandeur intrinsèque du matériau, elle est fonction de la géométrie de l'entaille [31].

II.9 Procédures d'essai de choc :

Les essais sont réalisés sur la machine de choc Allemande ZWICKI 5113 (CHARPY), où l'énergie de choc est mesurée de chaque éprouvette entaillée de HDPE-100. L'appareil, conforme aux normes EN 10045-2, DIN 51222, DIN 51233, ISO 442 et ASTM D256, s'adapte aux matériaux et dimensions à tester. Il est proposé avec une gamme de pendules (7,5 J, 15 J, 25 J, 50 J) pour couvrir divers besoins d'essais.

Et dans notre essai , nous avons utilisé un pendule 25 J pour les éprouvettes (ARC) , Connectable à un PC via son interface série, l'appareil intègre le logiciel TestXpert. Son interface utilisateur permet de configurer les données de traitement en temps réel durant l'essai. Nous avons travaillé avec un processus manuel pour la vérification des données de chaque éprouvette après la rupture. Avant chaque essai, l'éprouvette est positionnée au centre de la machine après avoir le réglage par un effaceur après vérification ([Figure II.31](#)).

**CHAPITRE II : Méthode expérimentales Pour l'étude de la résistance de tubes
HDPE-100 vieillis dans des solutions d'hydrocarbures**



Figure II.31: La machine de résilience ZWICKI 5113 (CHARPY)



Figure II.32: Mesuré de la distance de centre de la machine

CHAPITRE II : Méthode expérimentales Pour l'étude de la résistance de tubes HDPE-100 vieillis dans des solutions d'hydrocarbures

II.10 Le mouton pendule Charpy :

Le pendule Charpy se compose d'un couteau solidaire d'un marteau oscillant verticalement autour d'un axe (Figure. II.33). L'énergie accumulée lors de sa chute sert à rompre l'éprouvette, son centre de gravité demeurant au voisinage direct.

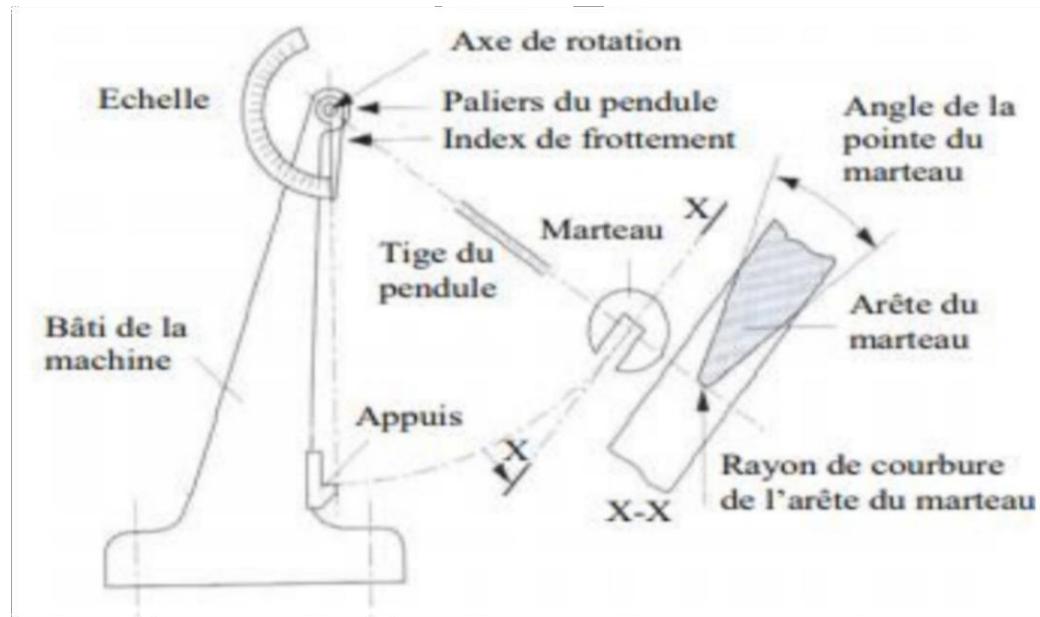


Figure I.33 : Description de la machine d'essai de choc [31]



Figure II.34 : Le pendule utilisé dans notre l'essai de choc (25 Joules)

**CHAPITRE II : Méthode expérimentales Pour l'étude de la résistance de tubes
HDPE-100 vieillis dans des solutions d'hydrocarbures**

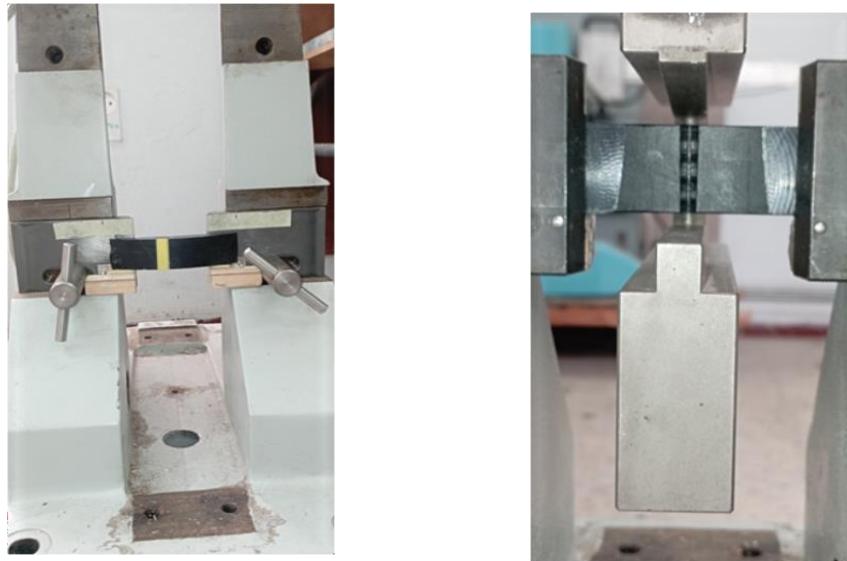


Figure II.35 : Vues de la machine d'essai et des éprouvettes testées



Figure II.36 : Présentation des éprouvettes testées.

CHAPITRE III

RESULTATS ET DISCUSSION

III.1 Introduction :

Dans ce chapitre, nous présentons deux types de résultats expérimentaux relatifs au vieillissement du HDPE dans des milieux d'hydrocarbures du type carburants (Pétrole brut, Essence et Gas-oil). La première partie concerne les résultats d'absorption càd de changement de masses suite à l'exposition directe et à la pénétration des fluides dans la structure du polymère. Dans la seconde partie, nous présentons des essais de Charpy sur des éprouvettes vieillies et non-vieillies (As-Received). Pratiquement, deux types d'éprouvettes ont été considérées : (i) parallélépipédiques (cubiques pour absorption) et (ii) arcs (C-Shaped) pour énergie de rupture. Comme expliqué auparavant, les durées de vieillissement pour les essais de choc sont de 7, 14 et 28 jours. Par contre, pour l'absorption, les durées de vieillissement considérées sont 10 min. 30 min. 1h (60 min.) et 24h pour étayer le début du comportement de la courbe de changement de masse.

III.2 Méthodes d'analyse des résultats :

III.2.1 Résultats de l'essai d'absorption :

L'absorption est un phénomène ou un processus impliquant des effets physiques et chimiques, dans lesquels des molécules ou des ions pénètrent dans une phase d'un matériau (gazeuse, liquide ou solide) ou sont perdus au profit des milieux (liquide). Après l'immersion, les résultats de changement de masses ont été mesurés (comme expliqué au Chap. 2). La méthode d'analyse des résultats de cette étude repose sur la différence entre les masses initiales et celles après immersion. Les résultats sont traités selon l'équation suivante :

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

Où t et 0 représentent respectivement l'état à l'instant t (après-immersion) et l'état initial.

Dans notre cas, nous avons répétés les pesées des éprouvettes 3 fois pour chaque temps. En principe, les pesées sont effectuées immédiatement après séchage (avec des papiers absorbants) et avec les reprises des mesures, le délai maximal est moins de 10 minutes. L'objectif est d'effectuer des comparaisons sur des bases temporelles identiques (similaires dans les conditions expérimentales). Les pesées sur la base des éprouvettes en arcs sont préconisées pour confirmer les limites d'absorption bien qu'elles ne soient dédiées à cette fin (en accord avec la norme d'absorption de liquides par les polymères).

- Cas du Pétrole brut :

La Figure III.1 présente l'absorption des éprouvettes sous forme arcs en HDPE-100 dans le milieu pétrole brut. Elle illustre les variations massiques (%) en fonction du temps d'immersion aux intervalles standards de 7, 14 et 28 jours. Premièrement, nous avons observés que les arcs ont pris suffisamment de liquide (entre 0,005% et en dessous de 0.01%) Pour 7 jours et jusqu'à 0.01 % à 14 jours et jusqu'à 0.02 % à 28 jours. Alors, les données révèlent un pic d'absorption à 28 jours, se traduisant par une augmentation marquée de la masse.

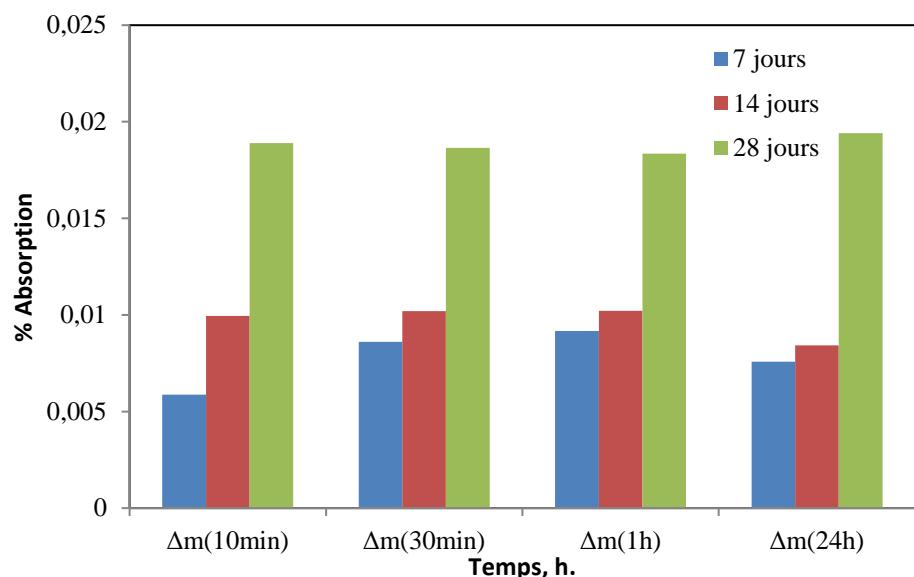


Figure III.1: Absorption de pétrole brut pour les éprouvettes arcs en fonction du temps de vieillissement et en fonction des durées d'attente (10 ; 30 ; 60 et 1440 min.) avant essai de choc.

-Cas du milieu Gas-oil :

La Figure III.2 présente l'absorption des éprouvettes sous forme arcs de HDPE-100 dans le milieu Gas-oil pour les mêmes durées de vieillissement (7, 14 et 28 jours). Nous avons observé que l'absorption est (entre 0,003% et ~0.004%) à 7 jours et jusqu'à 0.005 % à 14 jours. Elle augmente environ au double après 28 j pour atteindre 0.008 %. Alors, les données révèlent un pic d'absorption à 28 jours, se traduisant par une augmentation marquée de la masse de G.O. absorbée.

Conclusion

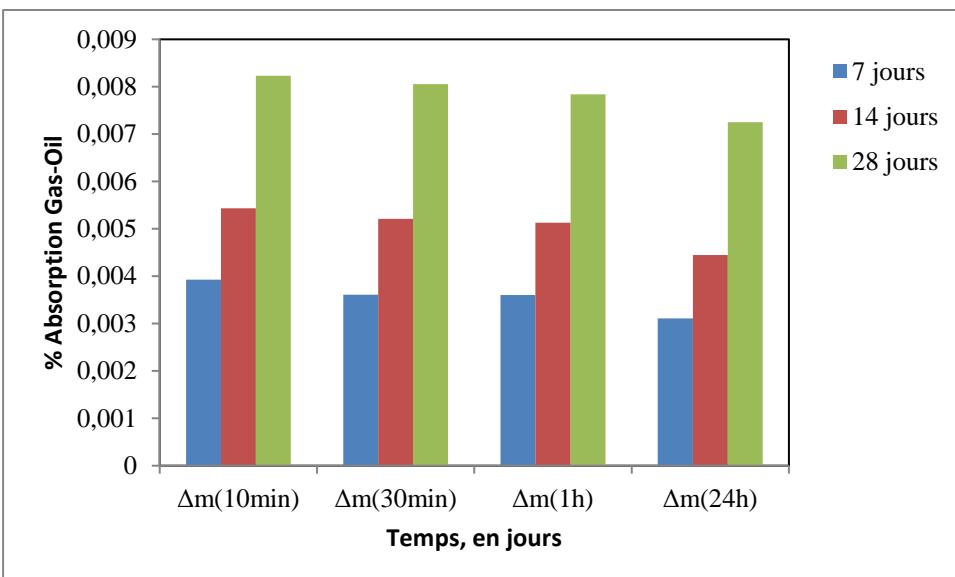


Figure III.2 : Absorption de gas-oil pour les éprouvettes arcs en fonction du temps de vieillissement et en fonction des durées d'attente (10 ; 30 ; 60 et 1440 min.) avant essai de choc.

-Cas du milieu Essence : La Figure III.2 présente l'absorption des éprouvettes sous forme arcs de le HDPE-100 dans le milieu Essence. La figure III.2 présente les variations massiques (%) des éprouvettes en fonction du temps d'immersion aux intervalles standard de 7, 14 et 28 jours. nous avons observés que l'absorption est (entre 0,0015% et 0,02%) à 7 jours et jusqu'à 0,03 % à 14 jours et jusqu'à 0,045 % et plus à 28 jours. Alors, les données révèlent un pic d'absorption à 28 jours, se traduisant par une augmentation marquée de la masse.

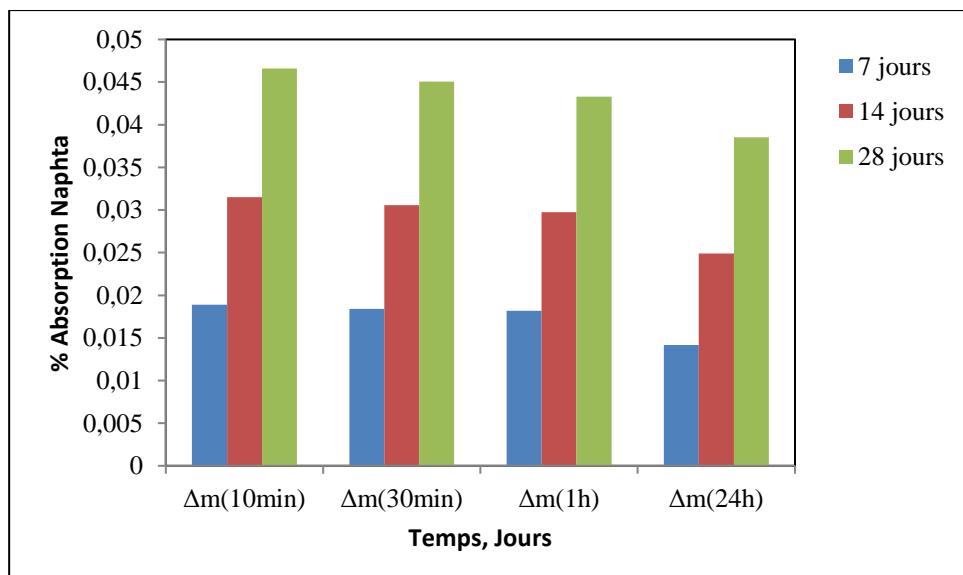


Figure III.3 : Absorption du Carburant Naphta pour les éprouvettes arcs en fonction du temps de vieillissement et en fonction des durées d'attente (10 ; 30 ; 60 et 1440 min.) avant essai de choc.

En général, les courbes suivent la même tendance (diminuent avec plus de temps de repos après extraction du milieu). Sauf pour le milieu pétrole brut qui montre des différences

importantes après 28 jours.

III.2.2 Mesures de COD et des angles :

Le déplacement d'ouverture de fissure (ou COD) est une mesure utilisée pour quantifier la ténacité à la rupture d'un matériau en définissant la distance à laquelle l'ouverture à la pointe de la fissure est mesurée. Il est directement lié au paramètre J et peut être exprimé de manière équivalente par $J_{critique}$ ou $COD_{critique}$. Il est exprimé par la relation suivante :

$$COD = \frac{4\sigma}{E} \sqrt{a^2 - x^2} \quad (2)$$

Où σ est la contrainte appliquée (MPa), E est le module d'élasticité (MPa), a est la longueur de la fissure (m) et x la distance à laquelle COD est mesuré (m). Dans le cas où COD est mesuré à la surface du commencement de la fissuration, la valeur de x est nulle ($x=0$). Par conséquent l'équation (2) devient :

$$COD = \frac{4\sigma a}{E} \quad (3)$$

Des exemples d'images utilisées pour mesurer les COD max et les angles après rupture sont consignés dans l'Annexe E.

- **Cas de COD (mm):**

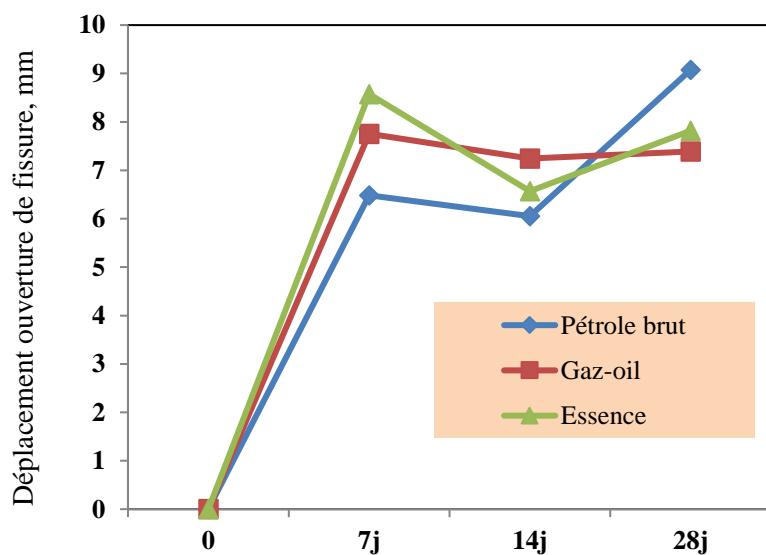


Figure III.4 : Courbe présente la variation des COD après la rupture en fonction du temps de vieillissement

- Cas des Angles :

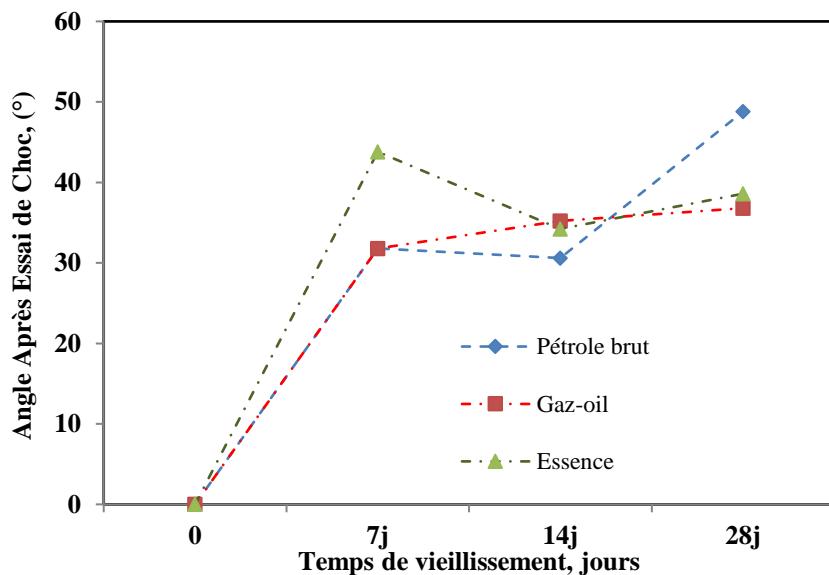


Figure III.5 : Courbe présente la variation des COD après la rupture

Dans les 2 cas, la forme globale des courbes est la même. Il n'est évident de dégager une conclusion finale sans un nombre important d'essais

III.3 Résilience :

L'énergie de Charpy, aussi appelée résilience Charpy, est une mesure de la quantité d'énergie absorbée par un matériau lors de sa fracture sous l'impact d'un marteau-pendule, dans le cadre de l'essai Charpy. Cet essai permet d'évaluer la résistance à la rupture fragile d'un matériau et est couramment utilisé pour le contrôle qualité en usine pour les pipelines et différents tubes ou cylindres.

L'énergie de Charpy est déterminée en mesurant la hauteur de montée du marteau-pendule après la rupture de l'éprouvette entaillée. La différence entre l'énergie potentielle initiale du marteau et l'énergie finale correspond à l'énergie absorbée par la rupture (U , kJ/m^2). L'énergie de Charpy mesure l'énergie absorbée par un matériau lors d'une fracture sous impact, et est un indicateur de la résistance à la rupture fragile du matériau [30]:

$$U = \frac{1}{2} \delta P = \frac{1}{2} PC \quad (4)$$

Avec P : charge appliquée, δ déplacement et C : la compliance (ou complaisance).

En mécanique de la rupture, la compliance ou désigne la variation de déformation

(comme le déplacement d'ouverture de fissure ou « crack opening displacement ; COD ») d'une structure fissurée, par rapport à une variation de la charge ou de la contrainte appliquée. Elle quantifie essentiellement la flexion de la structure due à la présence d'une fissure. La compliance est un paramètre clé utilisé dans diverses analyses de mécanique de la rupture, notamment la détermination de la longueur des fissures, les études de croissance des fissures de fatigue et la caractérisation des matériaux.

Dans le cas de l'essai de Charpy (ou d'impact), la relation en G_c et U est donnée par l'équation :

$$U = G_c B W \phi \quad (5)$$

Avec G_c le taux de restitution d'énergie élastique (critique) kJ/m^2 , B largeur de l'éprouvette d'essai, W épaisseur (dans la direction de la fissure) et ϕ un facteur de forme adimensionnel (associé aux dimensions géométriques B et W) [30].

Dans le cas de la machine utilisée, l'énergie de rupture est donnée sous la forme d'un % de l'énergie totale développée par le type de marteau choisi calibré pour un nombre maximal de Joules (ex : 25 J) [4].

-Cas d'Air (As-received) : Ce graphique "As-Received" présente un ensemble de 30 essais de données avec une variabilité notable de l'énergie, sans tendance linéaire ou monotone évidente.

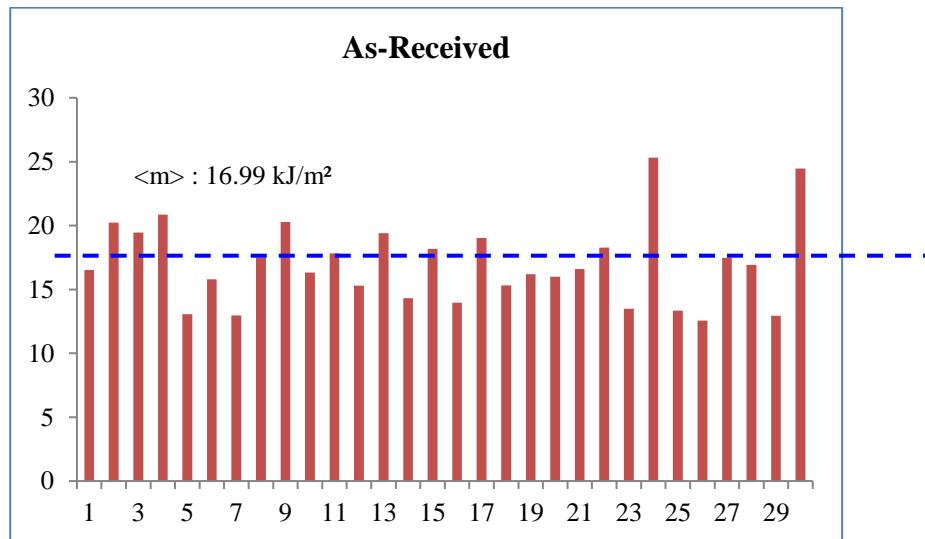


Figure III.6 : Graphe de la variation de l'énergie après la rupture dans le cas de l'Air

-Cas de Pétrole brut :

-7 Jours : Ce graphique "Pétrole brut 7jour" illustre la fluctuation des valeurs du pétrole brut sur 10 points de mesure, avec des variations notables mais sans tendance linéaire globale sur

cette courte période. Les valeurs se maintiennent dans une fourchette de 26 à 28,5.

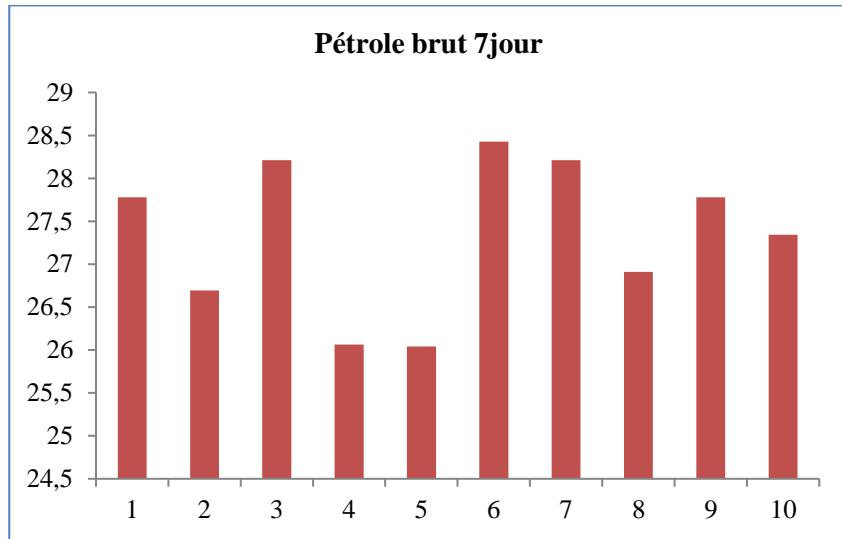


Figure III.7 : Graphe de la variation de l'énergie après la rupture dans le cas de pétrole brut 7 jours

-14 jours : Ce graphique "Pétrole brut 14jours" illustre la fluctuation des valeurs du pétrole brut sur 10 points de mesure. Les valeurs se maintiennent dans une fourchette de 15 à 23, montrant des oscillations caractéristiques d'un marché dynamique.

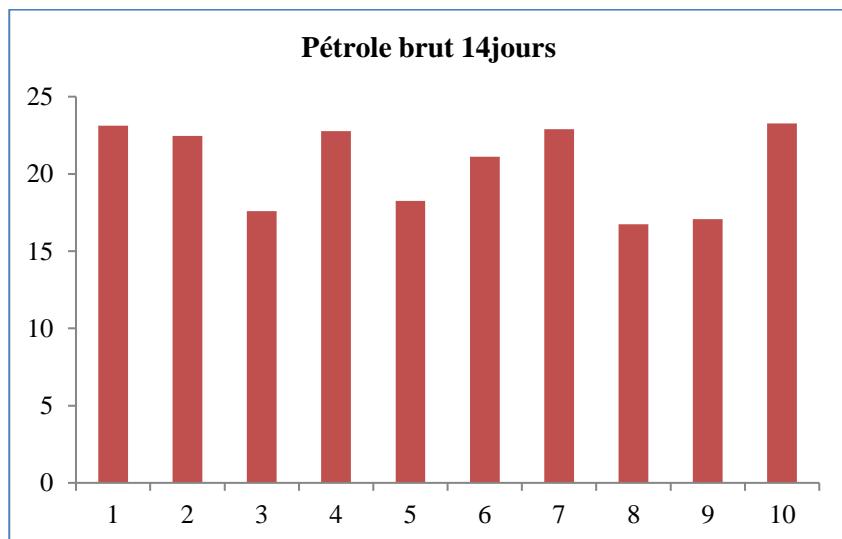


Figure III.8 : Graphe de la variation de l'énergie après la rupture dans le cas de pétrole brut 14 jours

-28 jours : Ce graphique "Pétrole brut 28 jours" présente 10 points de données montrant les valeurs du pétrole brut variant entre 25 et 30. Les fluctuations sont présentes mais ne révèlent pas de tendance linéaire sur cette période.

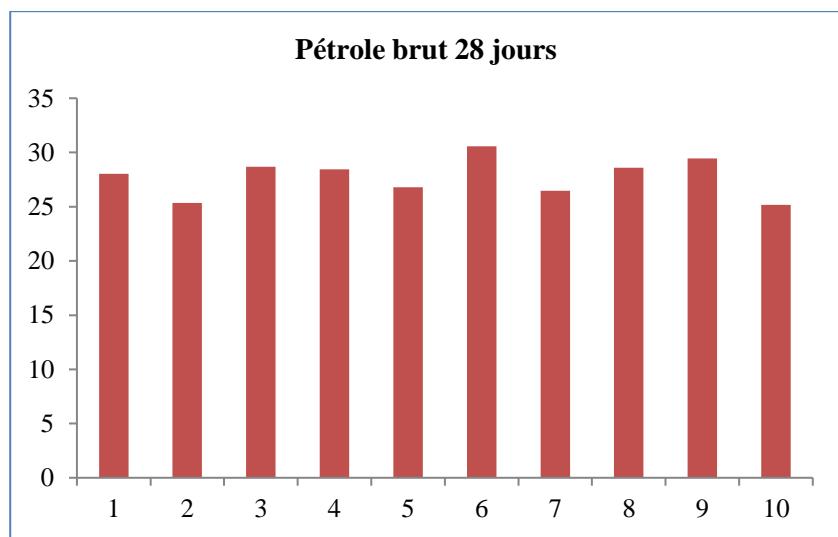


Figure III.9 : Graphe de la variation de l'énergie après la rupture dans le cas de pétrole brut 28 jours

-Cas de Gas-oil :

-7 jours : Ce graphique "Gas-oil 7 Jours" présente 10 points de données illustrant les fluctuations des valeurs du gas-oil. Les valeurs oscillent entre environ 14 et 26, sans tendance linéaire globale mais avec des pics et des creux marqués.

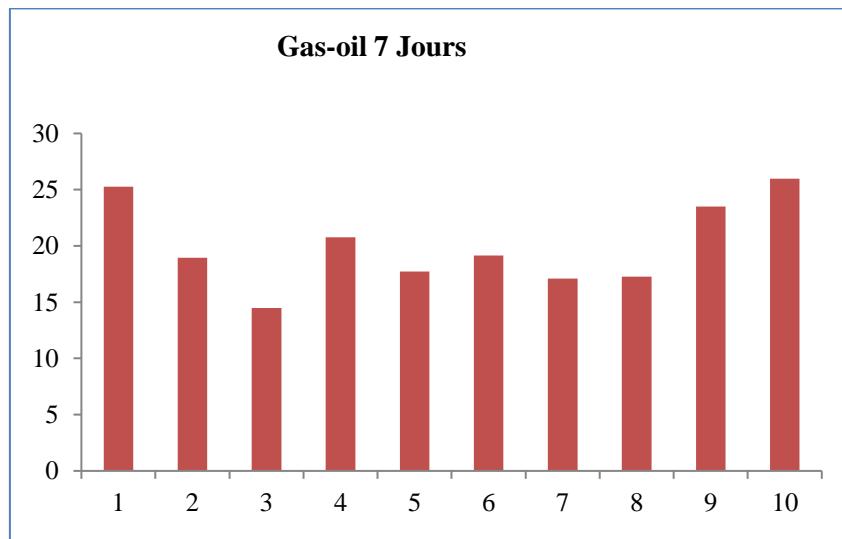


Figure III.10 : Graphe de la variation de l'énergie après la rupture dans le cas de Gas-oil 7 jours

-14 jours : Ce graphique "Gas-oil 14 jours" illustre la fluctuation des valeurs du gas-oil sur 10 points de mesure. Les valeurs oscillent entre environ 15 et 26, montrant une dynamique non linéaire avec des pics et des creux.

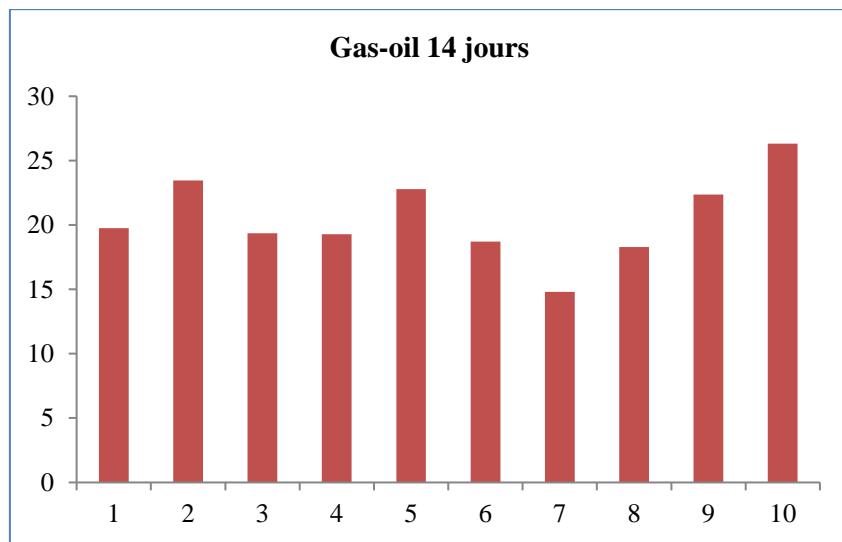


Figure III.11 : Graphe de la variation de l'énergie après la rupture dans le cas de Gas-oil 14 jours

-28 jours : Ce graphique à barres montre les valeurs du gas-oil sur 10 points de données couvrant 28 jours. Les valeurs varient entre environ 15,5 et 29,5. La caractéristique principale est une tendance générale à la hausse du point 3 au point 10, malgré des fluctuations intermédiaires.

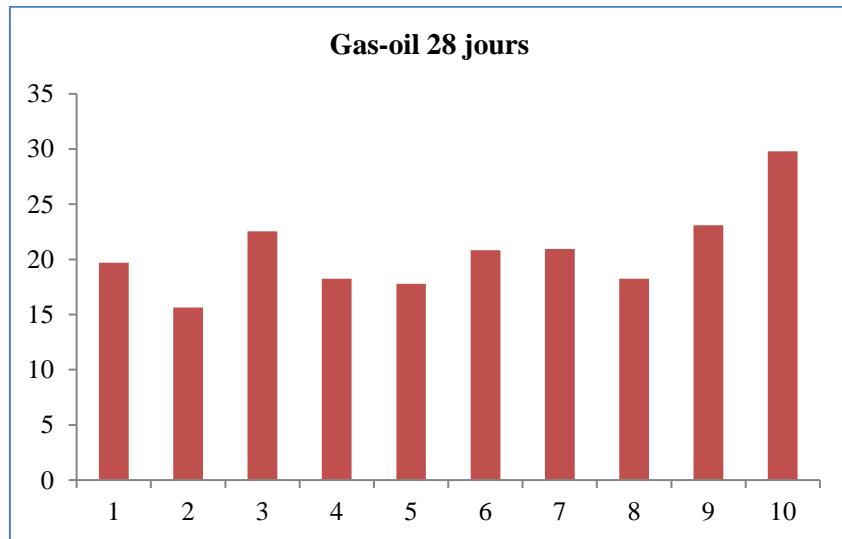


Figure III.12 : Graphe de la variation de l'énergie après la rupture dans le cas de Gas-oil 28 jours

-Cas de Naphtha :

-7 jours : Ce graphique "Naphtha 7 jours" illustre la fluctuation des valeurs de Naphtha sur 10 points de mesure. Les valeurs oscillent entre environ 12,5 et 25 montrant une dynamique non linéaire avec des pics et des creux.

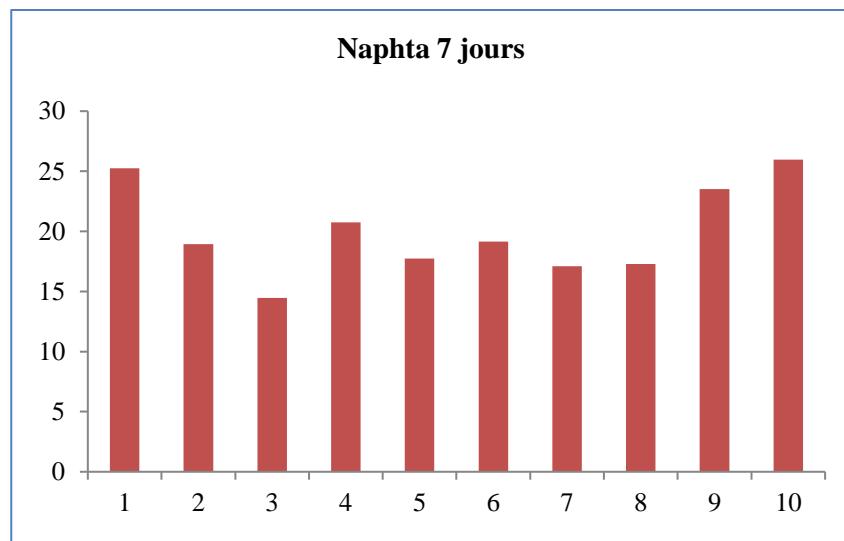


Figure III.13 : Graphe de la variation de l'énergie après la rupture dans le cas de Naphta 7jours

-14 jours : Ce graphique à barres montre les valeurs de Naphta sur 10 points de données couvrant 14 jours. Les valeurs varient entre environ 30 et 60. La caractéristique principale est une tendance générale à la hausse du point 10.

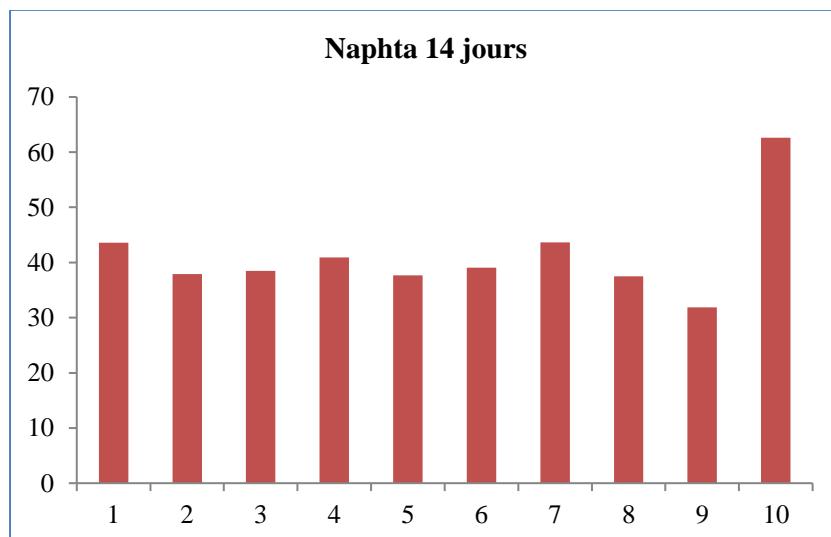


Figure III.14 : Graphe de la variation de l'énergie après la rupture dans le cas de Naphta 14 jours

-28 jours : Ce graphique à barres montre les valeurs de Naphta sur 10 points de données couvrant 28 jours. Les valeurs varient entre environ 15,5 et 29,5. La caractéristique principale est une tendance générale à la hausse du point 9.

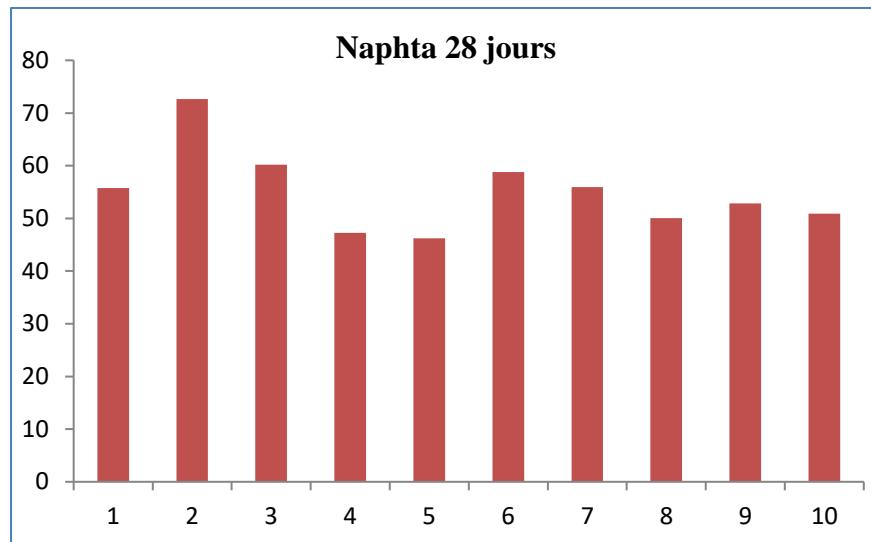


Figure III.15 : Graphe de la variation de l'énergie après la rupture dans le cas de Naphta 28 jours

III.4 Courbe résiliences :

-**Cas de Pétrole brut :** Cette courbe présente la variation de l'énergie de rupture avec le temps de vieillissement dans le milieu pétrole brut, Alors l'énergie augmente avec le temps à 27 kJ/m^2 .

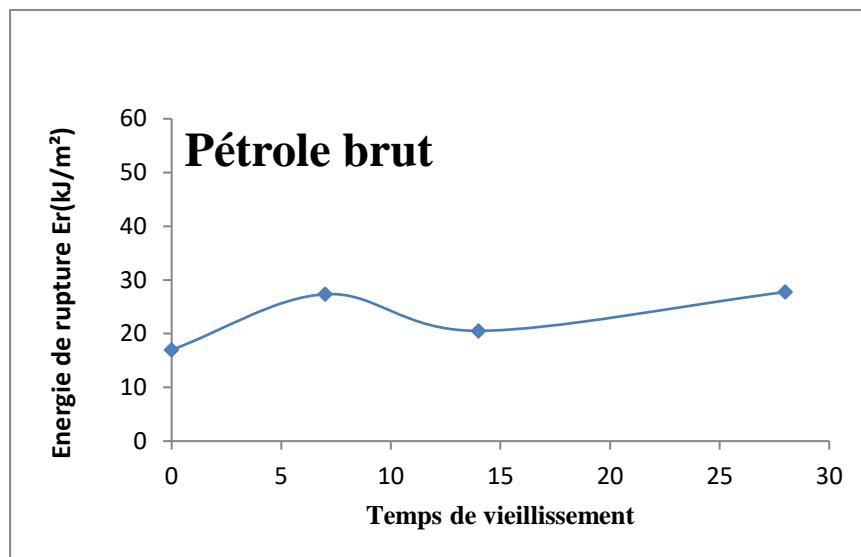


Figure III.16 : Graphe de la variation de l'énergie après la rupture dans le cas de pétrole brut

-**Cas de Gas-oil :** Cette courbe présente la variation de l'énergie de rupture avec le temps de

vieillissement dans le milieu Gas-oil, Alors, il y a une augmentation de l'énergie après elle est constante avec le temps à 20 kJ/m^2 .

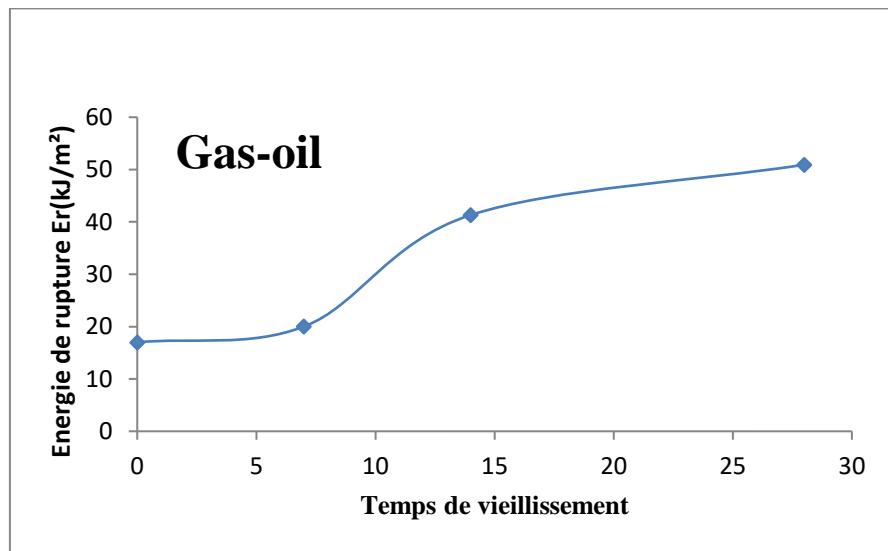


Figure III.17 : Graphe de la variation de l'énergie après la rupture dans le cas de Gas-oil

-**Cas de Naphta :** Cette courbe présente la variation de l'énergie de rupture avec le temps de vieillissement dans le milieu Naphta, Alors l'énergie augmente à la valeur maximale avec le temps à 55 kJ/m^2 .

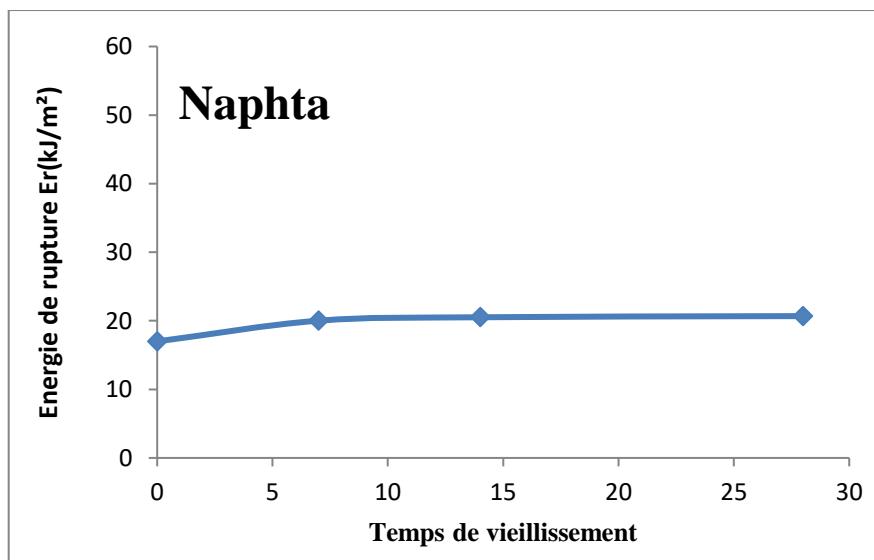


Figure III.18 : Graphe de la variation de l'énergie après la rupture dans le cas de Naphta

-**L'énergie de rupture des trois milieux :** Ce graphique présente la variation de l'énergie des

3 milieux (pétrole brut, Gas-oil et Naphta) avec le temps de vieillissement. Alors, le graphique montre que le Naphta est la plus grande énergie de rupture après le pétrole brut et Gas-oil.

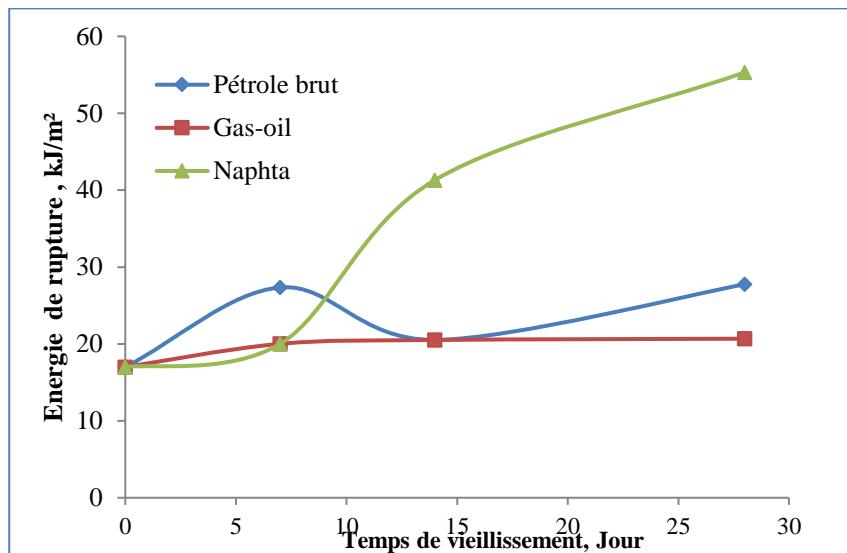


Figure III.19 : Graphe de la variation de l'énergie après la rupture dans les trois milieux (Pétrole brut, Gas-oil et Naphta)

III.5 Les éprouvettes parallélépipédiques :

Ce graphique présente la variation de la masse des trois milieux (pétrole brut, Gas-oil et Naphta) avec le temps de vieillissement.

Alors, la graphique montre que le Naphta est la plus grande absorption que le pétrole brut et Gas-oil dans un court temps avec (0,009%) dans des courtes durées.

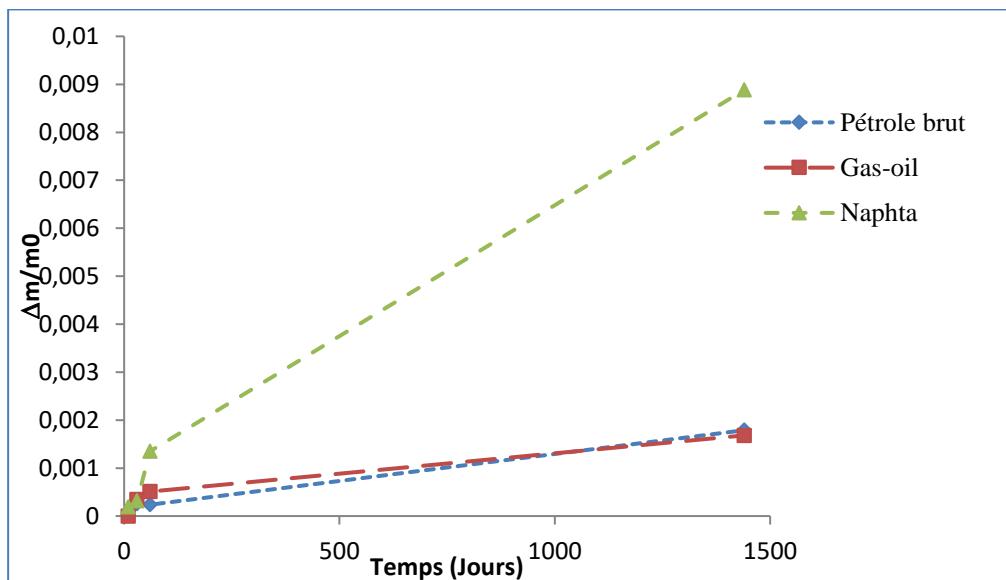


Figure III.20 : Graphe de la variation de $\Delta m/m \%$ après la rupture dans les trois milieux (Pétrole brut, Gas-oil et Naphta)

CONCLUSIONS

Cette étude est consacrée à une approche expérimentale du vieillissement de tubes de gaz fabriqués en Polyéthylène de Haute Densité (HDPE-100) et soumis au contact de milieux d'hydrocarbures spécifiques (des carburants). Il s'agit notamment du pétrole brut, du gas-oil et du naphta. L'objectif fondamental est de comprendre et de quantifier l'impact de ces environnements agressifs sur l'intégrité structurelle et la durabilité de ce polymère très utilisé dans les infrastructures de transport de gaz.

Le protocole expérimental a été scrupuleusement élaboré, débutant par la préparation minutieuse d'éprouvettes sous des géométries variées (*i*) des arcs non standards, permettant une représentation fidèle de la contrainte circonférentielle d'un tube (as-received ou comme il a été fabriqué), et (*ii*) des parallélépipèdes pour des analyses complémentaires d'absorption de fluide par le polymère. Cette diversification a permis d'appréhender le comportement du matériau sous différentes sollicitations (choc et absorption de différents carburants). Au cœur de notre démarche, les essais d'absorption ont révélé la cinétique d'interaction entre le HDPE-100 et chaque type d'hydrocarbure. Ces données, corroborées par l'analyse des variations de masse (comme détaillé dans l'Annexe A) avec les valeurs de Δm (fonction de m_0 et m_i) ont mis en évidence la capacité du polymère à absorber ces fluides, entraînant un phénomène de gonflement qui est le prélude à des modifications plus profondes de sa structure et des dégradations éventuelles.

Les résultats obtenus sont sans équivoque et confirment l'hypothèse d'une dégradation significative du HDPE-100 en présence d'hydrocarbures. Les mesures de propriétés mécaniques, notamment la résilience (dont les valeurs sont reportées en Annexe C) et l'analyse des angles après rupture (Annexe B), ont clairement démontré une altération progressive de la capacité du matériau à absorber de l'énergie avant rupture et à maintenir son intégrité structurelle. Chaque type d'hydrocarbure a exercé une influence distincte, suggérant des mécanismes d'interaction spécifiques et soulignant l'importance de la composition chimique du milieu agressif ainsi que les éléments de protection présents dans la compositions de base (tels que les anti-oxydants et les stabilisants).

Cette vulnérabilité, bien que variable, remet en question la longévité attendue des conduites en HDPE-100 lorsqu'elles sont en contact prolongé avec des hydrocarbures, que ce soit par infiltration ou par le transport de gaz enrichi en condensats.

Cette étude a permis de tirer les conclusions suivantes :

1. Nous avons utilisés la forme géométrique d'une éprouvette sous forme d'arcs découpés d'un tube HDPE dans le but de déterminer l'énergie de rupture sous le mode choc. Le

but est de gardera au minimum les effets négatifs engendrés par l'usinage des éprouvette afin de ne pas perturber la structure du polymère.

2. Nous avons utilisés deux types des éprouvettes obtenus par usinage dans le but de caractériser (*i*) l'absorption de carburants par le polymère et en même temps déterminer l'énergie de rupture après vieillissement.
3. Pour les trois milieux de vieillissement (pétrole brut, Gas-oil et Naphta), les résultats d'absorption et de l'énergie de rupture sont démine en fonction de trois durées (7j, 14j et 28j).
4. Pour l'absorption, il est montré que la Naphta (gasoline) est la plus absorbante dans HDPE (0,045%) 28jours, ensuite le pétrole brut (0,02%) 28jours et enfin Gas-oil (0,008%) 28 jours.
5. Pour les courts durées, l'absorption (éprouvettes parallélépipédiques) montre que :

$$\text{Naphta : } 0,001 < \frac{\Delta m}{m_0} < 0,009$$

$$\text{Pétrole brut : } 0,0003 < \frac{\Delta m}{m_0} < 0,0005$$

$$\text{Gas-oil : } 0,0005 < \frac{\Delta m}{m_0} < 0,0015$$

6. En ce que concerne l'énergie de rupture Er, les résultats montrent que le milieu Naphta (gasoline) offre une résistance correspondant par rapport aux autres milieux. Ce qui veut dire que le HDPE est durcie et devient probablement plus fragile. Cette hypothèse est à confirmer de l'alittérature.
7. Après la rupture, l'analyse des angles et des COD formés par les deux parties de l'éprouvette en arcs à montre que COD (mm) et l'angle($^{\circ}$) correspondant suivent la même allure. Par exemple, à 28 jours, il est observé :

$$\text{Pétrole brut : } 7,0 < \text{COD (mm)} < 10,13 ; \text{ et } 38 < \text{Angle d'ouverture (}^{\circ}\text{)} < 57$$

$$\text{Gas-oil : } 5,86 < \text{COD (mm)} < 10,33 ; \text{ et } 30 < \text{Angle d'ouverture (}^{\circ}\text{)} < 53$$

$$\text{Naphta : } 6,01 < \text{COD (mm)} < 9,36 ; \text{ et } 31 < \text{Angle d'ouverture (}^{\circ}\text{)} < 49$$

Pour le cas As-Received, il est observé :

$$6,45 < \text{COD (mm)} < 11,91 ; \text{ et } 35 < \text{Angle d'ouverture (}^{\circ}\text{)} < 67$$

8. Enfin, ces données s'ajoutent à celles des autres études déjà réalisés sur le HDPE-100. Il est conclu que les hydrocarbures, à leur tour, modifient la structure de ce matériau et confirment un impact négatif sur la durée de vie à long terme.

Références:

- [1] G. Wypych, PE polyethylene, Handbook of Polymers, Elsevier, 2012, Pages 336-341, <https://doi.org/10.1016/B978-1-895198-47-8.50104-1>.
- [2] Ludwig L. Böhm, (2003) The Ethylene Polymerization with Ziegler Catalysts: Fifty Years after the Discovery (A Review), Angewandte Chemie Int. Edition, J. German Chemical Society, 42(41): 5010-5030. <https://doi.org/10.1002/anie.200300580>.
- [3] M.Schiling, U. Niebergall, I . Alig, H. Oehler, D. Lellinger, D. Meinel, M. Böhing, Crack propagation in PE-HD induced by environmental stress cracking (ESC) analysed by several imaging techniques , Polym. Test , 70(2018) 544-555.
- [4] Abir Guenouche , *Etude de l'effet de l'acide sulfurique et d'un solvant à base de toluène méthanol sur la résistance au choc d'un tube* , Mémoire de Master , Dépt Génie Mécanique , Université Annaba UBMA,97p.
- [5] Khanh Q. Nguyen, C'elestin Mwiseneza, Khaled Mohamed, Patrice Cousin, Mathieu Robert * , Brahim Benmokrane, Long-term testing methods for HDPE pipe - advantages and disadvantages: A review, Dept. of Civil Engineering, Univ. of Sherbrooke, Sherbrooke, QC J1K 2R1, Canada, Engineering Fracture Mechanics 246 (2021) 107629, <https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2021.107629>.
- [6] Généralité sur les polymères , chapitre 01. Université Biskra ,(13 ,3p).
- [7] Latifa Alimi, *Comportement mécanique et rupture du HDPE sous environnements contrôlés*, Mémoire de Magister, Dépt. Génie Mécanique, Université Badji Mokhtar d'Annaba (Algeria), 2008, 104 p.
- [8] SABER Ithri, TEKLAL Lyes, *Caractérisation d'une Géomembrane Soudée Utiliser pour l'Etanchéité d'une Station d'Epuration des Eaux Usées*, Mémoire de Master, Dépt. Génie Mécanique, Université Mouloud MAMMERI de Tizi-Ouzou(Algeria),2017,103p.
- [9] Majda HASSENI, *Effet d'additif sur les propriétés d'un polymère semi_conducteur à base de polyaniline _Modélisation_* , Mémoire de Master, Département de chimie industrielle, Université Mohamed Khider de Biskra (Algeria),,2020,57p.
- [10] Mohamad Matar, *Exploration de nouvelle voies pour l'ignifugation des polymères*, Thèse, Univesité Lorraine, 2016,299p .
- [11] L. ALIMI, W. GHABECHE, S. REHAB-BEKKOUCH, R. KHELIF, K. CHAOUI . *Effets de milieux agressifs sur l'évolution des propriétés mécaniques à travers la paroi de tubes en HDPE*, Marseille, 24-28 août 2009.
- [12] Nacira Hamlaoui, *Etude expérimentale et numérique de l'évolution de la ténacité à travers la paroi d'un tube en polyéthylène type HDPE-100*, Thèse de Doctorat, Dépt. Génie Mécanique, Université Badji Mokhtar d'Annaba (Algeria), 2018, 145 p.
- [13] Nabila Kadri , Meryem Chouabia, *Elaboration et caractérisation d'une matrice de PEHD/SO₂*, Mémoire de Master, Dépt. Génie des Procédés, Univ Guelma, 2020,71p .

- [14] Zakaria Senagria , *Analyse de risque de la station de pompage SP1 Bis par la méthode AMDEC* , Mémoire de Master , Dépt Génie Mécanique , Université de Biskra,2022,108p.
- [15] CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. 2015. Hydrocarbures pétroliers : caractéristiques, devenir et criminalistique environnementale – Études GENV222 et GENV23, Évaluation environnementale stratégique globale sur les hydrocarbures. Ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques, 41 p. et annexes.
- [16] Chahrazed BOULKIS , Khadoudja MEZDAOUET , *Caractérisation des activités bactériennes des sols pollués aux hydrocarbures pétroliers* , Département de Biologie , Mémoire de Master , Université M'HAMED BOUGARA_BOUMERDES,2020,70p.
- [17] Alimi L, Chaoui K., *Compatibility study of high-density polyethylene grade 80 gas pipe with synthetic polyglycol-based brake oil*. Journal of Elastomers & Plastics. 2024;56(4):405-433. doi:[10.1177/00952443241238451](https://doi.org/10.1177/00952443241238451).
- [18] Stockage et Transport des Hydrocarbures, Université des Sciences et de la Technologie d'Oran « Mohamed BOUDIAF » Faculté de Chimie – Dépt de Génie Chimique .
- [19] Kamel Chaoui , Wafia Ghabeche , Salah eddine Azzouz , *Study Of Crude Oil Interaction With High Density Polyethylene Pipe Surface Material*, Brest, 26 au 30 Août 2019.
- [20] Ghabeche W., Chaoui K., *Revue des interactions physico-chimiques du polyéthylène extrudé sous forme de tubes avec des environnements agressifs*, Rev. Sci. Technol., Synthèse, 2021;27(2) :1-22.
- [21] Boubaker Bounamous and Kamel Chaoui , *Degradation and Failure of Some Polymers (Polyethylene and Polyamide) for Industrial Applications*, LR3MI, Mechanical Engineering Department, Badji Mokhtar University, BP 12, Annaba, 23000, (Algérie).
- [22] M. Ahart, D.L. Gallagher, P. Scardina, A.M. Dietrich, Industrial Spills and Water Distribution: Crude MCHM Sorption and Desorption in Polymer Pipes and Linings. J Environ Eng ASCE 142(10), 2016, 1-9. [https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)EE.1943-7870.0001116](https://doi.org/10.1061/(ASCE)EE.1943-7870.0001116).
- [23] E. Richaud, F. Djouani, B. Fayolle, J. Verdu, B. Flaconnec, New Insights in PolymerBiofuels Interaction. Oil & Gas Science and Technology – Rev. IFP Energies Nouvelles 70(2), 2015, 317-333 <https://doi.org/10.2516/ogst/2013151>.
- [24] Wafia Ghabeche , Latifa Alimi , Kamel Chaoui, *Surface degradation of HDPE-100 pipe: Effects of some aggressive environments (solvents)*, LR3MI, Mechanical Engineering Dept., Faculty of Engineering, Badji Mokhtar University, BP 12, Annaba, 23000, Algeria.
- [25] W.GHABECHE , K.CHAOU , Z. AZAR , A.CHATEAUNEUF, *Surface Degradation and Crystallinity Changes in HDPE-100 Pipe Subjected to Chemical Aggressive Environments*, CFM 2013 - 21ème Congrès Français de Mécanique, Aug 2013, Bordeaux, France.
- [26] S.Rehab-Bekkouche, W.Ghabeche, M.Kaddeche, N.Kiass, K.Chaoui, [Mechanical behaviour of machined polyethylene filaments subjected to aggressive chemical environments](#), Mechanika "MECHANICS" Journal. 2009 ;3(77):40-46.

- [27] C. Gagnard, Y. Germain, P. Keraudren, B. Barrière, *Permeability of Semicrystalline Polymers to Toluene/Methanol Mixture*. J Appl Polym Sci 92, 2004, 676-682.
<https://doi.org/10.1002/app.20184>.
- [28] Antypas Imad Rezakalla , Dyachenko Alexey Gennadyevech , *Effect of Certain Hydrocarbon Compounds on High-density Polyethylene Water Pipes*, MATERIALE PLASTICE ,<https://revmaterialeplastice.ro>, <https://doi.org/10.37358/Mat.Plast.1964>
- [29] A. H. U. Torres, J. R. M. d'Almeida, J. P. Habas, *Aging of HDPE Pipes Exposed to Diesel Lubricant*. Polymer-Plastics Technol. & Eng., 50, 2011, 1594-1599.
- [30] J. Niglia, A. Cisilino, R. Seltzer, P. Frontini, Determination of impact fracture toughness of polyethylene using arc-shaped specimens : Technical Note, *Engineering Fracture Mechanics* 69 (2002) pp. 1391–1399. PII: S0013-7944(02)0008-5.
- [31] Imen Lalaymia, *Rupture des tubes en PEHD sous l'impact: effets de quelques milieux agressifs*, Mémoire de master, Dépt. Génie Mécanique, Université Badji Mokhtar d'Annaba (Algérie), 2021 ,100p.

ANNEXES :

A : Valeurs des m_0 et m_i des arcs

B : Valeurs des angles après rupture

C : Valeurs de la résilience

D : Valeurs des m_0 et m_i des éprouvettes parallélépipédiques

E : Mesures COD et angle de rupture

F : Aspects de Surfaces de rupture

Annexe A-1 : Les m0 , mi et Δm (g) de Pétrole brut ARC .

Pétrole brut 7 Jours ARC									
N	m0	m(10min)	m(30min)	m(1 h)	m(24 h)	Δm(10min)/m0	Δm(30min)/m0	Δm(1h)/m0	Δm(24h)/m0
1	22,997	23,13	23,126	23,124	23,102	0,005783363	0,005609427	0,005522459	0,00456581
2	21,495	21,671	21,666	21,665	21,639	0,008187951	0,007955338	0,007908816	0,00669923
5	21,735	21,841	21,838	21,836	21,818	0,004876927	0,0047389	0,004646883	0,00381873
9	22,012	22,139	22,135	22,133	22,112	0,00576958	0,005587861	0,005497002	0,00454298
14	21,823	21,936	21,929	21,927	21,91	0,005178023	0,004857261	0,004765614	0,00398662
17	21,037	21,166	21,16	21,158	21,136	0,006132053	0,005846841	0,005751771	0,00470599
18	21,721	21,858	21,853	21,989	21,829	0,00630726	0,006077068	0,01233829	0,00497215
20	21,249	21,367	21,99	21,989	21,969	0,005553203	0,034872229	0,034825168	0,03388395
26	21,686	21,803	21,799	21,798	21,779	0,005395186	0,005210735	0,005164622	0,00428848
29	21,249	21,367	21,361	21,36	21,34	0,005553203	0,005270836	0,005223775	0,00428255
moyenne						0,005873675	0,00860265	0,00916444	0,00757465
Pétrole brut 14 Jours ARC									
N	m0	m(10min)	m(30min)	m(1 h)	m(24 h)	Δm(10min)/m0	Δm(30min)/m0	Δm(1h)/m0	Δm(24h)/m0
6	21,242	21,428	21,425	21,424	21,396	0,008756238	0,008615008	0,008567931	0,00724979
7	21,469	21,718	21,714	21,712	21,679	0,011598118	0,011411803	0,011318645	0,00978155
12	21,796	22,024	22,11	22,019	21,987	0,010460635	0,014406313	0,010231235	0,00876308
13	21,579	21,866	21,862	21,86	21,831	0,013299968	0,013114602	0,013021919	0,01167802
15	19,824	20,016	20,012	20,11	19,984	0,00968523	0,009483454	0,014426957	0,00807103
21	21,533	21,716	21,714	21,713	21,689	0,008498584	0,008405703	0,008359263	0,00724469
22	21,869	22,11	22,107	22,104	22,074	0,011020166	0,010882985	0,010745805	0,009374
23	21,903	22,089	22,086	22,084	22,06	0,008491987	0,00835502	0,008263708	0,00716797
25	21,739	21,94	21,937	21,935	21,91	0,009246055	0,009108055	0,009016054	0,00786605
28	21,055	21,232	21,228	21,227	21,204	0,008406554	0,008216576	0,008169081	0,0070767
Moyenne						0,009946353	0,010199952	0,01021206	0,00842729
Pétrole brut 28 Jours ARC									
N	m0	m(10min)	m(30min)	m(1 h)	m(24 h)	Δm(10min)/m0	Δm(30min)/m0	Δm(1h)/m0	Δm(24h)/m0
3	21,1853333	21,47	21,464	21,458	21,433	0,013436969	0,013153754	0,012870539	0,01169048
4	21,774	22,0685	22,065	22,06	22,0345	0,013525305	0,013364563	0,013134932	0,01196381
8	22,0083333	22,315	22,31	22,3035	22,274	0,013934116	0,013706929	0,013411587	0,01207119
10	20,6656667	21,895	21,89	21,8845	21,859	0,059486749	0,059244802	0,05897866	0,05774473
11	21,5873333	21,915	21,91	21,903	21,873	0,015178654	0,014947037	0,014622773	0,01323307
16	21,398	21,7195	21,715	21,708	21,678	0,015024769	0,014814469	0,014487335	0,01308534
19	21,7016667	22,063	22,057	22,051	22,021	0,016650027	0,01637355	0,016097074	0,01471469
24	21,878	22,187	22,18	22,173	22,144	0,014123777	0,013803821	0,013483865	0,01215833
27	21,3836667	21,688	21,681	21,6745	22,146	0,014232046	0,013904694	0,013600723	0,03565026
30	21,5913333	21,881	21,875	21,8695	21,8445	0,013415877	0,013137987	0,012883256	0,01172538
Moyenne						0,018900829	0,018645161	0,018357074	0,01940373

Annexe A-2 : Les m0 , mi et Δm (g) de Gas-oil ARC .

Gaz-oil 7 Jours ARC									
N	m0	m(10min)	m(30min)	m(1h)	m(24h)	Δm(10min)/m0	Δm(30min)/m0	Δm(1h)/m0	Δm(24h)/m0
8	20,752	20,832	20,828	20,826	20,814	0,00385505	0,003662298	0,00356592	0,00298766
10	22,237	22,311	22,307	22,306	22,296	0,003327787	0,003147907	0,00310294	0,00265324
11	21,516	21,582	21,578	21,577	21,568	0,003067485	0,002881577	0,0028351	0,00241681
14	21,923	21,985	21,979	21,976	21,968	0,00282808	0,002554395	0,00241755	0,00205264
20	21,578	21,757	21,751	21,751	21,741	0,008295486	0,008017425	0,00801743	0,00755399
21	21,984	22,059	22,052	22,051	22,039	0,003411572	0,003093159	0,00304767	0,00250182
23	22,005	22,088	22,082	22,079	22,068	0,00377187	0,003499205	0,00336287	0,00286299
25	21,5	21,585	21,578	21,577	21,565	0,003953488	0,003627907	0,0035814	0,00302326
27	21,764	21,834	21,815	21,828	21,818	0,003216321	0,002343319	0,00294064	0,00248116
28	21,283	21,358	21,352	21,35	21,338	0,003523939	0,003242024	0,00314805	0,00258422
Moyenne						0,003925108	0,003606921	0,00360196	0,00311178
Gaz-oil 14 jours ARC									
N	m0	m(10min)	m(30min)	m(1h)	m(24h)	Δm(10min)/m0	Δm(30min)/m0	Δm(1h)/m0	Δm(24h)/m0
1	21,575	21,715	21,71	21,708	21,689	0,006488992	0,006257242	0,00616454	0,00528389
2	20,455	20,557	20,553	20,552	20,541	0,004986556	0,004791005	0,00474212	0,00420435
4	21,436	21,537	21,533	21,53	21,518	0,0047117	0,004525098	0,00438515	0,00382534
5	21,591	21,714	21,709	21,708	21,692	0,005696818	0,00546524	0,00541892	0,00467788
6	21,73	21,861	21,855	21,853	21,836	0,006028532	0,005752416	0,00566038	0,00487805
7	23,59	23,721	23,716	23,715	23,7	0,005553201	0,005341246	0,00529886	0,00466299
15	21,54	21,658	21,653	21,651	21,636	0,00547818	0,005246054	0,0051532	0,00445682
18	20,974	21,096	21,09	21,087	21,071	0,005816725	0,005530657	0,00538762	0,00462477
22	21,857	21,957	21,952	21,951	21,938	0,004575193	0,004346434	0,00430068	0,00370591
26	20,566	20,669	20,666	20,664	20,652	0,005008266	0,004862394	0,00476515	0,00418166
Moyenne						0,005434416	0,005211779	0,00512766	0,00445017
Gaz-oil 28 jours ARC									
N	m0	m(10min)	m(30min)	m(1h)	m(24h)	Δm(10min)/m0	Δm(30min)/m0	Δm(1h)/m0	Δm(24h)/m0
3	21,7353333	21,916	21,912	21,908	21,896	0,008312119	0,008128086	0,00794405	0,00739196
9	21,2583333	21,446	21,441	21,436	21,422	0,008827911	0,008592709	0,00835751	0,00769894
12	21,038	21,2215	21,218	21,212	21,1975	0,008722312	0,008555946	0,00827075	0,00758152
13	22,3403333	22,513	22,51	22,506	22,493	0,007728921	0,007594635	0,00741559	0,00683368
16	22,392	22,584	22,581	22,577	22,563	0,008574491	0,008440514	0,00826188	0,00763666
17	21,363	21,546	21,54	21,536	21,522	0,008566213	0,008285353	0,00809811	0,00744277
19	21,557	21,712	21,708	21,704	21,693	0,00719024	0,007004685	0,00681913	0,00630886
24	22,1693333	22,381	22,3775	22,371	22,356	0,009547724	0,009389848	0,00909665	0,00842004
29	21,593	21,746	21,743	21,74	21,73	0,00708563	0,006946696	0,00680776	0,00634465
30	22,357	22,53	22,527	22,521	22,5095	0,007738069	0,007603882	0,00733551	0,00682113
Moyenne						0,008229363	0,008054235	0,00784069	0,00724802

Annexe A-3 : Les m0, mi et Δm (g) de Naphta ARC .

Essence 7jours ARC										
N	m0	m(10min)	m(30min)	m(1h)	m(24h)	Δm(10min)/m0	Δm(30min)/m0	Δm(1h)/m0	Δm(24h)/m0	
1	21,713	22,097	22,089	22,084	22,007	0,01768526	0,01731681	0,01708654	0,01354028	
4	21,852	22,256	22,247	22,242	22,157	0,01848801	0,01807615	0,01784734	0,01395753	
9	21,882	22,284	22,275	22,27	22,187	0,01837126	0,01795997	0,01773147	0,0139384	
11	22,054	22,484	22,473	22,468	22,374	0,0194976	0,01899882	0,0187721	0,01450984	
13	21,439	21,824	21,815	21,81	21,729	0,01795793	0,01753813	0,01730491	0,01352675	
21	20,873	21,251	21,242	21,238	21,157	0,01810952	0,01767834	0,01748671	0,01360609	
22	21,325	21,768	21,755	21,75	21,655	0,02077374	0,02016413	0,01992966	0,01547479	
24	21,796	22,241	22,224	22,219	22,119	0,02041659	0,01963663	0,01940723	0,01481923	
26	22,155	22,512	22,501	22,497	22,425	0,01611374	0,01561724	0,0154367	0,01218687	
27	21,59	22,058	22,044	22,04	21,935	0,0216767	0,02102825	0,02084298	0,01597962	
moyenne						0,01890904	0,01840145	0,01818456	0,01415394	
Essence 14 jours ARC										
N	m0	m(10min)	m(30min)	m(1h)	m(24h)	Δm(10min)/m0	Δm(30min)/m0	Δm(1h)/m0	Δm(24h)/m0	
2	22,112	22,835	22,818	22,798	22,699	0,03269718	0,03192836	0,03102388	0,02654667	
8	21,448	22,111	22,094	22,078	21,96	0,03091197	0,03011936	0,02937337	0,02387169	
10	23,436	24,127	24,108	24,088	23,964	0,02948455	0,02867384	0,02782045	0,02252944	
12	21,476	22,087	22,072	22,057	21,955	0,02845036	0,02775191	0,02705346	0,02230397	
16	22,147	22,781	22,76	22,745	22,637	0,0286269	0,02767869	0,0270014	0,02212489	
19	21,85	22,555	22,532	22,512	22,386	0,03226545	0,03121281	0,03029748	0,02453089	
20	21,461	22,209	22,182	22,159	22,123	0,03485392	0,03359582	0,03252411	0,03084665	
23	21,796	22,598	22,578	22,56	22,437	0,03679574	0,03587814	0,0350523	0,02940907	
28	21,834	22,525	22,502	22,483	22,36	0,03164789	0,03059449	0,02972428	0,02409087	
30	21,622	22,259	22,236	22,22	22,114	0,02946073	0,028397	0,02765702	0,0227546	
moyenne						0,03151947	0,03058304	0,02975277	0,02490087	
Essence 28 jours ARC										
N	m0	m(10min)	m(30min)	m(1h)	m(24h)	Δm(10min)/m0	Δm(30min)/m0	Δm(1h)/m0	Δm(24h)/m0	
3	22,6276667	23,762	23,719	23,674	23,534	0,05013037	0,04823004	0,04624133	0,04005421	
5	20,8923333	21,81	21,782	21,748	21,644	0,04392361	0,0425834	0,04095601	0,03597811	
6	22,246	23,281	23,246	23,209	23,087	0,04652522	0,0449519	0,04328868	0,03780455	
7	21,4416667	22,412	22,38	22,343	22,23	0,04525457	0,04376215	0,04203653	0,03676642	
14	21,8706667	22,827	22,7955	22,761	22,653	0,04372676	0,04228647	0,04070902	0,0357709	
15	22,029	22,981	22,953	22,919	22,806	0,04321576	0,04194471	0,04040129	0,03527169	
17	22,975	24,112	24,073	24,028	23,893	0,04948857	0,04779108	0,04583243	0,03995647	
18	22,097	23,185	23,15	23,108	22,974	0,04923745	0,04765353	0,04575282	0,03968865	
25	21,7753333	22,826	22,792	22,753	22,6265	0,04825031	0,04668891	0,0448979	0,03908857	
29	21,825	22,831	22,798	22,76	22,806	0,04609393	0,0445819	0,04284078	0,04494845	
moyenne						0,04658466	0,04504741	0,04329568	0,0385328	

Annexe B-1 : Les angles après rupture cas de l'air.

AIR		
N	COD	Angle
7	11,91	67
8	8,82	50
10	6,45	35
12	7,21	37
29	8,93	53
Moyenne	8,664	48,4
Ecart type	2,10044757	13,0307329

Annexe B- 2: Les angles après rupture cas de Pétrole brut.

Pétrole brut ARC 7 Jours		
N	COD	Angle
1	5,65	32
2	8,06	35
5	7,12	35
18	5,96	29
26	5,63	28
Moyenne	6,484	31,8
Ecart type	1,07094818	3,27108545
Pétrole brut ARC 14 Jours		
N	COD	Angle
6	5,57	27
7	5,31	28
15	6,56	33
21	7,7	40
28	5,12	25
Moyenne	6,052	30,6
Ecart type	1,07534646	6,02494813
Pétrole brut ARC 28 Jours		
N	COD	Angle
8	9,84	55
10	8,33	43
16	10,08	57
19	7	38
30	10,13	51
Moyenne	9,076	48,8
Ecart type	1,37558351	8,0746517

Annexe B-3 : Les angles après rupture cas de Gas-oil.

Gaz-oil ARC 7 Jours		
N	COD	Angle
20	4,284	23
21	7,41	37
23	6,53	32
27	11,02	54
28	9,53	49
Moyenne	7,7548	39
Ecart type	2,62098936	12,5896783
Gaz-oil ARC 14 Jours		
N	COD	Angle
6	8,223	41
7	5,478	27
15	6,47	50
22	10,255	30
26	5,805	28
Moyenne	7,2462	35,2
Ecart type	1,98828386	9,98498873
Gaz-oil ARC 28 Jours		
N	COD	Angle
9	7,43	34
13	5,86	31
16	7,56	36
29	5,752	30
30	10,33	53
Moyenne	7,3864	36,8
Ecart type	1,85053906	9,36482781

Annexe B-4 : Les angles après rupture cas de Naphta.

Essence ARC 7 Jours		
N	COD	Angle
9	9,382	52
11	5,796	26
13	8,792	47
21	10,395	51
24	8,505	43
Moyenne	8,574	43,8
Ecart type	1,71307282	10,5688221
Essence ARC 14 Jours		
N	COD	Angle
12	5,861	33
19	5,14	30
20	6,073	31
23	6,927	33
30	8,834	44
Moyenne	6,567	34,2
Ecart type	1,41842254	5,6302753
Essence ARC 28 Jours		
N	COD	Angle
3	9,357	43
5	6,013	38
6	8,081	31
7	9,3	49
15	6,35	32
Moyenne	7,8202	38,6
Ecart type	1,58485321	7,56967635

Annexe C-1 : Table de résilience cas de l'Air :

ARC AIR (As-Received)								
N	Largeur	Ligament	Largeur Réel	Ligament Réel	Surface réel	E%	E*25	Er
9	52	22,5	1248	0,43269231	10,3846154	20,22	505,5	0,04166667
12	49,5	21	1188	0,42424242	10,1818182	14,95	373,75	0,04166667
10	50	22	1200	0,44	10,56	16,54	413,5	0,04166667
19	52	22	1248	0,42307692	10,1538462	15,78	394,5	0,04166667
17	51,5	24,5	1236	0,47572816	11,4174757	20,85	521,25	0,04166667
4	50	24	1200	0,48	11,52	23,07	576,75	0,04166667
1	50	24	1200	0,48	11,52	18,26	456,5	0,04166667
18	50	25	1200	0,5	12	17,65	441,25	0,04166667
20	49,5	23,5	1188	0,47474747	11,3939394	17,48	437	0,04166667
22	50	24	1200	0,48	11,52	20,22	505,5	0,04166667
27	50	25	1200	0,5	12	20,13	503,25	0,04166667
2	50,5	24	1212	0,47524752	11,4059406	22,14	553,5	0,04166667
3	50	24,5	1200	0,49	11,76	21,95	548,75	0,04166667
14	52	24,5	1248	0,47115385	11,3076923	15,53	388,25	0,04166667
6	51,5	21,5	1236	0,41747573	10,0194175	15,2	380	0,04166667
13	53	24,5	1272	0,46226415	11,0943396	20,67	516,75	0,04166667
29	50	22,5	1200	0,45	10,8	13,42	335,5	0,04166667
30	50,5	25	1212	0,4950495	11,8811881	27,9	697,5	0,04166667
8	52	22	1248	0,42307692	10,1538462	17,05	426,25	0,04166667
26	50	25	1200	0,5	12	14,46	361,5	0,04166667
11	49,5	24,5	1188	0,49494949	11,8787879	20,31	507,75	0,04166667
5	50	23,5	1200	0,47	11,28	14,14	353,5	0,04166667
25	50	23	1200	0,46	11,04	14,14	353,5	0,04166667
15	52	25	1248	0,48076923	11,5384615	20,13	503,25	0,04166667
21	51	24	1224	0,47058824	11,2941176	18	450	0,04166667
16	50	24	1200	0,48	11,52	15,44	386	0,04166667
23	50,5	23,5	1212	0,46534653	11,1683168	14,46	361,5	0,04166667
28	50	25	1200	0,5	12	19,5	487,5	0,04166667
24	50	22	1200	0,44	10,56	25,65	641,25	0,04166667
7	52,5	24	1260	0,45714286	10,9714286	13,66	341,5	0,04166667

Annexe C-2 : Table de résilience cas de Pétrole brut :

HDPE ARC Pétrole brut 7j									
N	Largeur mes. mm	Ligament mes., mm	Largeur réelle mm	Ligament Réel	Surface réel0, mm ²	Er%	Er*25 J	Er (J/m ²)	Er kJ/m ²
9	64	29	24	10,875	261	29	7,25	27777,7778	27,7777778
17	61,5	28	24	10,9268293	262,243902	28	7	26692,7083	26,6927083
20	65	30,5	24	11,2615385	270,276923	30,5	7,625	28211,8056	28,2118056
2	60,05	28	24	11,1906744	268,576187	28	7	26063,3681	26,0633681
1	60	29	24	11,6	278,4	29	7,25	26041,6667	26,0416667
5	65,5	31	24	11,3587786	272,610687	31	7,75	28428,8194	28,4288194
14	65	28	24	10,3384615	248,123077	28	7	28211,8056	28,2118056
26	62	29	24	11,2258065	269,419355	29	7,25	26909,7222	26,9097222
18	64	30	24	11,25	270	30	7,5	27777,7778	27,7777778
29	63	29	24	11,047619	265,142857	29	7,25	27343,75	27,34375
HDPE ARC Pétrole brut 14j									
N	Largeur mes. mm	Ligament mes., mm	Largeur réelle mm	Ligament Réel	Surface réel0, mm ²	Er%	Er*25 J	Er (J/m ²)	Er kJ/m ²
25	49	22	24	10,7755102	258,612245	23,92	5,98	23123,4217	23,1234217
22	50	23,5	24	11,28	270,72	24,31	6,0775	22449,3942	22,4493942
6	52	24	24	11,0769231	265,846154	18,7	4,675	17585,3588	17,5853588
28	51,5	22	24	10,2524272	246,058252	22,42	5,605	22779,1588	22,7791588
12	50	23,5	24	11,28	270,72	19,77	4,9425	18256,8706	18,2568706
15	50	22	24	10,56	253,44	21,4	5,35	21109,5328	21,1095328
23	49	22,5	24	11,0204082	264,489796	24,21	6,0525	22883,6806	22,8836806
21	50	22	24	10,56	253,44	16,96	4,24	16729,798	16,729798
13	52	23	24	10,6153846	254,769231	17,39	4,3475	17064,4626	17,0644626
7	50,5	22	24	10,4554455	250,930693	23,36	5,84	23273,3586	23,2733586
HDPE ARC Pétrole brut 28j									
N	Largeur mes. mm	Ligament mes., mm	Largeur réelle mm	Ligament Réel	Surface réel0, mm ²	Er%	Er*25 J	Er (J/m ²)	Er kJ/m ²
11	49	22	24	10,7755102	258,612245	29	7,25	28034,2487	28,0342487
10	49	23,5	24	11,5102041	276,244898	28	7	25339,8345	25,3398345
30	52	24	24	11,0769231	265,846154	30,5	7,625	28682,0023	28,6820023
16	51,5	22	24	10,2524272	246,058252	28	7	28448,548	28,448548
3	50	23,5	24	11,28	270,72	29	7,25	26780,4374	26,7804374
8	50	22	24	10,56	253,44	31	7,75	30579,2298	30,5792298
19	49	22,5	24	11,0204082	264,489796	28	7	26466,0494	26,4660494
24	50	22	24	10,56	253,44	29	7,25	28606,3763	28,6063763
27	52	23	24	10,6153846	254,769231	30	7,5	29438,4058	29,4384058
4	49	24,5	24	12	288	29	7,25	25173,6111	25,1736111

Annexe C-3 : Table de résilience cas de gas-oil.

HDPE ARC Gas-oil 7j									
N	Largeur mes. mm	Ligament mes., mm	Largeur réelle mm	Ligament Réel	Surface réal0, mm ²	Er%	Er*25 J	Er (J/m ²)	Er kJ/m ²
27	65	30,5	24	11,2615385	270,276923	27,31	6,8275	25261,1282	25,2611282
21	64	29	24	10,875	261	19,77	4,9425	18936,7816	18,9367816
23	64	29	24	10,875	261	15,11	3,7775	14473,1801	14,4731801
11	64	30,5	24	11,4375	274,5	22,79	5,6975	20755,9199	20,7559199
25	64,5	30,5	24	11,3488372	272,372093	19,32	4,83	17733,0943	17,7330943
8	64	30	24	11,25	270	20,67	5,1675	19138,8889	19,1388889
14	65	30	24	11,0769231	265,846154	18,17	4,5425	17086,9502	17,0869502
28	64	29,5	24	11,0625	265,5	18,35	4,5875	17278,7194	17,2787194
20	63	28,5	24	10,8571429	260,571429	24,5	6,125	23506,0307	23,5060307
10	62	28	24	10,8387097	260,129032	27,02	6,755	25967,8819	25,9678819
HDPE ARC Gas-oil 14j									
N	Largeur mes. mm	Ligament mes., mm	Largeur réelle mm	Ligament Réel	Surface réal0, mm ²	Er%	Er*25 J	Er (J/m ²)	Er kJ/m ²
4	50	23,5	24	11,28	270,72	21,4	5,35	19762,1158	19,7621158
7	52	24,5	24	11,3076923	271,384615	25,46	6,365	23453,7982	23,4537982
1	52	24	24	11,0769231	265,846154	20,58	5,145	19353,2986	19,3532986
6	50	24	24	11,52	276,48	21,33	5,3325	19287,1094	19,2871094
22	51	25	24	11,7647059	282,352941	25,75	6,4375	22799,4792	22,7994792
15	52	24,5	24	11,3076923	271,384615	20,31	5,0775	18709,6088	18,7096088
26	50	23	24	11,04	264,96	15,69	3,9225	14804,1214	14,8041214
18	50	24	24	11,52	276,48	20,22	5,055	18283,4201	18,2834201
2	50	23	24	11,04	264,96	23,71	5,9275	22371,3013	22,3713013
5	49,5	24	24	11,6363636	279,272727	29,4	7,35	26318,3594	26,3183594
HDPE ARC Gas-oil 28j									
N	Largeur mes. mm	Ligament mes., mm	Largeur réelle mm	Ligament Réel	Surface réal0, mm ²	Er%	Er*25 J	Er (J/m ²)	Er kJ/m ²
12	49	23,5	24	11,5102041	276,244898	21,77	5,4425	19701,7213	19,7017213
17	50	25	24	12	288	18	4,5	15625	15,625
29	50	24,5	24	11,76	282,24	25,46	6,365	22551,729	22,551729
16	51,5	27	24	12,5825243	301,980583	22,05	5,5125	18254,485	18,254485
9	50	25	24	12	288	20,49	5,1225	17786,4583	17,7864583
30	51	24,5	24	11,5294118	276,705882	23,07	5,7675	20843,4311	20,8434311
24	50	24	24	11,52	276,48	23,17	5,7925	20950,8825	20,9508825
19	51,5	25	24	11,6504854	279,61165	20,4	5,1	18239,5833	18,2395833
3	49,5	23,5	24	11,3939394	273,454545	25,26	6,315	23093,4176	23,0934176
13	54	19,5	24	8,66666667	208	24,78	6,195	29783,6538	29,7836538

Annexe C-4 : Table de résilience cas de Naphtha.

HDPE ARC Essence 7j									
N	Largeur mes. mm	Ligament mes., mm	Largeur réelle mm	Ligament Réel	Surface réal0, mm ²	Er%	Er*25 J	Er (J/m ²)	Er kJ/m ²
27	65	30,5	24	11,2615385	270,276923	27,31	6,8275	25261,1282	25,2611282
	64	29	24	10,875	261	19,77	4,9425	18936,7816	18,9367816
	64	29	24	10,875	261	15,11	3,7775	14473,1801	14,4731801
	64	30,5	24	11,4375	274,5	22,79	5,6975	20755,9199	20,7559199
	64,5	30,5	24	11,3488372	272,372093	19,32	4,83	17733,0943	17,7330943
	64	30	24	11,25	270	20,67	5,1675	19138,8889	19,1388889
	65	30	24	11,0769231	265,846154	18,17	4,5425	17086,9502	17,0869502
	64	29,5	24	11,0625	265,5	18,35	4,5875	17278,7194	17,2787194
	63	28,5	24	10,8571429	260,571429	24,5	6,125	23506,0307	23,5060307
	62	28	24	10,8387097	260,129032	27,02	6,755	25967,8819	25,9678819
HDPE ARC Essence 14j									
N	Largeur mes. mm	Ligament mes., mm	Largeur réelle mm	Ligament Réel	Surface réal0, mm ²	Er%	Er*25 J	Er (J/m ²)	Er kJ/m ²
20	50	25	24	12	288	50,21	12,5525	43585,0694	43,5850694
	50	25	24	12	288	43,63	10,9075	37873,2639	37,8732639
	50	24,5	24	11,76	282,24	43,41	10,8525	38451,318	38,451318
	51,5	24	24	11,184466	268,427184	43,95	10,9875	40932,8885	40,9328885
	50,5	24,5	24	11,6435644	279,445545	42,13	10,5325	37690,7065	37,6907065
	53	24,5	24	11,0943396	266,264151	41,59	10,3975	39049,5677	39,0495677
	52	24,5	24	11,3076923	271,384615	47,4	11,85	43664,966	43,664966
	51	24	24	11,2941176	271,058824	40,63	10,1575	37473,4158	37,4734158
	50	24,5	24	11,76	282,24	35,97	8,9925	31861,182	31,861182
	51,5	25	24	11,6504854	279,61165	70,04	17,51	62622,5694	62,6225694
HDPE ARC Essence 28j									
N	Largeur mes. mm	Ligament mes., mm	Largeur réelle mm	Ligament Réel	Surface réal0, mm ²	Er%	Er*25 J	Er (J/m ²)	Er kJ/m ²
25	51,5	25	24	11,6504854	279,61165	62,37	15,5925	55764,8438	55,7648438
	50,5	23,5	24	11,1683168	268,039604	77,9	19,475	72657,1735	72,6571735
	50	24	24	11,52	276,48	66,59	16,6475	60212,3119	60,2123119
	50	22,5	24	10,8	259,2	49	12,25	47260,8025	47,2608025
	49,5	24,5	24	11,8787879	285,090909	52,69	13,1725	46204,5599	46,2045599
	50	21	24	10,08	241,92	56,87	14,2175	58769,4279	58,7694279
	51	23,5	24	11,0588235	265,411765	59,41	14,8525	55960,2172	55,9602172
	50	24	24	11,52	276,48	55,37	13,8425	50066,9126	50,0669126
	550	23,5	24	1,02545455	24,6109091	52,04	13,01	528627,364	528,627364
	49,5	23	24	11,1515152	267,636364	54,51	13,6275	50917,9688	50,9179688

Annexe D-1 : Les m0, mi et Δm (g) de Pétrole brut des éprouvettes parallélépipédiques.

N	m0	m (10min)	m (30min)	m(1h)	m(24h)	Δm/m0 (10min)	Δm/m0(30min)	Δm/m0(1h)	Δm/m0(24h)
1	2,378	2,378	2,378	2,379	2,383	0	0	0,00042052	0,00210261
2	2,335	2,335	2,935	2,337	2,342	0	0,256959315	0,00085653	0,00299786
3	1,935	1,935	1,935	1,936	1,94	0	0	0,0005168	0,00258398
4	2,51	2,51	2,51	2,511	2,516	0	0	0,00039841	0,00239044
5	2,421	2,421	2,422	2,421	2,425	0	0,000413052	0	0,00165221
6	3,06	3,06	3,062	3,062	3,067	0	0,000653595	0,00065359	0,00228758
7	1,998	1,999	1,999	1,998	2,001	0,000500501	0,000500501	0	0,0015015
8	2,122	2,122	2,122	2,121	2,12	0	0	-0,00047125	-0,00094251
9	2,366	2,366	2,366	2,366	2,37	0	0	0	0,00169062
10	2,449	2,449	2,449	2,449	2,453	0	0	0	0,00163332
Moyenne						5,00501E-05	0,025852646	0,00023746	0,00178976

Annexe D-2 : Les m0, mi et Δm (g) de Gas-oil des éprouvettes parallélépipédiques.

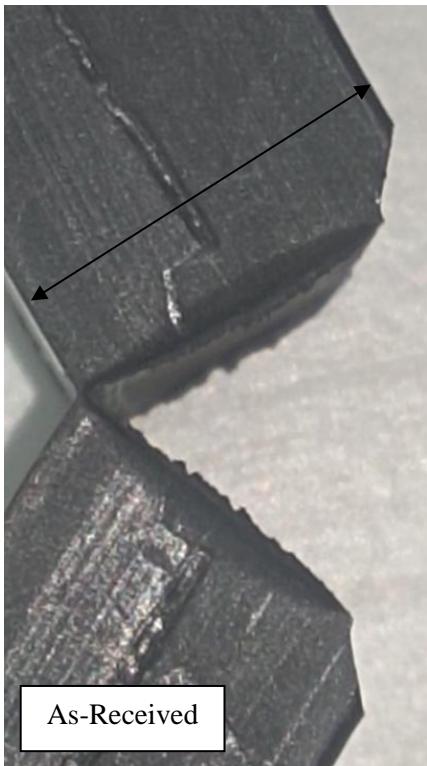
N	m0	m(10min)	m(30min)	m(1h)	m(24h)	Δm/m0(10min)	Δm/m0(30min)	Δm/m0(1h)	Δm/m0(24h)
1	2,238	2,238	2,239	2,239	2,242	0	0,000446828	0,00044683	0,00178731
2	2,3	2,3	2,301	2,301	2,303	0	0,000434783	0,00043478	0,00130435
3	2,464	2,464	2,464	2,464	2,467	0	0	0	0,00121753
4	2,154	2,154	2,154	2,154	2,156	0	0	0	0,00092851
5	2,31	2,31	2,311	2,312	2,315	0	0,0004329	0,0008658	0,0021645
6	2,004	2,004	2,005	2,005	2,008	0	0,000499002	0,000499	0,00199601
7	2,634	2,634	2,635	2,635	2,638	0	0,000379651	0,00037965	0,0015186
8	2,581	2,581	2,582	2,584	2,586	0	0,000387447	0,00116234	0,00193723
9	2,234	2,234	2,235	2,235	2,238	0	0,000447628	0,00044763	0,00179051
10	2,302	2,302	2,303	2,304	2,307	0	0,000434405	0,00086881	0,00217202
Moyenne						0	0,000346264	0,00051048	0,00168166

Annexe D-3 : Les m0, mi et Δm (g) de Gas-oil des éprouvettes parallélépipédiques.

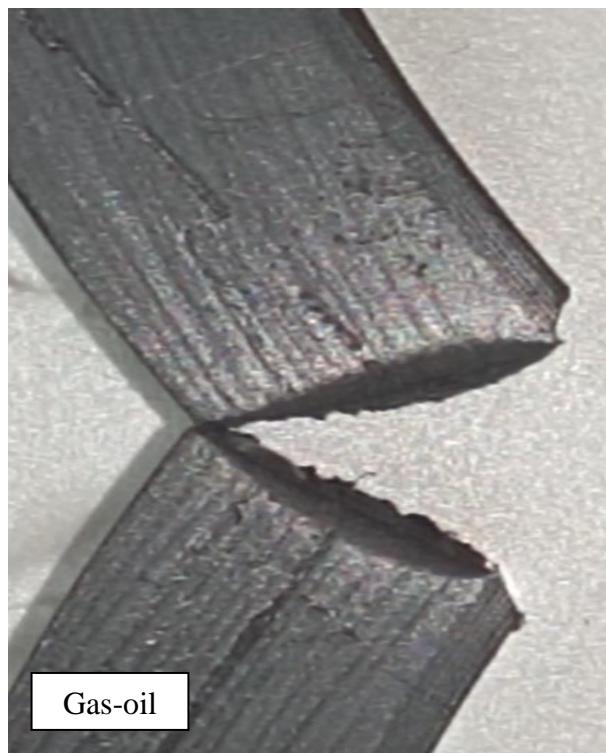
N	m0	m(10min)	m(30min)	m(1h)	m(24h)	Δm/m0(10min)	Δm/m0(30min)	Δm/m0(1h)	Δm/m0(24h)
1	2,176	2,176	2,176	2,179	2,194	0	0	0,001378676	0,00827206
2	1,974	1,974	1,974	1,977	1,995	0	0	0,001519757	0,0106383
3	1,967	1,968	1,968	1,971	1,99	0,00050839	0,000508388	0,002033554	0,01169293
4	2,021	2,022	2,022	2,023	2,037	0,0004948	0,000494805	0,000989609	0,00791687
5	2,36	2,36	2,362	2,364	2,38	0	0,000847458	0,001694915	0,00847458
6	1,963	1,963	1,963	1,966	1,981	0	0	0,001528273	0,00916964
7	2,204	2,205	2,206	2,208	2,224	0,00045372	0,000907441	0,001814882	0,00907441
8	2,444	2,444	2,444	2,447	2,465	0	0	0,001227496	0,00859247
9	2,078	2,078	2,078	2,079	2,093	0	0	0,000481232	0,00721848
10	2,315	2,316	2,316	2,317	2,333	0,00043197	0,000431965	0,000863931	0,00777538
Moyenne						0,00018889	0,000319006	0,001353233	0,00888251

Annexe : E

- Exemples d'images utilisées pour les mesures de COD



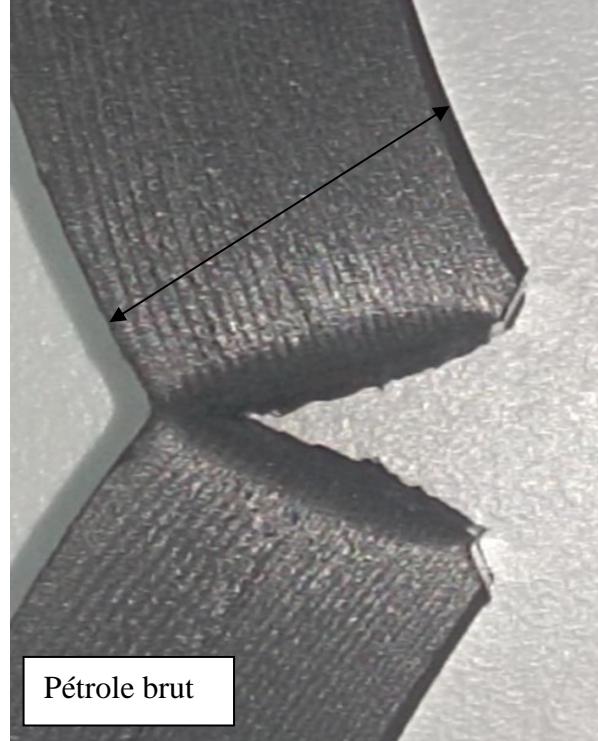
As-Received



Gas-oil



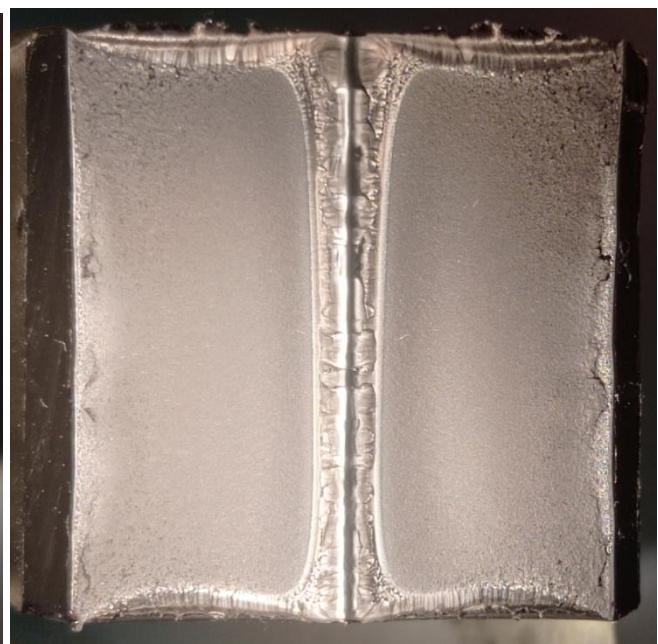
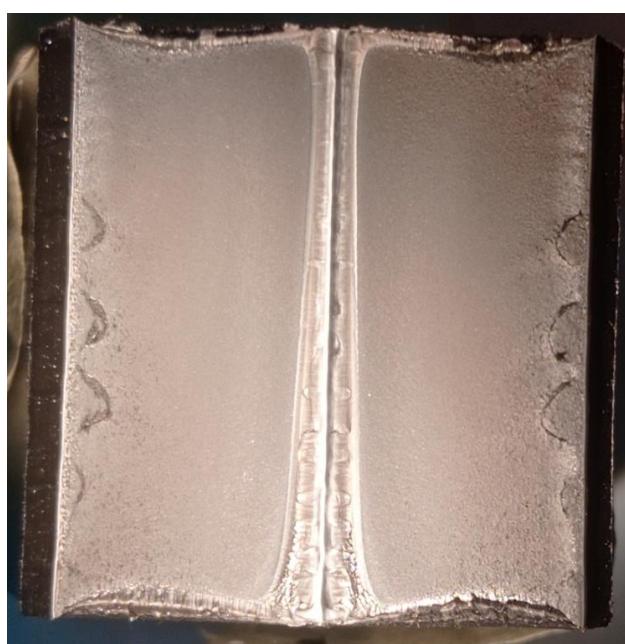
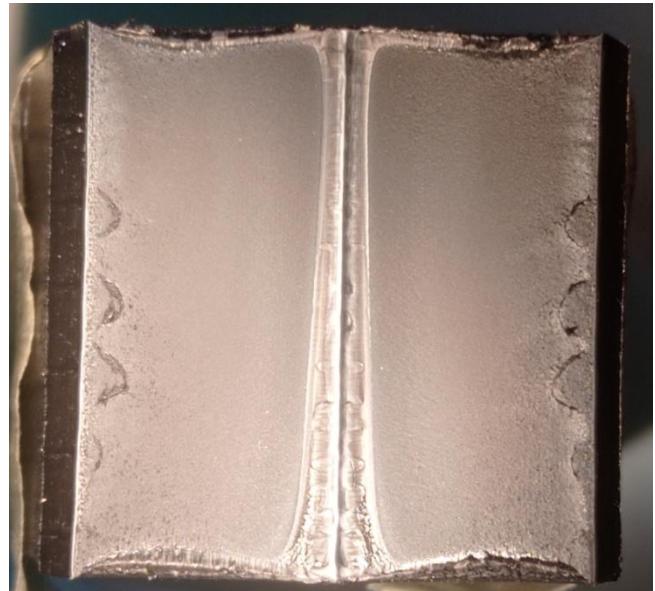
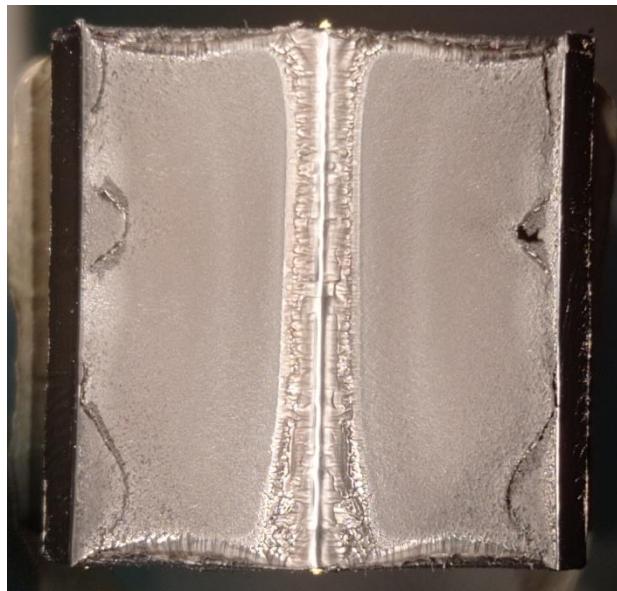
Naphta



Pétrole brut

Annexe F : Aspects de Surfaces de rupture (Naphta et Pétrole Brut)

Naphta (7 jours)



Pétrole brut : (7 jours)

