# وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

BADJI MOKHTAR - ANNABA UNIVERSITY



جامعة باجي مختار عنابة

UNIVERSITE BADJI MOKHTAR - ANNABA

Faculté des Sciences de l'Ingéniorat

Département de Génie Mécanique

**Doctorat en Sciences** 

# ETUDE EXPERIMENTALE ET NUMÉRIQUE DE L'ÉVOLUTION DE LA TÉNACITÉ A TRAVERS LA PAROI D'UN TUBE EN POLYÉTHYLÈNE TYPE HDPE-100

### Par HAMLAOUI NACIRA

**DIRECTEUR DE THESE:** 

Kamel CHAOUI

Pr. UBM Annaba

Devant le jury

PRÉSIDENT: EXAMINATEURS:

EXAMINATEURS: Idriss AMARA Ahmed BELBAH

Abdelaziz AMIRAT

Pr. UBM Annaba

Pr. Université de Constantine 1 MCA. Université de Guelma

Année 2018

Je dédie ce travail à

tous ceux qui m'ont encouragé

#### Remerciements

Je tiens à exprimer ma profonde reconnaissance à mon directeur de thèse, Pr. Kamel CHAOUI de l'Université Badji Mokhtar de Annaba pour avoir encadré ce travail, ses précieux conseils, ainsi que pour sa patience et son suivi attentif tout au long de la préparation de cette thèse. J'exprime également ma sincère gratitude au Pr. Abdelaziz Amirat de l'UBM Annaba, pour avoir accepté de présider mon jury. Je tiens aussi à remercier les examinateurs, Pr. Idriss Amara et Dr. Ahmed Belbah qui ont bien voulu prendre sur leurs temps l'examen du contenu de cette thèse. Je remercie Pr. Zitouni Azari de m'avoir accueilli au LaBPS durant mon stage à l'ENIM de Metz (France).

Je voudrais remercier le Laboratoire de Recherche Mécanique des Matériaux et Maintenance Industrielle (LR3MI), qui a soutenu la réalisation de ce travail en collaboration avec le Laboratoire de Mécanique, Biomécanique, Polymère, Structures (LaBPS) de l'Ecole Nationale d'Ingénieur de Metz (France).

Je tiens à exprimer toute ma reconnaissance envers tous les membres du Laboratoire de recherche LMS de l'Université de Guelma, en particulier Pr M-A.Yallese, Pr N. Ouelaa, Pr L. Fatmi, Pr M. C. Djamaa, Pr A. Djebala et Dr H. Bensouilah pour l'encouragement et l'aide procurés. Aussi je remercie les techniciens du Hall Technologique du département de Génie Mécanique de l'Université 8 Mai 1945 de Guelma.

Aussi je voudrais remercier les membres du Laboratoire de Mécanique des Fluides Appliquée, Génie des Procédés et Environnement (LMFAGPE), de l'École Nationale d'Ingénieurs de Sfax, en particulier **Dr. Mohamed Amine Guidara**. Pareillement, le soutien apporté par les laboratoires de l'unité de recherche de l'UMBB de Boumerdes et de Génie Civil de l'UBMA a été très encourageant.

Mes vifs remerciements s'adressent enfin au personnel du Département de Génie mécanique de L'Université de Guelma, sans oublier les cadres du Laboratoire CP2K de la SONATRACH Skikda.

ii

#### ملخصص

شهدت السنوات الأخيرة استعمال مكثف للأنابيب اللدنة مثل متعدد الايثيلين العالي الكثافة (HDPE) لنقل وتوزيع السوائل والغاز الطبيعى تحت الضغط العالي وذلك لأسباب اقتصادية و لفعالية مادة متعدد الايثيلين عالي الكثافة بالنسبة للمواد المعدنية التقليدية.

تتمتع شبكات HDPE بفترة خدمة أطول وذلك راجع إلى خصائص المادة ودرجة حرارة التشغيل وحجم العيوب والبيئة وعوامل التحميل. تصميم هذه الأنابيب عموما يتطلب النظر في انكسار المادة بسبب الشقوق التي تنتشر في اتجاهات محورية ومحيطية. يرجع سبب معظم ظواهر الانكسار إلى

حد كبير إما إلى التصميم غير سليم أو الاستخدام المفرط أو استعمال مادة جديدة يجهل نتائجها. وبالتالي، من الضروري فهم سلوك انكسار الأنابيب HDPE و تأثير البنية المجهرية على سلوك الانكسار هذه المواد من أجل معالجة أفضل لمشكلة خطر الشروع في تلف و التكسير.

الهدف من هذه الدراسة هو معرفة توزيع الخصائص الميكانيكية لمادة HDPE وصلابتها (J<sub>IC</sub>) من خلال جدار الأنبوب المستخدم لنقل الغاز الطبيعي.

تحقيق هذه الأهداف يمر بمرحلة حاسمة تشتمل على جزء كبير من عملية الخراطة من أجل استخراج عينات الاختبار الموجودة في طبقات الجدار (الخارجية و المتوسطة و الداخلية). قد تحقق هذا الجزء و سمح بتحسين المعلمات المعتادة للقطع وخاصة درجة الحرارة في منطقة القطع.

وقد تم تكييف نهج بيغلي-لاندس (Begley-Landes) لحساب الصلابة الحرجة J<sub>IC</sub> للعينات ذات الشكل الهندسي SENT. أظهرت النتائج أن تأثير ألا تجانس ملحوظ على الخصائص الميكانيكية.

كلمات مفتاحيه: متعدد الايثيلين ، أنبوب، خراطة، طبقة، خصائص ميكانيكية، صلابة.

#### Résumé

L'utilisation des tubes en polyéthylène de haute densité (HDPE) pour le transport sous pression a considérablement augmenté ces dernières années pour des raisons d'efficacité et d'économie par rapport aux matériaux métalliques classiques. Les réseaux en HDPE présentent une durée de vie plus longue et qui est fonction des caractéristiques du matériau, de la température de service, de la taille de défauts, de l'environnement et des facteurs de chargement. La conception de ces tubes nécessite généralement la prise en compte de la rupture due à des fissures se propageant dans les directions axiale ou circonférentielle. La cause de la plupart des phénomènes de rupture est en grande partie due soit à une conception impropre ou une utilisation excessive ou encore l'emploi d'un nouveau matériau produisant un résultat imprévu. Ainsi, il est indispensable de comprendre le comportement à rupture des tubes en HDPE et l'influence de la microstructure sur le comportement à rupture de ces matériaux pour permettre d'approcher au mieux le problème du risque d'amorçage, d'endommagement et de fissuration.

L'objectif de cette étude est d'établir la distribution de propriétés mécaniques à travers la paroi d'un tube en HDPE-100 utilisé pour le transport du gaz naturel ainsi que sa ténacité ( $J_{IC}$ ). L'atteinte de ces objectifs passe par une phase cruciale qui comporte une partie importante d'usinage dans le but d'extraire des éprouvettes d'essai localisées dans la paroi (couches extérieure, moyenne et intérieure). Cette partie à été réalisée et a permis d'optimiser les paramètres usuels d'usinage et surtout de la température dans la zone de coupe. L'approche de Begley-Landes a été adaptée pour calculer  $J_{IC}$  sur la base d'une géométrie SENT. Les résultats obtenus montrent que l'effet des hétérogénéités est remarquable sur les propriétés mécaniques.

## Mots clés: Polyéthylène, Tube, Usinage, Couche, Caractéristiques mécaniques, Ténacité.

### Summary

The use of high density polyethylene (HDPE) pipes for pressurized transmission systems has increased considerably in recent years for reasons of efficiency and economy as compared to conventional metallic materials. HDPE networks have shown longer lifetimes and are dependent on material characteristics, service temperature, flaw size, environmental conditions and loading levels. The design basics of such pipe networks usually require consideration of the fracture due to propagating cracks in the axial or circumferential directions. The causes of most failure phenomena are mainly due to improper design, over pressurizing or the employing a new material that produces results below expectations. Thus, it is essential to understand the resisting behavior of HDPE pipes and the influence of the microstructure on the performance in order to search for an enhanced approach for the risk of damage or crack initiation. The objective of this study is to establish the distribution of mechanical properties through the wall of a HDPE tube used for the transport of natural gas and its corresponding toughness ( $J_{IC}$ ). The achievement of these objectives requires a key phase which includes a major part of machining in order to extract localized test specimens from the wall (outer, middle and inner layers). This part was realized and it allowed optimizing machining parameters and especially the temperature in the cutting zone. The Begley-Landes approach has been adapted to compute J<sub>IC</sub> on the basis of SENT geometry. The results obtained show that the effects of the structural heterogeneities are significant on mechanical properties distributions within the pipe wall.

Key words: Polyethylene, Pipe, Machining, Layer, Mechanical characteristics, Toughness.

v

### Nomenclature

a	Longueur de la fissure	(mm)
ANOVA	Analyse de variance	
ар	Profondeur de passe	(mm)
В	Epaisseur	(mm)
CM ajust	Moyenne des carrés ajustés	
Cont.%	Pourcentage de contribution	%
d	déplacement	(mm)
DL	Degrée de liberté	
DF	Fonction de désirabilité	
DSC	Analyse enthalpique différentielle	
Ε	Module de Young	$(N/mm^2)$
f	Vitesse d'avance	(mm/tr)
FNC	Fluage à entaille complète	
F-value	Test de Fisher	
HDPE	Polyethylene haute densité	
J	Intégrale	
$J_{IC}$	Tenacité	$(kJ/m^2)$
Κ	Facteur d'intensité de contrainte	$(MPa. \sqrt{m})$
L	Sens longitudinal	( · · · /
Lc	Epaisseur cristalline	(nm)
MRS	<i>Résistance minimale requise</i>	(MPa)
MS Adj	Moyenne des carrés ajustée	
P	Pression	(MPa)
PEBD	Polvéthvlène basse densité	
P-value	Valeur de probabilité	
$R^2$	Coefficient de determination	%
$R^2(adj)$	Coefficient de determination adjusté	%
Ra	Rugosité moyenne arthmétique	(µm)
RCP	Test de fissuration rapide	u ,
Rt	Rugosité totale	(µm)
Rz.	Rugosité de profondeur movenne	(um)
RSM	Methodologie des surfaces de response	(1 )
SENT	<i>Géométrie à une seule entaille</i>	
SCG	Propagation lente de la fissure	
SDR	Ration standard	
Seq SS	Somme des carrés	
ST	Transmetteurs de contraintes	
T	Sens transversal	
t <sup>o</sup>	Temperature de coupe	$(^{\circ}C)$
r T <sub>f</sub>	Température de fusion	$(^{\circ}C)$
TM	Molécule liante	( 0)
IIII II	Fnergie notentielle	(I)
	Illtra violé	
Vc	Vitesse de coupe	(m/min)
X.	Taux de cristallinité	0/
Xi	Variahle	/0
Y	r un nuore Résponse	
1	Response	

α	Angle de dépouille	(°)
γ	Angle de coupe	(°)
λi	Coefficients des termes linéaires	
λii	Termes quadratiques	
λij	Termes des interactions entre variables	
$\Delta H_f$	Enthalpie de fusion spécifique	(J/g)
$\sigma_{hoop}$	Contrainte circonférentielle	$(N/mm^2)$
σ <sub>ij</sub>	Champ de Contrainte	$(N/mm^2)$
σ <sub>y</sub>	Contrainte au seuil d'écoulement	$(N/mm^2)$
σ <sub>yy</sub>	Contrainte d'ouverture	$(N/mm^2)$
$\sigma_{Rup}$	Contrainte à la rupture	$(N/mm^2)$
8	Déformation	%
$\mathcal{E}_y$	Déformation au seuil d'écoulement	%
E Rup	Déformation à la rupture	%

## Liste des figures

Figure 1: Schéma représentant les parties étudiées dans ce travail	3
Figure I.1: Structures des polyéthylènes [8]	6
Figure I.2: Microstructure d'un polyéthylène [10,11]	8
Figure I.3: Représentation schématique des molécules de liaison	9
Figure I.4: Courbe de comportement contrainte-déformation	
lors d'un essai de traction [26]	11
Figure I.5: Sensibilité du HDPE a) à la vitesse de déformation	
b) à la température [27]	12
Figure I.6: Variation des propriétés à travers la paroi d'un tube HDPE80:	
a) Module d'élasticité et b) contrainte d'écoulent [28]	13
Figure I.7: Mécanismes de déformation inter-lamellaire	
a) Etat non déformé, b) Glissement inter-lamellaire et	
c) Séparation inter-lamellaire [31]	14
Figure I.8: Etapes de déformation des lamelles cristallines du polyéthylène:	
modèles de Schultz sans cavitation [35]	16
Figure I.9: Mécanismes de déformation des lamelles cristallines	
du polyéthylène: modèles de Schultz avec cavitation [35]	17
Figure I.10: Echantillon de HDPE observé au MEB	
pour différents états de déformation [34]	18
Figure I.11: Ligne d'extrusion de tube en polyéthylène [42]	21
Figure I.12: Phénomène de fléchissement pour un tube en HDPE	22
Figure I.13: Désignation normalisée des tubes (NF)	23
Figure I.14: Différents modes de rupture d'un tube en PE	
sous pression interne [50]	24
Figure I.15: Essai d'éclatement de tube, cas du test	
S4 (Small Scale Steady State) [58]	26
Figure I.16: Modes de rupture	29
Figure I.17: Champ de contrainte au voisinage d'une fissure	29
Figure I.18: Contour d'intégration	31

Figure I.19: Géométrie et configurations de la fissure	35
Figure II.1: Représentation d'éprouvette en montage d'usinage	
des essais de rugosité sur tour SN 40	45
Figure II.2: Rugosimètre Surftest 201Mitutoyo	46
Figure II.3: (a) Dispositif infrarouge digital TT0936	
(b) Principe de mesure distance (D) aux rapports de taille	
de point (S), $(D/S = 8:1)$	46
Figure II.4: Opération de tournage du tube en HDPE- 100:	
a) chariotage, b) alésage	48
Figure II.5: Disposition des enveloppes dans la paroi du tube	
(extérieure, moyenne et intérieure)	48
Figure II.6: Presse pneumatique	49
Figure II.7: Eprouvette standards	49
Figure II.8a: Sens de prélèvement des éprouvettes de rupture	50
Figure II.8b: Forme et dimensions des éprouvettes SENT	50
Figure II 9: Microscope utilisé pour la mesure de fissure	51
Figure II.10: Position de prélèvement des échantillons dans le tube	
1) couche intérieure, 2) couche moyenne et 3) couche extérieure	52
Figure II.11: Analyseur enthalpique différenciel (DSC)	53
Figure II.12: Banc d'essai	54
Figure III.1: Sources de chaleur en tournage [13]	59
Figure III.2: Représentation des rugosités	63
Figure III.3: Montage d'expérience	68
Figure III.4a: Effet de l'avance et de la vitesse de coupe sur	
la rugosité de surface pour ap=1 mm	72
Figure III.4b: Effet de la profondeur de passe et de l'avance sur	
la rugosité de surface pour Vc =137.5 m/min	73
Figure III.4c: Effet de la profondeur de passe et la vitesse de coupe sur	
la rugosité de surface pour f=0.2 mm/tr	73
Figure III.5: Surface de réponse 3D pour la température de coupe	75

Figure III. 6: Test de normalité de la distribution des résidus	
Ra(a), Rt (b), Rz (c) et $t^{\circ}(d)$	78
Figure III.7: Valeurs résiduelles en fonction des valeurs ajustées	
pour Ra(a), Rt (b), Rz (c) et t°(d)	79
Figure III.8: Comparaison entre les valeurs expérimentales et les valeurs	
prédites de la rugosité de surface et la température de coupe	79
Figure III.9: Effet des paramètres de coupe sur Ra, Rt, Rz et t°	80
Figure III.10: Graphiques à barre de désirabilités	84
Figure III.11: Désirabilité globale	85
Figure IV.1: Thermo grammes de fusion de trois couches	93
Figure VI.2: Analyse enthalpique différentielle	94
Figure IV.3: Diffractogrammes RX des couches du HDPE-100	97
Figure IV.4: Courbes contrainte-déformation du HDPE- 100	
pour V=100 mm/min	99
Figure IV.5: Évolution des courbes contrainte- déformation à travers	
la paroi du tube sens longitudinal, pour V=100 et 10 mm/min	101
Figure IV.6: Courbes contrainte-déformation nominale dans	
les deux directions longitudinale et transversale	102
Figure IV.7: Évolution du module d'élasticité en fonction de la vitesse	104
Figure IV.8: Effet de la vitesse de déformation sur	
la contrainte limite élastique	104
Figure IV.9: Évolution de la déformation au seuil d'écoulement	
en fonction de la vitesse	105
Figure V.1: Schématisation de la méthode de Begley et Landes	112
Figure V.2: Courbes charge-déplacement couche intérieure, sens longitudin	al:
a) jusqu'à rupture et b) jusqu'à la charge max	
pour V=10 mm/min	116
Figure V.3: d en fonction de a pour la couche intérieure	116
Figure V.4: U/B en fonction de a pour la couche intérieure	116
Figure V.5: J en fonction de d pour la couche intérieure sens longitudinal	116

Figure V.6: Courbes charge-déplacement couche moyenne, sens longitudina	al:
a) jusqu'à rupture et b) jusqu'à la charge max	
pour V=10 mm/min	117
Figure V.7: d en fonction de a pour la couche moyenne	117
Figure V.8: U/B en fonction de a pour la couche moyenne	117
Figure V.9: J en fonction de d pour la couche moyenne, sens longitudinal	117
Figure V.10: Courbes charge-déplacement couche extérieure, sens longitud	inal:
a) jusqu'à rupture et b) jusqu'à la charge max	
pour V=10 mm/min	118
Figure V.11: d en fonction a pour la couche extérieure	118
Figure V.12: U/B en fonction de a pour la couche extérieure	118
Figure V.13: J en fonction de d pour la couche extérieure, sens longitudinal	118
Figure V.14: Observation de la propagation de la fissure sur	
une éprouvette SENT lors de l'essai de traction	119
Figure V.15: Courbes charge-déplacement couche intérieure, sens transvers	al
pour V= 10 mm/min	121
Figure V16: J en fonction de d pour la couche intérieure, sens transversal	
pour V=10 mm/min	121
Figure V 17: Mode de rupture des éprouvettes	121
Figure V.18: Courbes charge-déplacement couche intérieure, sens longitudi	nal
pour V=50 mm/min	122
Figure V.19: J en fonction de d pour la couche intérieure, sens longitudinal	
pour V=50 mm/min	123
Figure V.20: Courbes charge-déplacement couche intérieure, sens longitudi	nal
pour V=100 mm/min	123
Figure V.21: J en fonction de d pour la couche intérieure, sens longitudinal	
pour V=100 mm/min	123
Figure V.22: Courbes charge-déplacement couche intérieure, sens longitudi	nal
pour V=200 mm/min	124
Figure V.23: J en fonction de d pour la couche intérieure, sens longitudinal	
pour V=200mm/min	124

Figure V.24: Valeurs expérimentales de la ténacité pour le HDPE	
(d'après EL-Bagory et al. [8])	125
Figure V.25:Géométrie et conditions aux limites	126
Figure V.26: Maillage en 3D de demi éprouvette SENT	127
Figure V.27: Direction de l'extension de la fissure	127
Figure V.28: Courbes charge –déplacement	129
Figure V.29: Evolution de l'intégrale J en fonction du déplacement	
de la traverse	130
Figure V.30: Distribution de la contrainte d'ouverture normale	
au plan de la fissure suivant le ligament (P1-P2),	
pour la couche intérieure	132
Figure V.31: Distribution de la contrainte d'ouverture normale	
au plan de la fissure suivant le ligament (P1-P2),	
pour la couche extérieure	133
Figure V.32: Evolution de l'intégrale J pour différentes longueurs	
de fissure, dans le cas de la couche intérieure	134
Figure V.33: Evolution de l'intégrale J pour différentes longueurs	
de fissure, dans le cas de la couche extérieure	135

### Liste des tableaux

Tableau I.1: Composition de base	19
Tableau I.2: Classification de la résine	20
Tableau I.3: Comparaison de différentes méthodes de mesure	
de la température de coupe	33
Tableau II.1: Propriétés des tubes en HDPE [1]	44
Tableau II.2: Table orthogonale standard L27 (3 <sup>13</sup> ) de Taguchi	47
Tableau III.1: Paramètres de coupe et niveaux associés	68
Tableau III.2: Résultats expérimentaux pour la rugosité de surface	
et la température	69
Tableau III.3: ANOVA pour le critère de la rugosité moyenne	
arithmétique (Ra)	70
Tableau III.4: ANOVA pour le critère de rugosité totale (Rt)	71
Tableau III.5: ANOVA pour le critère de la rugosité (Rz)	71
Tableau III.6: ANOVA pour la température de coupe (t°)	74
Tableau III.7: Intervalle des paramètres d'entrée et de réponses	82
Tableau III.8: Optimisation de réponses pour les critères de rugosité	
de surface et de la température de coupe	83
Tableau IV.1: Valeurs des paramètres physiques	95
Tableau IV.2: Quelques caractéristiques mécaniques, sens longitudinal	103
Tableau V.1: Valeurs de $J_{IC}$ en fonction des longueurs de fissure	135
Tableau V.2: Comparaison des valeurs de J <sub>IC</sub>	
expérimentales et numériques	136

### Table des matières

Dédicace	i
Remerciements	ii
ملخص	iii
Résumé	iv
Abstract	v
Nomenclature	vi
Liste des figures	viii
Liste des tableaux	xiii
Introduction générale	1
Chapitre I: Etude bibliographique	
I.1. Introduction	5
I.2. Polyéthylènes	6
I.3. Polyéthylènes de haute densité (HDPE)	7
I.3.1. Structure et morphologie du polyéthylène	7
I.3.2. Comportement mécanique du polyéthylène	10
I.3.3. Mécanismes d'endommagement du polyéthylène	13
I.4. Tubes en polyéthylène	19
I.4.1. Spécifications pour composition de base	19
I.4.2. Caractéristiques et classification	19
I.4.3. Procédé de mise en forme de tube en polyéthylène	20
I.4.4. Phénomène de sagging	21
I.5. Modes de rupture de tube en PE sous pression	23
I.6. Tests de rupture de tube en HDPE	25
I.6.1. Test de pression hydrostatique	25
I.6.2. Test de fluage	25
I.6.3. Test de fissuration rapide (RCP)	26
I.6.4. Essai de fissuration sous contrainte (ESC)	27
I.6.5. Test de fatigue	27
I.7. Modes de propagation d'une fissure	28
I.8. Mécanique linéaire élastique de la rupture (MLER)	29

I.9. Théorie de l'intégrale J	31
I.10. Etat de l'art	32
Références	36
Chapitre II: Méthodes expérimentales	
II.1. Introduction	43
II.2. Présentation du matériau étudié	43
II.3. Equipements de tournage	44
II.3.1. Machine outil	44
II.3.2. Outil de coupe	45
II.3.3. Caractérisation de la surface de la pièce	45
II.3.4. Mesure de la température de coupe	46
II.4. Préparation des éprouvettes	47
II.4.1. Eprouvettes de caractérisation	47
II.4.2. Eprouvettes de rupture	50
II.5. Caractérisation structurale	51
II.5.1. Analyse enthalpique différentielle (DSC)	51
II.5.2. Diffraction des rayons X	53
II.6. Caractérisation mécanique	54
Références	55
Chapitre III: Optimisation du régime de coupe du HDPE-100	
III.1. Introduction	56
III.2. Répartition de la chaleur	58
III.2.1. Mesure de la température	60
III.3. Etat de surface	61
III.3.1. Définition	61
III.3.2. Défauts de rugosité	62
III.4. Méthode des surfaces de réponse	63
III.5. Analyse de la variance (ANOVA)	65
III.6. Optimisation	66
III.7. Procédure expérimentale	67
III.8.Résultats et discussions	68

III.8.1. Analyse de la variance pour la rugosité	
en fonction des paramètres de coupe	69
III.8.2. Température de coupe en fonction des paramètres de coupe	74
III.8.3. Modèles de prédiction	76
III.8.4. Validation des modèles	77
III.8.5. Optimisation par l'analyse de la fonction de désirabilité	81
III.9.Conclusion	85
Références	87
Chapitre IV: Caractérisation structurale et mécanique du HDPE-100	
IV.1. Introduction	92
IV.2. Procédure expérimentale	92
IV.2.1 Matériau	92
IV.3. Caractérisation physique	93
IV.3.1. Analyse enthalpique différentielle (DSC)	93
IV.3.1.1. Résultats et discussions	93
IV.3.2. Diffraction des rayons X	97
IV.3.2.1. Résultats et discussions	97
IV.4. Caractérisation mécanique	97
IV.4.1. Déroulement des essais	98
IV.4.2. Résultats et discussions	98
IV.4.2.1. Influence de l'épaisseur de la paroi	98
IV.4.2.2. Effet de la vitesse sur	
les caractéristiques mécaniques	103
IV.5. Conclusion	105
Références	106
Chapitre V: Etude de la ténacité du HDPE-100	
V.1. Introduction	109
V.2. Base théorique	110
V.2.1. Méthode de Begley et Landes	111

V.3. Procédure expérimentale	112
V.3.1. Matériau	112
V.4. Détermination expérimentale de la ténacité	112
V.4.1. Résultats et discussions	112
V.4.1.1. Evolution de la ténacité à travers la paroi	112
V.4.1.2. Effet du sens sur la ténacité	120
V.4.1.3. Effet de la vitesse de chargement sur la ténacité	122
V.5. Détermination de la ténacité par éléments finis	125
V.5.1. Géomètre, conditions aux limites et chargement	125
V.5.2. Maillage	126
V.5.3. Matériau	127
V.5.4. Résultats et discussions	128
V.6. Conclusion	137
Références	137
Conclusion générale	141
Perspectives	145

### Introduction générale

Les polymères, leurs mélanges et leurs composites sont devenus des matériaux courants à multiple usages ordinaires et vraiment indispensables à la vie quotidienne de l'être humain. Parmi ces matériaux, les polymères thermoplastiques sont largement employés dans toutes les applications d'ingénierie telles que la mécanique, l'électronique, l'hydraulique et le génie civil. Les applications types des polyéthylènes ayant une qualité moyenne et standard sont essentiellement pour les sacs plastiques, les tubes simples, les housses rétractables, les films industriels et les emballages. Par contre, les applications types des polyéthylènes de hautes performances, elles sont réservées au transport de produits corrosifs ou dangereux, les films de pellicules, les produits d'étanchéité, les emballages à basse température, les conduites de chauffage au sol et certains réservoirs de stockage.

De nos jours, l'utilisation des tubes en polyéthylène de haute densité (HDPE) domine considérablement les différents secteurs de transport de fluides par réseaux enterrés, en remplacement des tubes en acier traditionnels et coûteux. Les tubes ainsi que les géomembranes en polyéthylène sont employés avec succès depuis plus d'un demi-siècle principalement dans les systèmes d'alimentation en gaz combustibles, en eau potable, dans le drainage des terres arables, pour l'étanchéité des bassins d'eau, des retenues collinaires et des barrières de rétention anti-pollution liquides issues de l'enfouissement des ordures ménagères (les CET en Algérie). Ces applications ont connu plusieurs améliorations avec l'avènement de résines copolymérisées suffisamment résistantes. Les tubes en HDPE offrent une très bonne adéquation entre la résistance et la durabilité à long terme et les exigences en termes de coûts d'acquisition et de techniques d'installation et de maintenance.

Les structures tubulaires doivent être conçues et dimensionnées de façon à supporter les contraintes (mécaniques et/ou environnementales) auxquelles elles sont exposées en service.

La dernière génération des tubes en HDPE-100 sous pression sont dimensionnés pour résister à une pression hydrostatique constante dépassant les 50 ans de service à une température de 20°C. L'analyse du comportement et des propriétés mécaniques de ce matériau continue de faire encore l'objet de nombreuses études. En effet, leur utilisation dans des conditions de plus en plus spécifiques demande une connaissance approfondie des mécanismes physiques mis en jeux lors des sollicitations thermiques ou mécaniques.

Dans cette perspective, il y a en particulier de signaler le lien entre fabrication, paramètres microstructuraux et propriétés. Cette question se doit d'être bien étudiée afin d'optimiser le matériau par rapport aux conditions de son utilisation. C'est principalement le cas des polyéthylènes qui comprennent à la fois une phase amorphe et une phase cristalline et qui se comportent différemment d'une situation à une autre. Néanmoins, la caractérisation de leur structure n'est pas facile en raison de la complexité de la microstructure multiéchelles existante et compliquée par le procédé de mise en forme du produit surtout dans le cas des tubes.

La rupture de tubes en HDPE peut se produire en raison de divers facteurs, notamment les charges externes appliquées, les agents chimiques, les gradients thermiques, la méthode de fabrication et les conditions de service. Aussi, faut-il noter que la présence d'un défaut dans une canalisation en HDPE peut provoquer des fuites conduisant évidemment à des pertes économiques ou des accidents environnementaux ou même, à l'extrême, une rupture brutale peut entraîner des conséquences plus graves pour les utilisateurs. Ainsi, il est indispensable de comprendre le comportement à rupture des tubes en polyéthylène et l'influence de la microstructure sur le comportement à rupture pour permettre d'approcher au mieux le problème du risque d'amorçage de fissures et d'endommagement. C'est la raison pour laquelle la quantification de la résistance à la fissuration de ces structures est primordiale.

La ténacité, qui est souvent une propriété clé, peut être déterminée par diverses méthodes d'essais normalisés sur la base des concepts de la mécanique de la rupture. Cela s'avère essentiel pour éclairer les relations structure-ténacité et faire avancer le développement des polymères de manière générale.

La mécanique de la rupture vise à déterminer la réponse d'un matériau fissuré à une charge appliquée et à proposer des méthodes pour mesurer la ténacité. Différentes méthodes d'analyse concernant la mécanique de la rupture ont été proposées dans la littérature, chacune à ses points forts et aussi ses limites. C'est dans ce contexte que s'inscrit notre travail. La figure 1 résume l'approche adoptée dans cette thèse et ses cinq chapitres.



Figure 1: Schéma représentant les parties étudiées dans ce travail.

Le premier chapitre est consacré à l'état de l'art des travaux essentiels sur les applications, la structure et la morphologie des polymères semi cristallins en particulier le polyéthylène haute densité. La partie comportement et propriétés mécaniques du HDPE et les modes de rupture des tubes en HDPE-100 sont les plus développées. Ce chapitré se termine par les concepts de la mécanique de la rupture et un état de l'art concernant l'usinage et la ténacité du HDPE.

Le second chapitre porte sur la description du matériau étudié et des méthodes expérimentales utilisées pour analyser la structure et caractériser les propriétés mécaniques usuelles du HDPE à travers la paroi du tube. Cette partie est importante pour cette thèse car les résultats développés dans les chapitres suivants dépendent de ce travail et surtout la variété des machines et instruments sollicités pour les différentes mesures de laboratoire.

Le troisième chapitre traite l'usinabilité et l'optimisation du régime de coupe du tube HDPE-100 et cela en vue de confectionner des éprouvettes d'essais mécaniques. Cette partie a été fait intervenir le plus d'équipement et de calculs statistiques pour définir le régime de coupe optimal. L'importance de ce résultat a été fondamental pour la suite des autres études car il fallait une assise expérimentale et explicite du régime de coupe à sélectionner. Comme l'influence de l'usinage est possible sur les caractéristiques du HDPE usiné, il était nécessaire d'évaluer la plausibilité des hypothèses considérées.

L'analyse de la structure tubulaire ainsi que le comportement et les propriétés sont abordés au chapitre quatre. Essentiellement, des il y a la partie usinage des éprouvettes localisées dans la paroi tubulaire dans chaque couche considérée (Standard et SENT). La caractérisation structurale a concerné des mesures de DSC et de DRX à différentes positions à travers la paroi.

Enfin, dans le cinquième chapitre nous nous somme intéressés à l'intégrale J, afin d'aboutir à une démarche simplifiée de détermination expérimentale de ce paramètre pour le polyéthylène à haute densité. Il y a eu la détermination des propriétés mécaniques usuelles, du taux de restitution d'énergie critique dans les directions L et T. Ces paramètres sont comparés avec des résultats numériques pour des cas spécifiques.

### I.1. Introduction

Depuis plusieurs décennies, les matériaux polymères ont vu leur utilisation croître dans divers domaines. Ils ont des propriétés mécaniques très attractives qui les ont rendus incontournables pour un nombre d'applications. Parmi les grandes familles des polymères, le polyéthylène (PE) est capable de répondre à des exigences techniques pointues et permet ainsi la fabrication de produits de haute technologie (tubes pour eau ou gaz résistant à de fortes pressions et à la fissuration, réservoirs d'essence pour automobile résistant à la chaleur et aux rayonnements...).

L'utilisation des tubes en polyéthylène haute densité (HDPE) a augmenté considérablement dans différents secteurs. Les tubes en PE sous pression ont été utilisés avec succès depuis plus de 50 ans, principalement dans les systèmes d'alimentation des gaz et d'eau [1]. Ils sont recommandés par les normes pour la construction de réseaux de distribution du gaz naturel à l'intérieur même des agglomérations pour une multitude d'avantages.

L'analyse du comportement et des propriétés de ce matériau continue de faire encore l'objet de nombreuses études. En effet, leur utilisation dans des conditions de plus en plus spécifiques demande une connaissance approfondie des mécanismes physiques mis en jeux lors des sollicitations thermiques ou mécaniques. Les propriétés mécaniques des structures tubulaires en HDPE ont fait l'objet de plusieurs travaux touchant différents aspects, tels que la variation des propriétés physiques et mécaniques en relation avec la structure moléculaire [2], les mécanismes de rupture [3,4] et les effets néfastes d'environnements agressifs [4-7].

Cette revue bibliographique vise à comprendre les relations entre la microstructure du polyéthylène et ses propriétés mécaniques. Nous nous intéressons d'abord à la microstructure de cette famille de matériaux ainsi qu'à son influence sur le comportement mécanique, donc définir et décrire les différents éléments formant la microstructure du PE. La connaissance de la relation entre microstructure et comportement mécanique des polymères est fondamentale.

### I.2. Polyéthylènes

Le polyéthylène est un polymère thermoplastique, de molécule C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>, représentant une longue chaîne d'atomes de carbone. Parfois les atomes de carbone, au lieu d'être liés à des atomes d'hydrogène, sont liés à de longues chaînes de polyéthylène, appelé polyéthylène ramifié, ou polyéthylène basse densité (PEBD). L'absence de ramification mène au polyéthylène linéaire, dit de haute densité (HDPE). Les structures macromoléculaires peuvent être linéaires, ramifiées, bidimensionnelles ou tridimensionnelles. La figure I.1 représente les différents types de structures observées d'un polyéthylène. Les macromolécules organiques linaires (a) et ramifiées (b) sont solubles et fusibles. Les structures tridimensionnelles (c) sont insolubles et infusibles et possèdent une résistance thermique nettement plus élevée. En raison de cette caractéristique, le polyéthylène tridimensionnel est utilisé comme isolant électrique pour les lignes électriques souterraines à haute tension (200 kV). La structure joue un rôle très important dans la modification des propriétés mécaniques [8].



a) Polyéthylène linéaire

b) Polyéthylène ramifié



c) Polyéthylène réticulé

Figure I.1: Structures des polyéthylènes [8]

### I.3. Polyéthylènes de haute densité (HDPE)

Le polyéthylène de haute densité est un polymère thermoplastique de grande diffusion. Il fait partie de la famille des polyoléfines, au même titre que les polyéthylènes basse densité ou moyenne densité, et le propylène. Parmi les principales qualités du HDPE, on peut citer une bonne résilience même à basse température, une résistance aux produits chimiques, faible sensibilité à l'eau et une imperméabilité à la vapeur d'eau, ainsi que d'excellentes propriétés électriques. Ceci fait de lui un matériau de choix pour des applications variées comme l'extrusion-soufflage de corps creux, l'injection de divers articles, l'extrusion de films, de tubes et de câbles. Couramment utilisé pour ses propriétés mécaniques intéressantes et son faible coût, le HDPE est également utilisé pour les conduites de gaz du fait de sa grande résistance au fluage. Le HDPE est obtenu par une polymérisation basse pression, la cristallinité de ce polymère peut atteindre 90%, avec une plage de densité de 0.941 à 0.965 g/cm<sup>3</sup> selon la norme ASTM D883. La densité peut être abaissée par copolymérisation avec de faibles quantités d'oléfines telles que le propylène, butène, ou l'hexane. Le HDPE présente une résistance et un module élevés; ainsi, il est préféré pour une utilisation dans la fabrication de tubes en plastique. Le polyéthylène de haute densité est habituellement présent sous forme de granulés cylindriques ou lenticulaire de quelques millimètres. Ces granulés sont incolores et translucides à l'état naturel. Certaines applications nécessitent l'utilisation de composés colorés dans la masse.

### I.3.1. Structure et morphologie du polyéthylène

L'objectif de ce paragraphe est de définir et de décrire les différents éléments formant la microstructure du PE. La morphologie des polymères semicristallins 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 (figure I.2) [9]. -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<sup>-10</sup> 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 mésoscopique, le polymère est organisé sous forme d'empilements lamellaires, pour le HDPE se sont des sphérolites.



Microstructure d'un sphérolite

Figure I.2: Microstructure d'un polyéthylène [10,11]

L'histoire thermique et les agents de nucléations sont deux paramètres qui conditionnent la taille des sphérolites et l'organisation des lamelles cristallines. La morphologie peut varier à travers l'épaisseur du produit, et cela selon les conditions de refroidissement. Donc, un refroidissement rapide conduit à une structure sphéroïdiques de très petites tailles, et un faible taux de cristallinité. En revanche, un refroidissement lent favorise la formation des sphirolites plus gros (50µm), comportant des vides avec un taux de cristallinité plus élevé [12]. Les propriétés mécaniques sont peu affectées par la taille des sphérolites, mais plutôt par celle des lamelles cristallines.

Le Polyéthylène est souvent considéré comme un polymère biphasé (phase amorphe et phase cristalline), mais d'après [13-18], il existe une troisième phase appelée **interphase** (figure I.3). Cette dernière est comprise entre la phase cristalline et la phase amorphe. Elle est partiellement ordonnée et formée de boucles de repliements, des bouts de chaînes, d'enchevêtrements et des molécules de liaison inter-cristallines plus au moins tendues. Ces éléments de couplage sont aussi appelés transmetteurs de contraintes (ST). Parmi ces ST, les molécules liens et les enchevêtrements jouent un rôle primordial, puisqu'ils assurent le couplage mécanique entre la phase cristalline et la phase amorphe et transmettent les contraintes entre les deux phases.



Figure I.3: Représentation schématique des molécules de liaison

Ils constituent ainsi des liaisons rendant impossibles la séparation complète des zones cristallines et jouent donc un rôle important dans la déformation et la résistance mécanique du polymère. Ce couplage physique a une grande influence sur les propriétés mécaniques. Leur présence a été suggérée en premier lieu par Keith et Padden [19] puis par Flory et Yoon [20].

Par définition une molécule liante (TM) est une molécule qui relie au moins deux lamelles cristallines différentes. C'est un segment moléculaire qui se lance dans un domaine cristallin, traverse la région amorphe et relie une phase cristalline adjacente. Séguéla montre que ces molécules de liaison sont responsables de l'allongement élevé, de la ténacité, de la résistance aux chocs exceptionnelle, de la bonne résistance à la propagation lente de la fissure (SCG), ainsi que de la fissuration sous contrainte environnementale [21]. Les études de la fissuration des polymères semi-cristallins par microscopie électronique à transmission ont démontré que des liaisons moléculaires existent nécessairement entre la lamelle cristalline pour permettre leur transformation en fibrilles, à l'échelle de quelques centaines de nanomètres, à la tête d'une fissure de propagation [21].

### I.3.2. Comportement mécanique du polyéthylène

Tous les polymères ont une large gamme de comportements mécaniques fragiles aux basses températures, ils deviennent plastiques, puis viscoélastiques, puis encore caoutchoutiques, et enfin visqueux au fur et à mesure que la température augmente.

Le comportement instantané du polyéthylène jusqu'à la rupture s'effectue le plus souvent en appliquant à une éprouvette une déformation à vitesse constante pour différents types de sollicitations telles que la traction, la flexion, la compression ou le cisaillement, et en enregistrant la courbe contrainte-déformation. La description des caractéristiques mécaniques des PE a été largement traitée dans la littérature [22]. Par exemple, de nombreuses études se sont consacrées à la caractérisation complète de la courbe de traction uni-axiale et à l'explication détaillée de ses différentes caractéristiques.

Parmi tous les essais mécaniques, l'essai de traction est certainement l'essai le plus utilisé. L'essai de traction permet de caractériser les matériaux, indépendamment de la forme de l'objet sollicité. Les éprouvettes d'essai peuvent être obtenues par moulage, découpage ou usinage dans des plaques ou des objets finis tels que les tubes et elles ont des géométries bien définies [23].

Les tubes en HDPE doivent être conçus et dimensionnés de façon à supporter les contraintes (mécaniques et/ou environnementales) auxquelles ils sont exposés en service. Pour mieux prédire leur ruine, il est donc important de bien connaître le comportement mécanique des polymères, ainsi que leur mode d'endommagement, en fonction du type de chargement qu'ils subissent.

Pour les semi cristallins, entre autre le polyéthylène, trois types de comportements sont distingués. La courbe de comportement contraintedéformation (figure I.4), représente pour un faible allongement un comportement linéaire élastique de l'ordre de 1% de déformation (instantanée et réversible). A ce stade, la déformation du polymère ne peut se produire que par étirement des liaisons atomiques et par la distorsion des angles de valence. Pour des déformations légèrement supérieures, on entre dans le domaine viscoélastique, c'est-à-dire dans un régime où la déformation reste complètement réversible mais influencée par les éléments microstructuraux s'opposant à la sollicitation (la recouvrance de la déformation se produit avec retard). Après le seuil d'écoulement la déformation est plastique et le polymère s'étire, les macromolécules se déplient ou s'extirpent de l'enchevêtrement amorphe, s'allongent et s'alignent. Le matériau étiré est plus rigide dans la direction d'étirage qu'auparavant. Une fois l'étirage est achevé, juste avant la rupture, la déformation redevient homogène grâce à un durcissement structural lié à l'augmentation de la fraction fibrillaire du matériau et l'orientation des chaînes macromoléculaires dans le sens de l'étirage [24,25].



Figure I.4: Courbe de comportement contrainte-déformation lors d'un essai de traction [26]

En générale les polymères ont un comportement très complexe dont la modélisation reste difficile. D'une part les propriétés mécaniques du polyéthylène haute densité sont très sensibles aux influences extérieures, telles que la température, le type de sollicitation, la vitesse de déformation, les radiations UV et les agents chimiques. La figure I.5 montre l'influence de la température et la vitesse d'essai sur le phénomène de durcissement plastique et la limite élastique. Ces derniers diminuent lorsque la température augmente ou lorsque la vitesse de déformation diminue (figure I.5).



Figure I.5: Sensibilité du HDPE a) à la vitesse de déformation b) à la température [27]

D'autre part, la variabilité des propriétés mécaniques à travers la paroi dans un tube en HDPE doit être intégrée comme une nouvelle évidence pour évaluer la résistance à long-terme et doit être étroitement corrélée avec les contraintes internes, qui peuvent jouer un autre rôle comme celui des contraintes résiduelles compressives contribuant au renforcement de la structure. D'après l'étude menée sur un tube en HDPE80, Kiass et al. ont montré que les valeurs des modules d'élasticités et des contraintes aux seuils d'écoulement augmentent de l'extérieur vers intérieur de tube (figure I.6) [28]. Ceci est expliqué par l'évolution de cristallinité puisque le processus de fabrication implique un refroidissement différentiel et aussi une génération de contraintes résiduelles.



Figure I.6: Variation des propriétés à travers la paroi d'un tube HDPE80: a) Module d'élasticité et b) contrainte d'écoulent [28]

### I.3.3. Mécanismes d'endommagement du polyéthylène

Une connaissance précise des mécanismes de déformation et d'endommagement est nécessaire à l'analyse du comportement et les propriétés mécaniques du matériau. Les mécanismes de la déformation plastique dans les polymères semi- cristallins sont décrits par la phase amorphe, la phase cristalline et les sphérolites.

Les mécanismes d'endommagements se divisent en deux types: un premier mécanisme qui est la fragmentation des lamelles cristalline, un deuxième mécanisme qui est la formation et le développement de microcavités.

La déformation à grandes échelles de polymères semi-cristallins implique souvent la modification de la structure sphérolite en une structure fibreuse orientée connue sous le nom de transformation fibrillaire [29,30].

L'évolution de la structure au cours de la déformation fait intervenir la présence des deux phases, amorphe et cristalline. Il s'avère qu'une partie de la phase amorphe inter-lamellaire est dans un état caoutchoutique et donc aux petites déformations, la différence de rigidité entre les phases implique que la phase amorphe inter-lamellaire se retrouve contrainte et donc rapidement déformée. Le rôle mécanique de cette phase est la transmission de contrainte d'une cristallite à une autre par l'intermédiaire de molécules liantes. Celle-ci se déforme essentiellement par deux modes: le **glissement inter-lamellaire** et la **séparation inter-lamellaire**. Le glissement inter-lamellaire correspond au cisaillement parallèle de deux lamelles cristallines l'une par rapport à l'autre sous l'effet d'une contrainte de cisaillement (figure I.7b). La séparation inter-lamellaire se traduit par l'augmentation de la distance entre deux lamelles lorsqu'une contrainte est appliquée perpendiculairement à leur plus grande surface (figure I.7c) [31]. Cette déformation a pour conséquence, une diminution de la densité de la phase amorphe et une création de microcavités. Ces deux mécanismes provoquent uniquement la déformation de la phase amorphe.

Pour le cas de HDPE sollicité en petites déformations, le glissement interlamellaire est le mécanisme prédominant [32,33]. La contrainte nécessaire à l'activation de ce mécanisme de séparation est assez élevée, à cause de faibles épaisseurs de la couche amorphe. En traction, ce phénomène peut être à l'origine de la création des cavités inter-lamellaires [34].



Figure I.7: Mécanismes de déformation inter-lamellaire, a) Etat non déformé,b) Glissement inter-lamellaire et c) Séparation inter-lamellaire [31]

Les régions cristallines des polymères semi-cristallins se caractérisent par une grande résistance. Lors de la déformation, ces dernières vont intervenir ultérieurement. Cette phase comme tout autre cristal peut se déformer par des mécanismes cristallographiques tels que le glissement, le maclage ou la transformation martensitique. Cette dernière, peu fréquente, correspond à une transformation de la forme cristalline orthorhombique stable à la structure monoclinique métastable. Pour les grandes déformations, on observe un comportement bien caractéristique des polymères. La microstructure initialement lamellaire se transforme en microstructure fibrillaire: les lamelles se fragmentent en petits blocs cristallins, reliés à la phase amorphe par des macromolécules étirées. Ce modèle, appelé modèle de Peterlin [29], suppose que les cristaux de polymère, c'est-à-dire les lamelles, sont construites par des chaînes repliées, reliées par des molécules de liaisons relativement rares. On parle alors de transformation fibrillaire. Cette nouvelle structure n'a plus de relation avec l'orientation de la structure d'origine.

La déformation plastique des blocs cristallins se déroule en trois étapes (figure I.8):

- 1. Déformation plastique de la structure lamellaire d'origine: les empilements de lamelles subissent une rotation et un glissement de chaîne.
- 2. Transformation en structure fibrillaire: chaque lamelle se transforme en micro-fibrilles de largeur comprise entre 1 et 300 angströms, constituées de blocs de chaîne repliées provenant principalement des lamelles. Les chaînes de pontage sont partiellement dépliées pendant le processus de micro-striction et se connectent, dans la direction axiale des blocs, aux micro-fibrilles comme des molécules de liaison intra- fibrillaires.
- La déformation plastique de la structure fibrillaire: elle procède par glissement longitudinal des micro-fibrilles l'une sur l'autre et elle est limitée par des molécules de liaison inter fibrillaires.

Le glissement est le mode de déformation plastique le plus fréquent pour le HDPE. Il se produit généralement lorsque la cission dans le plan de glissement atteint une valeur critique régie par les liaisons de Van der Waals entre les chaînes macromoléculaires.



Figure I.8: Etapes de déformation des lamelles cristallines du polyéthylène: modèles de Schultz sans cavitation [35]

Le phénomène de cavitation est observé lors de la déformation dans de nombreux polymères semi-cristallins et génère des changements remarquables dans la microstructure. De nombreux vides (cavités) de taille nanométrique et micrométrique sont formés à l'intérieur de la phase amorphe entre les lamelles au cours de la déformation d'un polymère (figure I.9). Deux types de cavitation peuvent intervenir dans les polymères semi-cristallins. Le premier type correspond à des cavités formées au moment de la cristallisation. Le second type de cavitation peut se former au cours de la sollicitation.

Selon [35,36] le mécanisme de cisaillement est précédé par la séparation et le glissement inter-lamellaire (figure I.9I) donnant lieu à la formation de microvides entre les lamelles. Les phénomènes de cavitation s'amplifient au cours de la transformation où la densité et la taille des microcavités augmentent. Sous l'effet combiné de la séparation inter-lamellaire et du glissement intra-cristallin, la déformation conduit à une fragmentation de la structure (figure I.9II), suivie d'un dépliement de certains segments de chaînes appartenant aux lamelles. Il en résulte micro-fibrillaire orientées une structure contenant des cavités parallèlement à l'axe de sollicitation (figure I.9III).

D'après l'étude de Butler et al. [37] sur des échantillons de HDPE en traction uniaxiale, les phénomènes de nano-cavitation apparaissent aux environs de la limite élastique, exactement au même moment que la transformation martensitique qui se manifeste par un blanchiment.



Figure I.9: Mécanismes de déformation des lamelles cristallines du polyéthylène: modèles de Schultz avec cavitation [35]

Il existe plusieurs techniques expérimentales qui permettent d'examiner l'évolution de ces défauts: Diffraction de rayon X au grand angle (WAXS), et au petit angle (SAXS) [38,39], Microscopie Electronique à Balayage(MEB) [40], ou Microscopie Electronique à Transmission (MET) [41].

Addiego et al. [34] ont examiné la microstructure d'un échantillon de HDPE au MEB lors d'un essai de traction uniaxiale à température ambiante (figure I.10). Les auteurs remarquent pour une déformation vraie  $\varepsilon = 0.05$ , la formation de craquelures dans les régions équatoriales des sphérolites. Ils observent ensuite des phénomènes de rupture inter-sphérolitiques associés à une profonde transformation microstructurale du matériau ( $\varepsilon = 0.71$ ).

Pour  $\varepsilon = 0.93$ , la structure sphérolitique semble avoir disparue et il est alors possible d'apercevoir les micro-fibrilles d'une craquelure orientées selon l'axe de traction et des cavités de part et d'autre qui commencent à devenir anisotropes. L'extension des fibrilles et des cavités de la craquelure selon l'axe de traction est clairement visible pour  $\varepsilon = 1.30$ .



Figure I.10: Echantillon de HDPE observé au MEB pour différents états de déformation [34]
# I.4. Tubes en polyéthylène

# I.4.1. Spécifications pour composition de base

Le tableau I.1 regroupe quelques valeurs de composition de base pour les tubes en polyéthylènes.

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

# Tableau I.1: Composition de base

# I.4.2. Caractéristiques et classification

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 Strenght) 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.

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

#### I.4.3. Procédé de mise en forme de tubes en polyéthylène

L'extrusion est le procédé le plus utilisé pour la mise en forme des polymères, et en particulier les thermoplastiques. Cette opération a pour objet la transformation de la matière thermoplastique en une masse visqueuse homogène, susceptible de s'écouler à débit constant à travers une filière sous l'effet d'une pression pour fabriquer des produits finis ou des semi produits (films, plaques, tubes, profilés, isolations de câbles.....). La figure I.11 représente les différentes parties d'une ligne d'extrusion. L'extrudeuse est souvent mono-vis, c'est l'élément essentiel d'une ligne d'extrusion. La machine est alimentée en matière sous forme de granules par une trémie. La principale fonction de l'extrudeuse est de fondre le polymère, le mettre en pression et le mélange du polymère fondu, afin d'alimenter dans de bonnes conditions la filière en tête, qui donnera sa forme au produit fabriqué. Lors du passage du polymère dans la tête d'extrusion, celuici voit sa morphologie fortement orientée dans le sens de l'extrusion.

Le branchement en polyéthylène sera donc un matériau anisotrope dont les propriétés mécaniques devraient varier suivant le sens de sollicitation.

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



Figure I.11: Ligne d'extrusion de tube en polyéthylène [42]

#### I.4.4. Phénomène de sagging

A cause de la faible conductivité thermique du polyéthylène, la surface interne ainsi que le cœur de l'épaisseur des tubes épais restent à l'état fondu pendant un temps important. Le matériau en fusion peut alors s'écouler à l'intérieur de la paroi du tube. Ce flux gravitationnel de polyéthylène fondu s'appelle "sagging" ou fléchissement. Le résultat est une différence parfois importante d'épaisseur en différents endroits de la paroi (figure I.12).

Pour les grades de HDPE-100, le phénomène apparaît pour des épaisseurs de paroi à partir de 40 à 50 mm.



Figure I.12: Phénomène de fléchissement pour un tube en HDPE

Le polyéthylène de haute densité est le matériau de référence utilisé pour le transport de gaz sous pression. En raison de l'application critique de la conduite de gaz, la qualité de la conduite est soigneusement évaluée. Les tubes en polyéthylènes doivent avoir des surfaces extérieures et intérieures propres et lisses et doivent être exemptes de défauts susceptibles d'être nuisibles à leur qualité; rayures, piqures, bulles, soufflures, et criques. Ils présentent l'avantage d'être à paroi lisse et de faible ration standard (SDR), qui est le rapport entre le diamètre du tuyau extérieur et l'épaisseur minimale de la paroi du tuyau. Le SDR est lié à la pression interne admissible, de la tuyauterie grâce à la procédure de la norme française NF EN 921 pour les tubes en plastique sous pression comme le montre l'équation I.1:

$$\sigma_{\text{hoop}} = P \; \frac{\text{OD}-h}{2h} \tag{I.1}$$

En utilisant la définition SDR, l'équation (I.1) devient:

$$\sigma_{\text{hoop}} = P \, \frac{\text{SDR}-1}{2} \tag{I.2}$$

Où,  $\sigma_{hoop}$ : contrainte circonférentielle, P: pression du gaz, OD: diamètre moyen extérieur et h: épaisseur minimale de la paroi.

Les tubes d'après la norme française (NF) sont noirs et des filets de couleur permettent d'identifier leur usage, la figure I.13 présente la désignation normalisée des tubes (NF) :

Jaune: gaz.

Bleu: eau potable

Sans filet: irrigation, eau non potable ou industrie.



Figure I.13: Désignation normalisée des tubes (NF)

#### I.5. Modes de rupture de tube en PE sous pression

La rupture des polymères, en particulier les tubes en polyéthylène, a fait objet de plusieurs thèmes de recherches [43-45]. Il est bien connu que la résistance à la propagation lente de fissure (SCG: Slow Crack Propagation) représente un facteur clé pour l'étude de la durée de vie de tubes en polyéthylène sous pression. De nombreux chercheurs [46-49] ont orienté leurs travaux sur les mécanismes gouvernant le phénomène de SCG causée par différents paramètres. L'essai de fluage à entaille complète (FNC) est très utilisé dans ce type de travaux. Au voisinage de la température ambiante, le HDPE présente trois différents modes de rupture en fonction du niveau de contrainte (figure I.14) [45,50]. D'une part, sous forte contrainte, le polyéthylène haute densité cède d'une manière ductile pour des temps courts, accompagnée par une déformation plastique macroscopique étendue zone A. Dans cette région, la rupture est associée à un écoulement plastique, et le temps de rupture est déterminé par le taux de fluage. D'autre part, une rupture quasi- fragile se produit généralement dans le domaine des charges faibles, et prend beaucoup de temps à se propager à travers l'épaisseur du tube. Dans la zone B la rupture est associée par l'initiation de fissure et la propagation stable de celle-ci (Slow Crack Growth (SCG)) provenant d'un défaut du matériau avec une déformation plastique réduite à la pointe de la fissure. Lustiger [51] a montré que le processus SCG peut varier de quelques heures à plusieurs années pour des vitesses inférieures à 0.1 m/s. La propagation lente de fissure c'est le mode de défaillance le plus dangereux pour les tubes en HDPE, car il ne montre aucun signe précurseur avant la rupture. Le SCG peut être le résultat d'une charge de fluage et de fatigue. La rupture fragile peut être aussi causée par un choc. Pour la zone C la rupture est due au vieillissement et à la dégradation du polymère, conduisant à la formation d'un grand nombre de fissures, qui peuvent provoquer une rupture fragile de la conduite [51].



Temps de rupture, Log  $t_{\rm f}$ 

**Figure I.14:** Différents modes de rupture d'un tube en PE sous pression interne [50]

#### I.6. Tests de rupture de tube en HDPE

#### I.6.1. Test de pression hydrostatique

Il est principalement employé pour tester les conduites sous pression, donc il s'agit d'un test de performance (ASTM D1598). L'essai hydrostatique consiste à remplir un tube à extrémités fermées par des embouts d'eau et à le pressuriser à un niveau qui dépasse sa pression normale de fonctionnement.

Dans le cas général le segment de tuyau est immergé dans un bain d'eau à une température constante de 80°C. Ce test prend beaucoup de temps jusqu'à l'éclatement du tube. Dans ces essais, le temps de rupture est mesuré en fonction de la pression interne. La durée de vie des tubes en polyéthylènes sous pression interne est estimée de manière classique à l'aide de la méthode d'extrapolation standard décrite dans la norme EN ISO 9080 [52].

#### I.6.2. Test de fluage

Dans des conditions de faible contrainte et de température ambiante constantes, il est établi que les résines en PE se ruptures par une propagation lente de la fissure (SCG). Ce mécanisme de défaillance à long terme a été largement étudié dans la littérature, ce qui reflète le nombre de publications traitant ce sujet [53]. Les fissures macroscopiques peuvent amorcer et se propager dans les structures de polyéthylène jusqu'à la rupture finale dans des conditions de charge de fluage. En particulier, la fissuration par fluage, c'est-àdire, l'initiation et la propagation d'une seule fissure macroscopique sous une charge constante à une température fixe, est intéressante pour la conception de composants dans des conditions de service en régime permanent. Ce mode de défaillance limite la durée de vie des tubes. Le fluage peut aussi être observé et mesuré en tests de traction, flexion ou en mode de compression. Pour prédire avec précision les déformations, le module apparent ou le module de fluage est utile. Le test de fluage à entaille complète (Full Notch Creep Test (FNCT)) est un essai de traction à charge constante à long terme effectué à des températures élevées (principalement 80°C et parfois 95°C).

80 [58].

Développé par Nishio et al. [54], cette méthode d'essai décrite dans la norme ISO 16770 est préférée en Europe vu que le temps de défaillance est plus court comparativement au test de traction à entaille de Pennsylvanie (Pennsylvania Edge Notched Tensile (PENT) Pennsylvania Tensile) qui a été proposé par Lu et al. [55]. Le FNCT permet d'établir un classement des matériaux de tubes en PE, il peut être également une méthode utilisable pour évaluer le comportement des PE.

### I.6.3. Test de fissuration rapide (RCP)

La propagation rapide des fissures (RCP) décrit une fissure s'étendant le long d'un tube pour des vitesses de l'ordre de 100 à 300 m/s [56]. Ce phénomène peut se produire sous certaines conditions thermiques, ou de service. Le RCP est considéré comme le mode de rupture le moins probable pour les tubes en PE 100, mais tout aussi préoccupante en raison de ses conséquences catastrophiques. La libération rapide de gaz comprimé au cours d'une telle défaillance en service aurait beaucoup de capacité de destruction, ce qui a motivé une recherche intensive. La figure I.15 montre un test S4 (Small Scale Steady State) à petite échelle en régime permanent conformément à la norme ISO 13477 [57]. Les tests de RCP ont montré que le HDPE-100 résiste 5 fois mieux que HDPE-



Figure I.15: Essai d'éclatement de tube, cas du test S4 (Small Scale Steady State) [58]

# I.6.4. Essai de fissuration sous contrainte (ESC)

La fissuration sous contrainte environnementale (ESC) se produit lorsque le PE est soumis à des contraintes en présence de divers agents environnementaux. Ce type de phénomène est reconnu comme l'une des préoccupations majeures pour les tubes en polyéthylène de haute densité. Elle se manifeste par une rupture fragile qui se produit à un niveau de contrainte inférieur à la résistance mécanique à court terme du matériau. Pour caractériser la résistance du HDPE à la fissuration sous contrainte, des essais selon les normes ISO 16770, ASTM D1473, ASTM D1693 et ASTM F2136 sont employés. Cette caractérisation reste complexe vu que plusieurs paramètres rentrent en considération comme:

- ✓ Les dimensions des échantillons;
- ✓ La structure, le sens du prélèvement et le type d'éprouvette;
- ✓ La contrainte et la déformation appliquées;
- ✓ La température de l'essai;
- $\checkmark$  Le milieu tensioactif;
- ✓ La méthode d'essai;
- ✓ Le critère de défaillance.

#### I.6.5. Test de fatigue

La fatigue est une méthode alternative qui accélère la propagation de la fissure en appliquant une contrainte (thermique ou mécanique) cyclique variable dans le temps et qui se manifeste par la détérioration de la capacité à supporter une charge appliquée bien inférieure à la limite élastique. C'est un essai adopté pour estimer la durée de vie de la conduite en PE dans des conditions spécifiques. La plupart des tests de fatigue pour les polymères utilisent des fréquences autour de 1 Hertz pour éviter le chauffage hystérique dans l'échantillon testé [59]. La géométrie et les contraintes de l'échantillon varient d'une étude à l'autre en fonction du matériau d'essai. Cependant, des spécimens entaillés ont été couramment utilisés pour accélérer le temps d'initiation de la fissure. Les cycles de fatigue peuvent être contrôlés par la charge ou la déformation.

Dans ce qui suit, un rappel des concepts de la mécanique de rupture est présenté. Il est reconnu que les bases servent comme approche pour définir la résistance à la fissuration des matériaux. La résistance des tubes à la croissance des fissures aura un impact important sur la durée de vie de ceci. La résistance à la fissuration est représentée par le terme de ténacité. Cette dernière est une propriété qui décrit la capacité d'un matériau à résister à la croissance de fissures. Elle est très importante dans la conception technique. En général, trois paramètres peuvent être utilisés pour exprimer la résistance à la propagation d'une fissure:

- Le facteur d'intensité de contrainte crique, K<sub>c</sub> ou le taux critique de restitution d'énergie G<sub>c</sub>;
- La courbe de résistance à la fissuration (J-R);
- L'intégrale de conteur J.

#### I.7. Modes de propagation d'une fissure

La propagation d'une fissure peut se faire suivent trois modes de déplacement des faces de la fissure dans un plan défini. Elle peut aussi se faire suivant des modes mixtes qui les combinent tous les trois. La figure I.16 illustre les trois modes de rupture.

- Mode I (mode par ouverture): les surfaces de la fissure se déplacent perpendiculairement l'une à l'autre;
- Mode II (glissement de translation): les surfaces de la fissure se déplacent dans le plan de fissure et dans une direction perpendiculaire au front de fissure,
- Mode III (glissement de rotation): les surfaces de la fissure se déplacent dans le plan de fissure et dans une direction parallèle au front de la fissure.

Le mode I est considéré comme le plus délicat en raison de l'ouverture par traction qui favorise l'initiation et la propagation des fissures. Notre étude se limite au mode I qui est le cas le plus dangereux.



Figure I.16: Modes de rupture

#### I.8. Mécanique linéaire élastique de la rupture (MLER)

La Mécanique linéaire de la rupture (ou Linear Elastic Fracture Mechanics LEFM) a pour objet l'étude, dans le cadre de l'élasticité linéaire, l'effet d'un défaut de forme sur le champ de contraintes régnant au voisinage de ce défaut et sur l'extension éventuelle de ce défaut (figure I. 17).



Figure. I.17: Champ de contraintes au voisinage d'une fissure

Pour une fissure débauchant de longueur **a** dans un solide de forme quelconque, sollicité par une charge arbitraire, le champ de contraintes est donné par:

$$\sigma_{ij} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} f_{ij}(\theta) \quad i, j = x, y$$
 (I.3)

Où,  $\sigma_{ij}$ : Contrainte appliquée sur un élément de matière dx dy, à une distance **r** de la tête de la fissure et d'un angle  $\theta$  du plan de la fissure; K<sub>I</sub>: Facteur d'intensité de contrainte (F.I.C.). Il décrit le champ de contraintes à la pointe de la fissure;  $f_{ij}$ : Fonction de la géométrie; **r** et  $\theta$ : Coordonnées cylindriques du point considéré.

Le champ de contraintes en mode I s'exprime par les formules suivantes:

$$\sigma_{xx} = \frac{K_{I}}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2} \left[ 1 - \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2} \right]$$
(I.4)

$$\sigma_{xy} = \frac{K_{I}}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2} \left[ 1 + \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2} \right]$$
(I.5)

$$\tau_{xy} = \frac{K_{I}}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2} \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2}$$
(I.6)

Dans le cas général la formule du facteur d'intensité de contrainte (K<sub>I</sub>) est donnée par la relation suivante:

$$K_{I} = \beta \sigma_{g} \sqrt{\pi a}$$
 (I.7)

 $K_I$  dépend de la longueur et de la géométrie de la fissure **a**, et de la contrainte globale appliquée  $\sigma_g$ . Le facteur d'intensité de contrainte ( $K_I$ ) est considéré comme un paramètre caractéristique lorsqu'il atteint une valeur critique  $K_{IC}$  qui quantifie la résistance du matériau à la propagation brutale de fissure existante. Griffith [60] fût le premier à proposer le critère énergétique de la rupture par l'introduction du concept de la contrainte critique  $\sigma_c$ . Cette théorie postule l'existante de fissure dans les matériaux. Toute contrainte appliquée dépassant la contrainte critique  $\sigma_c$  entraîne une propagation rapide des fissures et propage la rupture. Griffith a limité ses recherches au cas des fissures dans les matériaux fragiles tels que les verres et les céramiques. Cette contrainte peut se calculer par la formule suivante:

$$\sigma_{\rm c} = \sqrt{\frac{2 {\rm E} \gamma_{\rm s}}{\pi {\rm a}}} \tag{I.8}$$

 $2\gamma_s$  correspond à l'énergie nécessaire pour créer une surface par unité de surface. Cette énergie critique est notée G<sub>IC</sub>, E est le module de Young. Une relation existe entre les deux critères K<sub>IC</sub> et G<sub>IC</sub> de la forme:

$$K_{IC}^2 = EG_{IC}\alpha$$
 (I.9)

Avec:  $\alpha=1$  pour une structure mince (état de contraintes planes) et  $\alpha = \frac{1}{1-\upsilon^2}$  pour une structure épaisse (état de déformations planes),  $\upsilon$  est le coefficient de Poisson.

Dans le cas de matériaux réels, il existe une zone plastique en tête de fissure, et  $G_{IC} = 2\gamma_S + \gamma_P$ ,  $\gamma_P$  représente le travail de déformation plastique dans un volume d'extension critique, en générale  $\gamma_P \ge \gamma_S$ .

#### I.9. Théorie de l'intégrale J

Les concepts de la mécanique linéaire élastique de la rupture ne peuvent pas s'appliquer dans le cas de matériaux à comportement ductile comme le HDPE pour analyser le comportement à la fissuration. Par contre, de nombreuses études ont montré que la ténacité peut être prédite en se basant sur la mécanique élasto-plastique de la rupture [61]. Lors de l'initiation et la propagation d'une fissure dans un matériau ductile, l'augmentation progressive de la déformation plastique en région d'amorçage provoque une augmentation et une stabilisation de la résistance à la fissuration [62]. L'approche la plus utilisée dans le cas des matériaux thermoplastiques tels que le HDPE est l'intégrale J.

L'intégrale J (intégrale curviligne) représente un moyen de calculer, le taux de restitution de l'énergie de déformation ou de travail (énergie) par unité de surface de la zone rompue au sein d'un matériau. En 1968, Rice [63] propose l'intégrale de contour J permettant de déterminer l'énergie par une simple intégrale de contour, indépendante de celle-ci. Cette indépendance de contour a été vérifiée par Kobayashi et al. [64] en utilisant l'analyse par éléments finis (AEF).

Ce paramètre a connu un large succès en raison de sa facilité de mise en œuvre. Elle est définie par la relation (I.10) avec les notations de la figure I.18.



Figure I.18: Contour d'intégration

$$J = \oint_{\Gamma} (W dx_2 - \vec{t} \frac{d\vec{u}}{dx_1} ds)$$
(I.10)

Où r est un contour arbitraire entourant la pointe de fissure,  $(x_1, x_2)$  sont les deux directions,  $\vec{t}$  est le vecteur traction orienté vers l'extérieur,  $\vec{u}$  est le vecteur déplacement en un point du contour, ds est l'incrément de longueur le long du contour, W est la densité d'énergie de déformation, défini par:

$$W = \int \sigma_{ij} d\varepsilon_{ij}$$
(I.11)

De nos jours, la plupart des logiciels commerciaux d'analyse par éléments finis permettent de calculer l'intégrale J à la pointe de la fissure en deux dimensions ou le long d'un front de fissure en trois dimensions, pour les structures contenant une fissure. De nombreuses études ont analysé la rupture élasto-plastique et les solutions de l'intégrale J pour différentes configurations géométriques [61,65,66].

#### I.10. Etat de l'art

**Kaddeche et al.** [67].ont étudié l'influence des paramètres de coupe lors de l'usinage de deux nuances PEHD-100 et PEHD-80. Ils ont trouvé que l'avance est le facteur le plus dominant sur les critères de rugosité. Pour les différentes avances testées les profils de rugosité obtenus pour le HDPE-80 et HDPE-100 montrent une périodicité régulière pour les avances supérieures à 0.14 mm/tr. Ainsi les meilleures surfaces sont obtenues pour la plus dure résine HDPE-80.

L'étude comparative de **Goyal et al.** [68] décrit une véritable comparaison de plusieurs tentatives faites pour mesurer la température impliquée dans le processus de coupe en fonction de nombreux paramètres. Le tableau I.3 regroupe les avantages et les inconvénients de chaque méthode expérimentale employée pour la mesure de la température de coupe et sa distribution entre outil, copeau et pièce. Les auteurs ont conclus que certaines méthodes sont très complexes et coûteuses, d'autres sont très simples et économiques mais moins précises.

32

# Tableau I.3: Comparaison de différentes méthodes de mesure

# de la température de coupe [70]

Nº	Techniques	Techniques Avantages		Remarques			
1	Peinture thermique	Simple et économique	Non précise et conduit à des erreurs	Vérification des résultats par d'autres techniques plus précises est recommandée			
	Thermocouple Pièce-outil	Installation expérimentale facile	Configuration est nécessaire pour réaménager après l'arrêt de l'usinage Pour faire l'observation à différents points	<ol> <li>1-Etalonnage du couple pièce-outil est difficile</li> <li>2-Temps de réponse transitoire limité</li> </ol>			
	Thermocouple transversal	Mesure la température à différents points sans changement de l'installation	Ne peut pas être utilisé pour des processus tels que le perçage, le fraisage, etc				
2	Thermocouple intégré	Peut être utilisé pour des processus tels que le perçage, le fraisage, etc.	1-Température de la surface ne peut pas être mesurée directement 2-Technique destructive				
3	Pyromètre à infrarouge Optique rayonnement infrarouge	1-Résultats plus rapides 2-Peuvent être utilisés pour n'importe quelle surface	<ol> <li>Changement de l'émissivité du corps (à l'étude) affecte les résultats</li> <li>Isothermes complètes ne peuvent pas être tracées pour chaque matériau usiné</li> </ol>	<ul> <li>1-La cellule photoélectrique est sensible aux variations de la température ambiante et l'IR</li> <li>2- Technique destructive</li> </ul>			
4	Photographie à infrarouge	<ol> <li>1- Réponse très rapide</li> <li>2- Peut être utilisé dans des conditions sévères</li> </ol>	1-Nécessite un préchauffage 2- Très chère	Lectures peuvent être prises directement et pour de longue durée			
5	Poudre fine	Economique	Non fiable, les résultats sont obtenus dans une plage de température approximative	Sans étalonnage			
6	Métallographique	Précision ± 25° C dans la plage de 650° C à 900° C	<ol> <li>Peut être utilisée seulement pour des matériaux spécifiques seulement (HSS)</li> <li>Vitesse de coupe élevée</li> <li>Bris d'outil rapide</li> </ol>	Nécessite un étalonnage			

**Guidara et al.** [66] ont analysé l'intégrité de la structure tubulaire en polyéthylène de haute densité (HDPE) contenant un défaut en calculant l'intégrale J. A cette fin, un test expérimental sur des multiples éprouvettes CT chargées en traction a permis de tracer la courbe J-R pour aboutir à une ténacité de 7.69 kJ/m<sup>2</sup>. De plus, des essais d'éclatement ont été réalisés sur des tubes en présence d'un défaut superficiel.

Les résultats trouvés ont été analysés et comparés aux résultats de la simulation par éléments finis. Ils ont montré que l'intégrale J peut prédire avec précision acceptable le comportement à la fissuration d'une conduite fissurée.

Par conséquent, la valeur critique de J, dans une conduite en PE100, est faiblement influencée par la taille de défaut et qu'elle dépend principalement du diamètre extérieur.

Les résultats numériques montrent aussi qu'il existe un écart entre les pressions d'amorçage de la fissure du tube pré-fissuré et celles du tube entaillé. Cet écart augmente lorsque le défaut est plus profond que la moitié de l'épaisseur de la paroi. Ces pressions diminuent paraboliquement avec la profondeur du défaut.

Swei et al. [69] ont analysé l'intégrale J des éprouvettes CT soumissent à la traction et cela pour évaluer la résistance à la rupture dans le cas de la déformation plane de divers polyéthylènes à température ambiante. Ils ont montré que la propagation de la fissure du polyéthylène de haute densité commence à partir d'une valeur de  $J_{IC}=1.7$  kJ/m<sup>2</sup>. Les auteurs ont remarqué que la déformation plastique est confinée à une petite région de craquelure (environ 300 µm de long et 20µm de haut) à travers lequel la fissure se propage par la suite, et que la ténacité est également donnée par la formation de bandes de cisaillement près de la pointe de la fissure.

**Benhamina** et al. [61] ont étudié l'effet de la position, de la forme et de la taille de la fissure semi elliptique sur l'évolution de l'intégrale J et cela pour quatre configurations de fissure. Celle ci est localisée dans différentes positions de la paroi du tube en HDPE soumis à la flexion: fissure axiale intérieure (IAC), fissure axiale extérieure(EAC), fissure intérieure circonférentielle (ICC) et fissure extérieure circonférentielle (ECC), figure I.19. La taille de la fissure est caractérisée par les rapports suivants: a/t et a/c où a est la profondeur de la fissure, t est l'épaisseur de la paroi et c est la moitié de la longueur de la fissure. La méthode des éléments finis 3D basée sur le calcul de l'intégrale J a été utilisée pour analyser le comportement à rupture de ces structures.



Figure I.19: Géométrie et configurations de la fissure

Ils ont conclu que l'effet de la profondeur de la fissure devient important lorsque le rapport (a/t) atteint une valeur critique de 0.6 (a/t = 0.6), surtout lorsque le rapport a/c est faible (fissure semi-elliptique, a/c = 0.2) où les valeurs d'intégrale J deviennent indépendantes de la profondeur de la fissure. Il est également montré que dans la paroi du tube, les fissures internes sont plus dangereuses que les fissures externes.

#### Références

- U. Schulte, in: Proceedings of Plastics Pipes XIII, Washington, DC, USA, 2006.
- [2] L. Hubert, R. Séguéla, G. Vigier, C. Degoulet, Y. Germain, Physical and mechanical properties of polyethylene for pipes in relation to molecular architecture, Part I, Polymer, 2001, 42, 8425–8434.
- [4] D. Dan, L. Sun, Y. Guo, W. Cheng, Study on the Mechanical Properties of Stay Cable HDPE Sheathing Fatigue in Dynamic Bridge Environment, Polymers, 2015, 7, 1564–1576.
- [5] W. Ghabeche, L. Alimi, K. Chaoui, Degradation of Plastic Pipe Surfaces in Contact with an Aggressive Acidic Environment, Int. Conf. Tech. & Mater. Renewabl. Energ.& Env., Sust., Energy Procedia, 2015, 74, 351–364.
- [6] Y. Zhou, X. Lu, Z. Zhou, N. Brown, The relative influence of molecular structure on brittle fracture by fatigue and under constant loads in polyethylene, Polym. Eng. & Sci., 1996, 36, 2101–2107.
- [7] S. Rehab-Bekkouche, W. Ghabeche, M. Kaddeche, N. Kiass, K. Chaoui, Mechanical behaviour of machined polyethylene filaments subjected to aggressive chemical environments, Mechanika, 2009, ISSN 1392–1207.
- [8] W. Kurz, J.P. Mercier, G. Zambelli, Traité des matériaux, Tome 1, Lausanne 1995.
- [9] M. Carrega et coll., Matériaux industriels matériaux polymères, Dunod, Paris, 2000, 71.
- [10] E. Serge, D. Laurent, Introduction à la physique des polymères, Paris: Dunod, 2002, 312.
- [11] Zhor Amalou, Contribution à l'étude de la structure semi-cristalline des polymères à chaînes semi-rigides. Laboratoire de Physique des Polymères, Université Libre de Bruxelles, 2006.
- [12] P.B. Bowden, R.J.Young, Deformation mechanisms in crystalline polymers.J. Mater. Sci., 1974, 9, 2034–2051.

- [13] A.M.E. Baker, A.H. Windle, Evidence for a partially ordered component in polyethylene from wide-angle X-ray diffraction, Polymer, 2001, 667–680.
- [14] Paul J. Flory, Do Y. Yoon, K.A. Dill, The interphase in lamellar semicrystalline polymers, Macromolecules, 1984, 17, 862–868.
- [15] Sanat K. Kumar, Do Y. Yoon, Lattice model for crystal-amorphous interphases in lamellar semicrystalline polymers: effects of tight-fold energy and chain incidence density, Macromolecules, 1989, 22, 3458– 3465.
- [16] S. Rastogi, Ann E. Terry, Morphological implications of the interphase bridging crystalline and amorphous regions in semi-crystalline polymers, Advances in Polymer Science, 2005, 180, 161–194.
- [17] Leo Mandelkern, R.G. Alamo, M.A. Kennedy, The interphase thickness of linear polyethylene, Macromolecules, 1990, 23, 4721–4723.
- [18] L. Mandelkern, Crystalline-Amorphous interphase in polymeric systems. Chemtracts, Macromolecular chemistry, 1992, 3, 347–375.
- [19] H.D. Keith, F.J. Padden, R.G. Vadimsky, Intercrystalline links in polyethylene crystallized from the melt, Journal of Polymer Science Part A-2: Polymer Physics, 1966, 4, 267–281.
- [20] Paul J. Flory, Do Y. Yoon, Molecular morphology in semicrystalline Polymers, Nature, 1978, 272, 226–229.
- [21] R. Séguéla, Critical review of the molecular topology of semicrystalline polymers: The origin and assessment of intercrystalline tie molecules and chain entanglements, Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics 2005, 43, 1729–1748.
- [22] C. G'Sell, J.M. Hiver, A. Dahoun, A. Souahi, Video-controled tensile testing of polymers and metals beyong the necking point, J. Mater. Sci., 1992, 27, 5031–5039.
- [23] Designation: ASTM D 638, Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics, 1982.

- [24] C. Julien, Sur le compromis rigidité/durabilité du Polyéthylène Haute Densité en relation avec la structure de chaîne, la microstructure et la topologie moléculaire issues de la cristallisation, thèse de doctorat, École doctorale matériaux de Lyon, 2005.
- [25] A. Peterlin, Molecular model of drawing polyethylene and polypropylene, J. Mater. Sci., 1971, 6, 490–508.
- [26] N.G. Mccrum, C. P. Buckley, C.B Bucknall, Principles of Polymers Engineering, 1997, Oxford science publications.
- [27] R. Ferhoum, Etude Expérimentale et Modélisation Numérique du comportement mécanique du PEHD à l'état vierge et après vieillissement thermique, thèse de doctorat, Tizi-Ouzou, 2012.
- [28] N. Kiass, R. Khelif, L. Boulanour, K. Chaoui, Experimental Approach to Mechanical Property Variability through a High-density Polyethylene Gas Pipe Wall, J. Appl. Polymer Sci., 2005, 97, 272–281.
- [29] A. Peterlin, Molecular model of drawing polyethylene and polypropylene, J. Mater. Sci., 1971, 6, 490–508.
- [30] Z.Y. Jiang, et al., Two Lamellar to Fibrillar Transitions in the Tensile Deformation of High-Density Polyethylene, Macromolecules, 2010, 43, 4727–4732.
- [31] J.M. Haudin, C. G'Sell, Mécanismes microscopiques de déformation des polymères semicristallins, Introduction à la mécanique des polymères, Edité par G'Sell C. et Haudin J.M., Institut National Polytechnique de Lorraine, Nancy, France, 1995, 251–273.
- [32] L. Lin, A.S. Argon, Structure and plastic deformation of poyethylene, J. Mater. Sci., 1994, 29, 294–323.
- [33] Z. Bartczak, A. Galeksi, A. S. Argon, R.E. Cohen, on the plastic deformation of the amorphous component in semicristalline polymer, Polym., 1996, 37, 2113–2123.
- [34] F. Addiego, A. Dahoun, C. G'Sell, J.M. Hiver, Characterization of volume strain at large deformation under uniaxial tension in high-density polyethylene, Polym., 2006, 47, 4387–4399.

- [35] J. Schultz, Polymer Materials Science, Prentice-Hill, Englewood Cliffs, New Jersey, 1974.
- [36] K. Friedrich, Crazes and Shear bands in semi-crystalline thermoplastics, Advances in Polymer Science, Crazing in polymers, 52/53, Edited by Kausch H.H., Springer-Verlag, Berlin-Heidelberg, Germany, 1983, 225– 274.
- [37] M.F. Butler, A.M. Donald, Ajryan, Time resolved simultaneous small and wide angle X-Ray scattering during polyethylene deformation–II, Cold drawing of linear polyethylene, Polym., 1998, 39, 39–52.
- [38] A.Pawlak, Cavitation during tension deformation of high-density polyethylene Polym., 2007, 48,1397–1409.
- [39] K. Schneider et al., The study of cavitation in HDPE using time 190 resolved synchrotron X-ray scattering during tension deformation, Macromol. Symp, 2006, 236, 241–248.
- [40] F. Addiego, Caractérisation de la variation volumique du polyéthylène au cours de la déformation plastique en traction et en fluage, Thèse de doctorat, INPL, 2006.
- [41] M. Aboulfaraj, C. G'sell, B. Ulrich, A. Dahoun, In situ observation of plastic deformation of polypropylene spherulites under uniaxial tension and simple shear in the scanning electron microscope, Polym., 1995, 36, 731– 742.
- [42] S. Puissan, Les Techniques de l'Ingénieur. Lignes d'extrusion de tubes étapes de fabrication.
- [43] F. Massa, R. Piques, A. Laurent, Rapid crack propagation in polyethylene pipe: combined effect of strain rate and temperature on fracture toughness, Journal of Materials Science, 1997, 32, 6583–6587.
- [44] A. Lustiger and N. Ishikawa, An analytical technique for measuring relative tie-molecule concentration in polyethylene, J. Polym. Sci. Part B, 1991.
- [45] R. Lang, A. Stern, G. Doerner, Applicability and limitations of current lifetime prediction models for thermoplastics pipes under internal pressure, Die Angew, Makromol, Chemie, 1997.

- [46] K. Rajendra Krishnaswamy, analysis ductile and brittle failures from creep rupture testing of high-density polyethylene HDPE pipes, Polym., 2005, 46, 11664–11672.
- [47] H. B. H Hamouda, M. Simoes-betbeder, F. Grillon, P. Blouet ,N. Billon, R. Piques, Creep damage mechanisms in polyethylene gas pipes, Polym., 2001, 42, 5425–5437.
- [48] J.G. Chritopher Plummer, A. Glodberg, A. Ghanem, Micromechanisms of slow crack growth in polyethylene under constant tensile loading, Polym. 2001, 42, 9551–9564.
- [49] A. Frank, W. Freimann, G. Pinter, and R. Lang, A fracture mechanics concept for the accelerated characterization of creep crack growth in HDPE pipe grades, Eng. Fract. Mech., 2009.
- [50] A. Lustiger, The molecular mechanism of slow crack growth in polyethylene, PhD dissertation, Drexel Unviersity, 1985.
- [51] B. Choi, A. Chudnovsky, R. Paradkar, Experimental and theoretical investigation of stress corrosion crack (SCC) growth of polyethylene pipes, Polym. Degrad. Stab., 2009.
- [52] EN ISO 9080, Plastics Piping and Ducting Systems Determination of the Long Term Hydrostatic Strength of Thermoplastics Materials in Pipe Form by Extrapolation, 2003.
- [53] G. Pintera, M. Haagerb, Reinhold W. Lang, Influence of nonylphenol polyglycol–ether environments on the results of the full notch creep test, Polymer Testing, 2007, 26,700–710.
- [54] H.Dreze, A.Scheelen, Solvay Polyolefins Europe, RD & T Polyethylene, Brussels, Belgium.
- [55] X. Lu, and N. Brown, A test for slow crack growth failure in polyethylene under a constant load, Polymer Testing, 1992, 11, 309–319.
- [56] A. Ivankovic and G. P. Venizelos, Rapid crack propagation in plastic pipe: predicting full-scale critical pressure from S4 test results, Eng. Fract. Mech., 1998, 59, 607–622.

- [57] A. Guevara-Morales, P. Leevers, Experimental investigation of the effect of residual stresses on rapid crack propagation in polyethylene (PE100) pipes, Polym. Eng. Sci., 2013, 53, 1217–1222.
- [58] H. Brömstrup, PE 100 Pipe Systems, Vulkan-Verlag GmbH, 2004.
- [59] G. Pintera, M. Haagerb, W. Balikab, Reinhold W. Lang, Cyclic crack growth tests with CRB specimens for the evaluation of the long-term performance of PE pipe grades, Polymer Testing, 2007, 26, 180–188.
- [60] A. Griffith, The phenomena of rupture and flow in solids, Philos. Trans. R. Soc. 1921.
- [61] A. Benhamena, L. Aminallah, B. Bachir Bouiadjra, M. Benguediab, A. Amrouch, and N. Benseddiq, J integral solution for semi-elliptical surface crack in high density poly-ethylene, Materials and Design, 2011, 32, 2561– 2569.
- [62] V. Favier, T. Giroud, E. Strijko, J. M. Hiver, C. G'Sell, S. Hellinckx, A.Goldberg, Slow crack propagation in polyethylene under fatigue at controlled stress intensity, Polymer (Guildf), 2002, 43, 1375–1382.
- [63] J. Rice, A path independent integral and the approximate analysis of strain concentration by notches and cracks, J. Appl. Mech., 1968.
- [64] A.S. Kobayashi, S.T. Chiu, and R. Beeuwkes, A numerical and experimental investigation on the use of J-integral, Eng. Fract. Mech., 1973, 5, 293–305.
- [65] A. Al-Ani, J. Hancock, J-dominance of short cracks in tension and bending, J. Mech. Phys. Solids, 1991.
- [66] M.A. Guidara, M.A. Bouaziz, C. Schmitt, J. Capelle, E. Haj Taïeb, Z. Azari, S. Hariri, Structural integrity assessment of defected high density polyethylene pipe: burst test and finite element analysis based on J-integral criterion, Eng. Fail. Anal., 2015, 57, 282–295.
- [67] M. Kaddeche, K. Chaoui, M-A. Yallese, Cutting parameters effects on the machining of two high density polyethylene pipes resins, Mechanics & Industry, 2012, 13, 307–316.

- [68] A. Goyal, S. Dhiman, S. Kumar, R. Sharma, A Study of Experimental Temperature Measuring Techniques used in Metal Cutting, Jordan J. Mech. & Indus. Eng., 2014, 8, 82–93.
- [69] H. Swei, B. Crist, S. H. Carr, The J integral fracture toughness and damage zone morphology in polyethylenes, Polymer, 1991, 32, 8.

# **II.1. Introduction**

Dans ce chapitre, l'ensemble des moyens mis en œuvre pour l'approche expérimentale sera examiné. Dans un premier temps, nous présentons le matériau de l'étude, en suite une description des différents équipements utilisés lors de l'usinage du polyéthylène, suivi par les diverses techniques employées pour la caractérisation physico-mécanique.

# II.2. Présentation du matériau étudié

Le matériau utilisé dans cette étude est un tube en résine HDPE-100 extrudé par STPM CHIALI Co. de Sidi Bel-Abbes (Algérie) d'une résistance minimale requise (MRS) de 10 MPa. Il est extrudé, pigmenté en noir et destiné à la distribution du gaz naturel supportant une pression nominale en service de 4 bars. Il s'agit d'un thermoplastique semi-cristallin, comportant, une phase amorphe et une phase cristalline, dérivé des hydrocarbures et réalisé par polymérisation d'addition.

Les propriétés typiques du matériau HDPE-100 sont regroupées dans le tableau II.1 [1]. Le diamètre extérieur et l'épaisseur de la paroi sont respectivement de 200 et 12 mm, ce qui implique un rapport de dimensions standard (SDR) de 17.

Caractéristiques générales	Spécification	Méthode			
Masse volumique	0.95 à 0.98 g/cm <sup>3</sup>	ISO 1183			
Indices de fluidité à 190°C	0.75 g/10 min	ISO 1133			
Noir de Carbone	2.0 to 2.6 %	ISO 6964			
Stabilité à oxydation	$\geq$ 20 min	ISO 11357-6			
Caractéristiques mécaniques					
Module de Young	550–1460 MPa	ISO 527-1			
Contrainte d'écoulement	20–30 MPa	ISO 527-1			
Allongement à la rupture	≥ 350 %	ISO 527-1			
Ténacité	2 à 5 MPa m <sup>1/2</sup>				
Dureté Shore D à 20°C	59	ISO-868			
Caractéristiques thermiques					
Température de fusion	137°C				
Température de transition vitreuse	-125°C				
Température d'utilisation (permanent)	-10080°C				
Conductivité thermique	$0.4 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$	DIN 52612			

#### Tableau II.1: Propriétés des tubes en HDPE [1]

### **II.3.** Equipements de tournage

### II.3.1. Machine outil

Les opérations de tournage ont été réalisées sur un tour conventionnel à charioter et à fileter de la société Tchèque «TOS TRENCIN» modèle SN 40 d'une puissance de 6.6 kW sur la broche, ayant une gamme de vitesse de 45 à 2000 tr/min et d'avance de 0.08 à 6.4 mm/tr. Les éprouvettes utilisées pour la réalisation des essais de rugosité et la mesure de température sont des tronçons de tube de longueur de 200 mm. Pour la fixation du tronçon dans les mors de la machine, un mandrin en acier est préalablement préparé (figure II.1).



Figure II.1: Représentation d'éprouvette en montage d'usinage des essais de rugosité sur tour SN 40

#### II.3.2. Outils de coupe

L'outil de chariotage utilisé est en acier rapide HSS avec un angle de coupe et un angle de dépouille égaux ( $\gamma = \alpha = 15^{\circ}$ ). Pour l'opération d'alésage, un outil en carbure métallique est utilisé.

### II.3.3. Caractérisation de la surface de la pièce

La caractérisation de la qualité de surface usinée a été limitée aux trois critères de rugosité (Ra, Rt et Rz) [2]. La rugosité de surface est mesurée en utilisant un rugosimètre (2D) Surftest 201 Type Mitutoyo (figure II.2) dont la précision est de 0.1µm. Ce dernier est constitué d'une pointe en diamant (palpeur), avec un rayon de pointe de 5µm se déplaçant linéairement sur la surface mesurée. La longueur de palpage est de 4 mm c'est-à-dire (avance utilisée: 0.5 et filtre utilisé: 0.8). Pour garantir la précision des valeurs mesurées, les mesures sont réalisées directement sur la machine sans démontage de la pièce à trois endroits différents espacés de 120°. Le résultat final est la moyenne de ces valeurs.



Figure II.2: Rugosimètre Surftest 201Mitutoyo

# II.3.4. Mesure de la température de coupe

Un thermomètre à infrarouge digital portable de type TT0986 est utilisé pour prélever la température de copeau sans contact. Ce choix est basé sur les observations expérimentales, qui confirment que la grande quantité de chaleur générée lors de la coupe est dissipée par le copeau [3,4].

Le dispositif infrarouge THERMO TECH TT0986 utilise la surface du matériau comme référence. Il présente les caractéristiques suivantes:

- ✓ Faisceau mono-point
- ✓ Étendue de mesure de -50 à +550°C
- ✓ Facteur d'émissivité de 0.1 à 1.00.
- ✓ Précision de température mesurée est de  $\pm 2^{\circ}$ C.

Pendant l'opération, la distance entre l'appareil et la surface de copeau nouvellement créée a été maintenue à 15 cm environ.

Le principe de mesure est basé sur un point lumineux (spot) affectant la zone concernée et la taille du point lumineux dépend de la distance entre le périphérique et la surface. Le dispositif et le principe de mesure sont illustrés sur la figure II.3.



**Figure II.3:** (a) Dispositif infrarouge digital TT0936, (b) Principe de mesure distance (D) aux rapports de taille de point (S), (D/S = 8:1)

Pour étudier l'impact des paramètres de coupe, les expériences sont planifiées en utilisant la table orthogonale standard  $L_{27}$  (3<sup>13</sup>) de Taguchi montrée dans le tableau II.2 [5].

Les résultats expérimentaux pour la rugosité de surface et la température sont représentés dans le chapitre III.

$L_{27}(3^{13})$	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
2	1	1	1	1	2	2	2	2	2	2	2	2	2
3	1	1	1	1	3	3	3	3	3	3	3	3	3
4	1	2	2	2	1	1	1	2	2	2	3	3	3
5	1	2	2	2	2	2	2	3	3	3	1	1	1
6	1	2	2	2	3	3	3	1	1	1	2	2	2
7	1	3	3	3	1	1	1	3	3	3	2	2	2
8	1	3	3	3	2	2	2	1	1	1	3	3	3
9	1	3	3	3	3	3	3	2	2	2	1	1	1
10	2	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3
11	2	1	2	3	2	3	1	2	3	1	2	3	1
12	2	1	2	3	3	1	2	3	1	2	3	1	2
13	2	2	3	1	1	2	3	2	3	1	3	1	2
14	2	2	3	1	2	3	1	3	1	2	1	2	3
15	2	2	3	1	3	1	2	1	2	3	2	3	1
16	2	3	1	2	1	2	3	3	1	2	2	3	1
17	2	3	1	2	2	3	1	1	2	3	3	1	2
18	2	3	1	2	3	1	2	2	3	1	1	2	3
19	3	1	3	2	1	3	2	1	3	2	1	3	2
20	3	1	3	2	2	1	3	2	1	3	2	1	3
21	3	1	3	2	3	2	1	3	2	1	3	2	1
22	3	2	1	3	1	3	2	2	1	3	3	2	1
23	3	2	1	3	2	1	3	3	2	1	1	3	2
24	3	2	1	3	3	2	1	1	3	2	2	1	3
25	3	3	2	1	1	3	2	3	2	1	2	1	3
26	3	3	2	1	2	1	3	1	3	2	3	2	1
27	3	3	2	1	3	2	1	2	1	3	1	3	2

Tableau II.2: Table orthogonale standard L<sub>27</sub> (3<sup>13</sup>) de Taguchi

# II.4. Préparation des éprouvettes

#### II.4.1. Eprouvettes de caractérisation

Afin d'étudier l'évolution des propriétés mécaniques du HDPE-100 à travers la paroi tubulaire, les éprouvettes utilisées ont été directement prélevées à partir du tube pour conserver l'histoire thermo mécanique intrinsèque.

Pour pouvoir accéder aux différentes positions dans le tube, des opérations de tournage et alésage sont réalisées (figure II.4).



**Figure II.4:** Opération de tournage du tube en HDPE-100: a) chariotage, b) alésage

La paroi du tube est divisée en 3 niveaux, et à partir de chaque niveau une couche est extraite dont l'épaisseur moyenne ne dépasse pas 3mm. La figure II.5 représente les trois couches extraites.



Figure II.5: Disposition des enveloppes dans la paroi du tube (extérieure, moyenne et intérieure)

Le découpage par emporte pièce des éprouvettes est réalisé à l'aide d'une presse pneumatique de marque CEAST type 6053, dans l'unité CP2K (SONATRACH, Skikda) (figure II.6). Les éprouvettes de caractérisation sont découpées conformément à la norme ISO 6259-2 sans chauffage ni aplatissement, dans le sens parallèle à l'extrusion (direction longitudinale, L) et dans le sens circonférentiel (direction transversale, T). Les dimensions et la forme géométrique de l'éprouvette sont reportées sur la figure (II.7 a-d), cela est reproductible pour les trois couches obtenues.



Figure II.6: Presse pneumatique



a) Sens de prélèvement des éprouvettes



b) Direction longitudinale, L (1)



c) Direction transversale, T (2)



d) Dimensions de l'éprouvette

Figure II.7: Eprouvettes standards

#### II.4.2. Eprouvettes de rupture

Pour pouvoir mesurer expérimentalement la valeur de la ténacité à travers 3 couches distinctes (extérieure, moyenne et intérieure) d'un tube de gaz en HDPE-100 afin d'explorer l'évolution de la résistance à la fissuration induite par le procédé d'extrusion. Cette étude a nécessité la préparation des éprouvettes à entaille latérale (SENT) de dimensions 120x20x3mm. Pour le premier lot, les éprouvettes sont prélevées dans le sens de l'extrusion (L) et à travers la paroi du tube (couches extérieure, moyenne et intérieure). Quand au deuxième lot, contient seulement les éprouvettes appartenant à la couche intérieure découpées dans le sens circonférentiel (T) (figure II 8 a-b).



Figure II.8a: Sens de prélèvement des éprouvettes de rupture



Figure II.8b: Forme et dimensions des éprouvettes SENT

Elles sont fissurées par un cutteur dont le ratio (profondeur/largeur: a/W) varie entre 0.1<a/W<0.6. Il est à noter que les dimensions sont proportionnelles à la largeur W qui est égale à 20 mm. Les essais de rupture ont été effectués à la température ambiante et à une vitesse de 10 mm/min. Le microscope utilisé pour la mesure de la fissure est un dispositif binoculaire et piloté par un ordinateur équipé du logiciel "Visual Gage" (figure II.9).



Figure II.9: Microscope utilisé pour la mesure de la fissure

### **II.5.** Caractérisation structurale

### II.5.1. Analyse enthalpique différentielle (DSC)

La calorimétrie différentielle à balayage (AED) couramment appelée DSC (Differential Scanning Calorimetry) est une technique généralement utilisée dans le cas de matériaux polymères semi-cristallins. Elle permet d'accéder aux principales transitions thermiques que subit le polymère lors d'une rampe en température comme, les changements de phase, la fusion, la cristallisation ou encore la transition vitreuse.

Le principe de la DSC est simple, l'appareil renferme deux creusets, l'un comme référence et l'autre contient l'échantillon à analyser. Ces deux creusets sont dans un four que l'on chauffe jusqu'à la température choisie habituellement à 10°C/minute. Ces creusets sont reliés à un thermocouple qui lit la température et la transmet à un ordinateur. Au fur et à mesure que l'on chauffe, la température du creuset contenant l'échantillon et celle du creuset de référence sera différente. L'ordinateur convertira ces deux températures en flux de chaleur. Ainsi, ce que nous mesurons en DSC est la quantité de chaleur supplémentaire à fournir au creuset de référence, pour atteindre la même que le creuset contenant l'échantillon. Cette analyse se fait sous atmosphère inerte pour éviter les réactions de l'échantillon avec l'oxygène de l'air.

Les normes DIN 51007 et ISO 11357-1 recommandent la représentation des phénomènes endothermiques avec une amplitude dirigée vers le haut. Dans les normes ASTM E793 et E794, la représentation vers le bas des phénomènes endothermiques est suggérée.

Dans le but d'obtenir des informations sur la physique des échantillons prélevés des trois couches (voir figure II.10) afin d'identifier les gradients de la microstructure.



Figure II.10: Position de prélèvement des échantillons dans le tube,

1) couche intérieure, 2) couche moyenne et 3) couche extérieure

Les échantillons utilisés de HDPE-100 de masse environ 6 mg sont placés dans des capsules en aluminium cylindriques insérées pour éviter la fuite de matière fondue. Ils sont chauffés dans une plage de température de 30 à 160°C avec une vitesse de 10°C.min<sup>-1</sup>. Les mesures ont été effectuées à l'aide d'un analyseur enthalpique différentiel de type Setaram LABSYS (intervalle de température: 0 à 1600°C); équipé d'un système de refroidissement à l'azote gazeux afin d'éviter toute dégradation de l'échantillon au cours de l'essai comme l'oxydation à haute température. Ces essais sont réalisés dans le Laboratoire d'Analyses Industrielles et Génie des Matériaux (LAIGM) (département de génie des procédés), Université de Guelma.



Figure II.11: Analyseur enthalpique différentiel (DSC)

# II.5.2. Diffraction des rayons X

Une autre méthode pour connaître la taille des cristallites est grâce aux techniques de diffusion des rayons X. La diffraction des rayons X aux grands angles (WAXS: Wide Angle X Ray Scattering en anglais) est une technique permettant de caractériser les dimensions des cristallites selon la méthode de Debye-Scherrer [6]. La méthode de Debye-Scherrer consiste à sonder un échantillon cristallin par un faisceau monochromatique de rayons X.

La diffraction des rayons X par des plans cristallins obéissent à la loi de Bragg :

$$n\lambda = 2d_{hkl}\sin\theta \tag{II.1}$$

Avec :

d: distance interréticulaire, c'est-à-dire distance entre deux plans cristallographiques.

n: ordre de réflexion (nombre entier).

 $\lambda$ : longueur d'onde des rayons X.

Comme les plans cristallographiques peuvent être repérés par les indices de Miller (hkl), les pics de diffraction sont indexés selon ces indices.

Cette technique est également utilisée pour montrer la structure cristalline des couches (intérieure, intermédiaire et extérieure) du tube HDPE-100 utilisé dans notre étude.

53

La taille moyenne  $L_{hkl}$  des cristallites se détermine suivant une direction perpendiculaire aux plans diffractant selon l'équation de Debye-Scherrer publiée en 1918 [6] :

$$L_{hkl} = \frac{k\lambda}{\beta\cos\theta}$$
(II.2)

Où K est la constante de proportionnalité (ou constante de Scherrer) qui vaut 0.9 [7] et  $\beta$  est la largeur à mi-hauteur de la raie (hkl).

Les expériences de diffraction des rayons X ont été réalisées en transmission et à température ambiante. Les rayons X sont colmatés grâce à deux miroirs de Göbels qui assurent l'émission d'un faisceau monochromatique de la raie K $\alpha$  du cuivre ( $\lambda = 1.54$ Å).

#### II.6. Caractérisation mécanique

Les essais de traction sont réalisés sur une machine de type Instron 5585 H avec une cellule de charge de 10 kN, dotée d'un mors pneumatique de traction ( $\pm$  300 kN), mors mécanique de traction ( $\pm$  30 kN) et d'un vidéo extensomètre bidirectionnelle pilotée par un ordinateur (voir figure II.12). Les éprouvettes sont conditionnées selon la norme NFT 51–014, la vitesse d'essai est réglée à 100 mm/min conformément à la norme NFT 51–074 et cela pour les éprouvettes de caractérisation. Par contre une vitesse de 10 mm/min pour les éprouvettes de rupture. Les essais sont réalisés au sein du Laboratoire de Mécanique, Biomécanique, Polymère, Structures (LaBPS) de Metz, France.



Figure II.12: Banc d'essai
# Références

- <u>http://wwwgroupechiali.com/image/documentation/catalogues/cat\_pe2012pdf</u> consulter Jan.28 th 2016.
- [2] M-A. Yallese, L. Boulanouar, K. Chaoui, Machining of hardened 100Cr6 steel using a cubic boron nitride tool. Mechanics & Industry (EDP Sci), 2004, 5, 355–368.
- [3] D. O'Sullivan, M. Cottrell, Temperature measurement in single point turning. J Mater Process Technol, 2001, 118, 301–308.
- [4] M-A. Yallese, K. Chaoui, N. Zeghib, L. Boulanouar, J.F. Rigal, Hard machining of hardened bearing steel using cubic boron nitride tool, J. of Mater, Process. Technol, 2009, 209, 1092–1104.
- [5] P.J. Ross Taguchi, Techniques for quality engineering loss function orthogonal experiments parameter and tolerance design, Second edn. McGraw-Hill, NY, 1996.
- [6] E. L. Alexandre, X-Ray Diffraction Methods in Polymer Science, John Wiley & Sons, 1969.
- [7] E. Serge, Introduction à la physique des polymères, Edition Dunod, 2002.

# **III.1. Introduction**

Ce chapitre s'intéresse à l'usinabilité de la matière polyéthylène de haute densité (HDPE) obtenue par extrusion, en vue de la préparation d'éprouvettes standards pour le contrôle qualité ou des protocoles de recherche. L'usinage d'éprouvettes (HDPE) peut affecter les surfaces finies et même, dans certains cas, la structure interne. Il est donc, important de bien choisir les outils de coupe et de définir les meilleures conditions d'usinage pour obtenir des résultats d'essais reproductibles avec les éprouvettes préparées le mode usinage.

Il est connu que, les caractéristiques mécaniques du polymère rigide dépendent largement du procédé de fabrication des éprouvettes. En général, ces spécimens sont souvent fabriqués par moulage pour la production en série en usine ou en utilisant des procédés d'usinage si le but est la caractérisation des propriétés mécaniques comme le stipule les diverses normes.

De nombreuses normes se réfèrent aux éprouvettes et à la préparation de l'assemblage afin d'établir les propriétés mécaniques standards et la ténacité. Par exemple, l'ISO 9080 est un protocole d'estimation de la résistance minimale requise (Protocol to estimate the Minimum Required Strength MRS) en utilisant l'essai de pression d'éclatement pour tube. D'un autre coté, l'ISO 1167 et l'ISO 11414 décrivent respectivement les exigences normalisées pour la préparation des pièces résistantes et la préparation d'assemblage de tubes/raccords de tubes en PE par fusion bout à bout (Preparation of PE pipe/fitting test piece assemblies by butt fusion). La plupart des principes de base des essais normalisés sont décrits dans l'ISO/TR 16913 qui résume les définitions des types d'essai pour les tubes et raccords en plastique. Par contre, les méthodes de préparation des éprouvettes par enlèvement de matière sont traitées dans l'ISO 2818 [1]. Ces normes donnent des directives générales en fonction de l'expérience et des ajustements proposés par les utilisateurs ainsi que les fabricants. Par conséquent, il est important de s'assurer de l'exactitude des propriétés mécaniques mesurées dans tout protocole d'essai afin de réduire les effets d'endommagement liés aux conditions d'usinage des plastiques qui sont très sensibles aux variations de température.

L'usinage des polymères n'est pas fréquent comparativement aux métaux, d'où, l'importance capitale d'optimisation du régime de coupe (Vc, f et ap). Un principal paramètre à limiter est la température qui ne doit pas dépasser 40°C selon les normes ISO et en particulier pour les tubes sous pression. Le régime de coupe optimal est celui qui donne une qualité de surface acceptable tout en évitant les effets de coupe.

De plus, les faibles valeurs des caractéristiques physiques du polymère, telles que le point de fusion et la conductivité thermique, comparées à celles des métaux, nécessitent une minimisation de la chaleur générée principalement par le phénomène de friction pendant la coupe.

En comparant les propriétés de dilatation thermique du PE et de l'acier ordinaire, les coefficients se situent dans les plages  $(30-40 \times 10^{-5} \text{ m/m K})$  et  $(3-7 \times 10^{-5} \text{ m/m K})$ , respectivement. Un tel écart dans les propriétés explique les difficultés rencontrées lors de la confection des pièces en PE en mode de frottement à cause de la génération importante de la chaleur qui conduit à une dégradation des propriétés structurelles.

En outre, les résines de PE sont de mauvais conducteurs de chaleur et ont des températures de fusion relativement basses. La concurrence entre ces deux conditions montre que la chaleur produite est généralement concentrée dans la zone de coupe où les contraintes thermiques sont amplifiées et entraînent par conséquent des risques de dégradation suffisamment élevés [2,3].

Certains travaux ont discuté la relation entre les propriétés des matériaux polymères et la rugosité [4-6]. Il a été trouvé que la qualité de surface usinée est fortement affectée par la déformation visqueuse du polymère. De plus, la contrainte visqueuse du polymère dépend fortement du taux de déformation et de la température [5].

Aussi les effets des conditions de coupe, les outils émoussés ou bien des tranchants qui raclent plutôt qu'ils ne coupent provoquent un dégagement de chaleur excessif, ce qui peut générer des contraintes internes préjudiciables aux dimensions géométriques de la pièce finie.

57

Dans l'étude de Chen et al. [6], il a été constaté que la géométrie de l'outil de coupe a un impact significatif sur les niveaux de contraintes résiduelles et de vibrations lors de la coupe du polyamide 66.

Aldwell et al. [7, 8] ont constaté qu'une meilleure qualité de surface usinée est obtenue pour les polymères de grade biomédical lorsque le rapport entre l'arête de coupe et la profondeur de coupe est petit. Cette conclusion est intéressante dans le cas de l'usinage des plastiques car ce sont des matériaux à haute ductilité et à bas point de fusion.

Blackman et al. [9] ont comparé les résultats de ténacité du polypropylène (PP) et du polystyrène à haut impact (HIPS) dans le cas de l'usinage orthogonal. Ils ont conclu que le ratio ténacité/résistance est un facteur clé pour comprendre le comportement à la coupe du matériau.

Concernant l'approche d'optimisation, la méthodologie de surface de réponse (RSM) [10-12] a été utilisée pour développer des modèles prédictifs de paramètres de sortie tels que la rugosité de surface, la puissance de coupe, la durée de vie et le régime d'usinage.

L'objectif de cette partie est de trouver une corrélation entre les paramètres d'usinage (Vc, f, et ap) et la rugosité de surface du HDPE d'une part et la température de coupe d'autre part, en utilisant la méthode RSM. Le développement d'un modèle de second ordre est adopté pour prédire la rugosité optimisée et les valeurs de la température à travers la fonction de désirabilité. L'approche de l'analyse de variance (ANOVA) est utilisée pour voir l'ordre de contribution des facteurs sur les critères de rugosité de surface et la température de coupe.

#### III.2. Répartition de la chaleur de coupe

Avant d'entamer l'étude proprement dite il convient de mettre l'accent sur les notions de température de coupe et de rugosité. Pendant le processus d'usinage, l'énergie mécanique dissipée pendant la coupe est transformée essentiellement en chaleur qui est produite dans les zones de cisaillement primaire et secondaire.

58

Les quantités de chaleurs lors du frottement sur la face de dépouille peuvent être négligées devant celles des deux zones de cisaillement. Souvent, 90 à 100 % de l'énergie mécanique consommée est finalement convertie en énergie thermique. Les principales sources de chaleur pendant le processus de coupe sont montrées sur la figure III.1.



Figure III.1: Sources de chaleur en tournage [13]

**Zone 1 (shear zone)**: c'est le siège du cisaillement primaire et de déformation plastique. Une augmentation de la température se produit au sein du copeau et peut se transférer à l'outil et à la pièce. Cette température affect les propriétés mécaniques du matériau.

**Zone 2 (secondary heat zone):** cette zone est caractérisée par une plastification dû au frottement entre copeau-outil (face de coupe de l'outil). Dans cette région la génération de chaleur provoque l'usure en cratère de l'outil.

**Zone 3** c'est une zone de frottement de l'interface entre la pièce et la Face de dépouille de l'outil. La génération de chaleur provoque l'usure en dépouille de l'outil.

Le dégagement de chaleur dû au frottement du copeau sur l'outil, à la déformation plastique du copeau et de la pièce se partage entre l'outil, le copeau et la pièce usinée. La chaleur, due à la déformation plastique dans le plan de cisaillement, s'écoule essentiellement dans le copeau, et le reste est abandonnée par rayonnement et dans la pièce usinée par conductibilité. Plusieurs études ont montré que la majorité de la chaleur générée est évacuée par le copeau [13-15].

La répartition de la chaleur ne se fait pas d'une manière équivalente, car elle dépend de différents facteurs: les propriétés physico-mécaniques de la matière, les éléments du régime de coupe (Vc, f et ap), les paramètres géométriques de l'outil, le liquide d'arrosage, etc.

#### III.2.1. Mesure de la température

L'existence de très forts gradients thermiques dans la zone de formation du copeau rend très délicate la définition d'une température de coupe. Généralement on considérera, soit une valeur ponctuelle représentative de la distribution des températures au voisinage de l'arête de coupe, soit une valeur moyenne correspondant à toute l'étendue de la zone de contact entre l'outil, le copeau et la pièce. La température a des effets importants sur les efforts de coupe et l'usure des outils, car les processus mécaniques et thermiques sont extrêmement couplés, en particulier, la variation des propriétés des matériaux avec la température.

Dans la littérature, Il existe plusieurs méthodes pour le contrôle de la température de coupe [16,17] qui peuvent être directes et indirects. Ces techniques sont classées en trois catégories: méthodes analytiques, expérimentales et numériques. Parmi ces dernières, les méthodes des différences finies et des éléments finis sont les plus répandues.

Les techniques expérimentales pour la mesure des températures des outils, des copeaux et des pièces sont étudiées en profondeur depuis de nombreuses années. Parmi les différentes techniques de mesure, on cite:

- 1) Mesure par thermocouples artificiel insérés dans l'outil de coupe;
- Mesure par thermocouple naturel formé par la pièce et l'outil euxmêmes;
- 3) Mesure par photographie infrarouge;
- 4) Mesure par pyromètres optiques infrarouges;
- 5) Mesure par peintures thermiques;
- Matériaux dont la température de fusion est connue, soit sous forme de poudre, soit sous forme de film mince;
- 7) l'analyse métallographique.

Chaque technique a ses privilégies et ses contrariétés. La technique appropriée pour un problème donné dépend de la situation considérée, telle que la facilité d'accès, la taille des spots, la situation dynamique, la précision souhaitée, le coût de l'instrumentation, les progrès technologiques et l'économie.

De nombreux rapports de recherche [17-19] ont montré qu'il est très compliqué de définir une partie de chaque phénomène et qu'il est très difficile d'effectuer des mesures de température dans la zone de coupe.

#### **III.3.** Etat de surface

#### III.3.1. Définition

Une surface usinée n'est jamais parfaite, quelque soit le procédé de fabrication. Elle présente des irrégularités dues au procédé d'obtentions lui même, aux outils, à la matière, état de la machine, conditions de coupe, etc.

La norme NF E 05-515 distingue six ordres de défauts de surface, du plus grand au plus petit :

- Écart de forme (échelle macroscopique): défaut de planéité, de rectitude, de circularité;
- Ondulation (échelle macroscopique): l'écart entre les crêtes est compris entre 0.5 et 2.5 mm;
- Stries et sillons (défauts périodiques ou pseudo-périodiques, échelle microscopique): l'écart entre les crêtes est inférieur ou égal à 0.5 mm;
- 4. Défauts localisés (échelle microscopique): marque d'outil, arrachement, fente, piqûre, ... ;
- 5. Structure cristalline (échelle mésoscopique);
- 6. Réseau cristallin (échelle nanoscopique).

La rugosité concerne les défauts d'ordre 3 et 4: défaut d'une largeur inférieure à 0.5 mm (500 µm), périodiques (stries, sillons) ou localisés.

Les défauts de surface sont définies par comparaison avec une ligne "moyenne" et sont classées en deux catégorie: des aspérités ou "pics" et des cavités ou "creux". L'ensemble de ces défauts constitue la rugosité.

# III.3.2. Défauts de rugosité

Les défauts de rugosité possèdent une grande influence sur les fonctions des surfaces.

- le frottement de glissement et de roulement,
- la résistance au matage,
- ➢ l'étanchéité,
- la résistance à l'écoulement des fluides,
- la facilité d'accrochage des revêtements,
- la résistance aux efforts alternés.

En ce qui concerne les critères de rugosité les plus utilisés, on peut citer:

✓ Ra: Ecart moyen arithmétique de rugosité.

Le Ra est égal à la moyenne arithmétique de la valeur absolue d'ordonnée Y entre chaque point du profil et la ligne moyenne figure III.2a, ce paramètre "moyen" permet de donner une indication générale résumant les autres paramètres de rugosité d'une surface donnée, et est par conséquent fréquemment utilisé.

$$R_a = \frac{1}{l} \int_0^l |Y| dx \tag{III.1}$$

$$R_{a} = \frac{\sum(aires+) + \sum(aires-)}{l}$$
(III.1bis)

✓ Rt: Rugosité totale.

Elle correspond à la somme du pic maximal et du creux maximal observé sur la longueur analysée (figure III.2b), Rt = Rp + Rv (III.2)

# ✓ Rz: Profondeur moyenne de rugosité sur 10 longueurs de base.

$$Rz = \frac{R_{z1} + R_{z2} + R_{z3} + R_{z4} + R_{z5}}{5}$$
(III.3)

D'après la Norme ISO 4287/1, Rz c'est la hauteur des irrégularités d'après dix points Rz est la distance moyenne entre les cinq points les plus hauts des saillies et les cinq points les plus bas des creux, se trouvant dans les limites de la longueur de base, mesurée à partir d'une ligne parallèle à la ligne moyenne et ne coupant pas le profil.





a) Rugosité moyenne arithmétique Ra

b) Rugosité totale Rt



c) Rugosité moyenne en 10 points Rz

Figure III.2: Représentation des rugosités

# III.4. Méthode des surfaces de réponse (RSM)

La méthodologie des surfaces de réponse d'origine anglo-saxonne RSM, mis pour *Response Surface methodology*, est un ensemble de techniques mathématiques et statistiques pour la construction de modèles empiriques. Cette méthode permet de déterminer une relation d'approximation entre les variables d'entrée (**variables indépendantes**) et les variables de sortie (**réponse**), dont l'objectif est d'optimiser une ou plusieurs variables des réponses [20,21].

L'application de RSM à la conception d'optimisation vise à réduire le coût des méthodes d'analyse coûteuses et leur bruit numérique associé. La méthode des surfaces de réponses est structurée en six étapes [22]:

- Définition des variables d'entrée indépendantes et des réponses de sortie désirées,
- Construction du plan expérimental,
- Réalisation d'un modèle mathématique-empirique du système,

- Estimation de la validité des essais par le biais de l'analyse de la variance (ANOVA), afin de trouver les paramètres les plus significatifs qui affectent la réponse,
- Détermination de la situation du modèle quadratique de (MSR),
- Optimisation de la conduite d'expérimentation, de la confirmation et la vérification des caractéristiques de performance prédites.

La modélisation de la réponse est réalisée à l'aide des techniques de régression qui permettent de relier une réponse «Y» à un ensemble de facteurs «Xi».

Afin d'étudier l'influence des paramètres d'usinage (variables d'entrée indépendantes) sur les critères de la rugosité (Ra, Rt et Rz), et la température de coupe (réponses désirées), trois principaux paramètres d'usinage la vitesse de coupe(Vc), l'avance (f) et la profondeur de passe (ap) ont été prise en compte. La relation entre la réponse désirée et les variables d'entrée indépendantes est représentée comme suit:

$$Y = f(Vc, f, ap) + \varepsilon$$
(III.4)

Où: ε représente l'erreur observée dans la réponse Y.

Le modèle de surface des réponses du second degré peut s'écrire de la manière suivante (équation III.5) [23]:

$$Y = \lambda_0 + \sum_{i=1}^{3} \lambda_i X_i + \sum_{i=1}^{3} \lambda_{ii} X_i^2 + \sum_{i(III.5)$$

Où  $\lambda_0$ ,  $\lambda_i$ ,  $\lambda_{ij}$ ,  $\lambda_{ij}$  and  $\lambda_{ii}$  représentent respectivement les termes constants, les coefficients des termes linéaires, des termes représentant les interactions entre variables et des termes quadratiques. Y est la réponse observée (rugosité de surface et température de coupe), les Xi représentent les paramètres de coupe étudiés (Vc, f, ap), ou bien variables codées.

Les variables codées Xi, i = 1, 2, 3 sont obtenues à partir des équations de transformation suivantes [24]:

$$X_1 = \frac{V_c - V_{c0}}{\Delta V_c}$$
(III.6)

$$X_2 = \frac{f - f_0}{\Delta f}$$
(III.7)

$$X_3 = \frac{a_p - a_{p0}}{\Delta a_p} \tag{III.8}$$

# III.5. Analyse de la variance (ANOVA)

L'analyse de la variance (ANOVA) a pour objectif l'analyse globale du système est de définir la qualité descriptive du modèle obtenu. Pour qualifier ces modèles, plusieurs coefficients d'ajustement doivent être préalablement définis [25,26].

 Somme des carrés est utilisée pour estimer le carrée de la déviation de la moyenne générale:

$$SC_{f} = \frac{N}{N_{nf}} \sum_{i=1}^{N_{nf}} (\bar{y}_{i} - \bar{y})^{2}$$
 (III.9)

où  $\overline{y} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^{N} y_i$ : la moyenne des réponses,  $\overline{y_i}$ : la réponse moyenne observée dans les expériences où le facteur f prend son niveau i<sup>ème</sup>, N: le nombre total d'expérience et N<sub>nf</sub>: le niveau de chaque facteur.

 La moyenne des carrés est estimée en divisant la somme des carrés sur le degré de liberté:

$$MC_{i} = \frac{SS_{i}}{d_{f_{i}}}$$
(III.10)

 Indice F-value est utilisé avec la base que les valeurs de F-calculées devraient être supérieures à celles obtenues à partir du F-table :

$$F_{i} = \frac{MC_{i}}{MC_{e}}$$
(III.11)

avec: MCe les carrés moyens des erreurs.

Pourcentage de contribution (PC %), indiquant le degré d'influence sur le résultat:

$$Cont. \% = \frac{SC_f}{SC_T} \times 100$$
(III.12)

 Coefficient de corrélation R<sup>2</sup>: compris entre 0 et 1. S'il est proche de 1 le modèle est meilleur et significatif. Sa valeur est définie par l'expression suivante :

$$R^{2} = 1 - \frac{\sum_{i=1}^{n} (y_{i} - \hat{y}_{i})^{2}}{\sum_{i=1}^{n} (y_{i} - \overline{y}_{i})^{2}}$$
(III.13)

Où  $\hat{y}_i$  est l'estimation de  $y_i$  par modélisation.

 R<sup>2</sup> ajusté: c'est le coefficient de corrélation ajusté du modèle. Il représente une correction du R<sup>2</sup>, il est plus approprié que R<sup>2</sup> pour comparer les modèles avec un nombre différent de variables indépendantes. Le R<sup>2</sup> ajusté diminue souvent lorsque des termes inutiles sont ajoutés au modèle. Sa valeur est définie par la relation suivante :

$$R_{ajust\acute{e}}^2 = 1 - (1 - R^2) \frac{n-1}{n-p-1}$$
(III.14)

# **III.6.** Optimisation

Selon des études antérieures menées sur l'usinage des matériaux métalliques, l'optimisation des réponses par la méthodologie de surface de réponse (RSM) permet d'identifier la combinaison des paramètres des variables d'entrée que ce soit en considérant un ou plusieurs réponses [27-30]. Dans le cas d'usinage du polyéthylène de haute densité (PEHD), une approche similaire est choisie bien que ce dernier matériau soit beaucoup moins dur comparé aux aciers.

La désirabilité implique de transformer chaque réponse anticipée, Yi, en une valeur adimensionnelle bornée entre 0 et 1. Une valeur plus élevée indique que la valeur de réponse Yi est plus souhaitable, tandis qu'une valeur nulle indique que la réponse est totalement indésirable. Pour un tel type de problème de conception, la fonction de désirabilité (DF) est définie par l'équation suivante [29,30]:

$$DF = \left(\prod_{i=1}^{n} d_{i}^{w_{i}}\right)^{\underline{\sum}_{j=1}^{n} w_{i}}$$
(III.15)

Où  $d_i$  est la désirabilité pour la sortie ciblée, n est le nombre de réponses et wi est la pondération de  $d_i$  (la valeur de poids est fixée à 1, car  $d_i$  est également important pour chaque paramètre optimisé). En général trois objectifs différents sont considérés: (i) ciblant une valeur spécifique Ti, (ii) recherchant un maximum et (iii) recherchant un minimum. Pour ces cas, la désirabilité est écrite comme suit [27,30]:

 Si le but est d'atteindre une valeur spécifique Ti, la désirabilité d<sub>i</sub> est donnée par:

$$d_{i} = \begin{cases} \left(\frac{Y_{i}-Low_{i}}{T_{i}-Low_{i}}\right)^{wt_{i}} & ; Low_{i} < Y_{i} < T_{i} \\\\ \left(\frac{Y_{i}-High_{i}}{T_{i}-High_{i}}\right)^{wt_{i}} & ; T_{i} < Y_{i} < High_{i} \\\\ 0 & ; autres \end{cases}$$
(III.16)

ii) Si le but est un maximum, la désirabilité d<sub>i</sub> s'écrit comme suit:

$$d_{i} = \begin{cases} 0 ; Y_{i} \leq Low_{i} \\ \left(\frac{Y_{i}-Low_{i}}{High_{i}-Low_{i}}\right)^{wt_{i}}; Low_{i} < Y_{i} < High_{i} \\ 1 ; Y_{i} \geq high_{i} \end{cases}$$
(III.17)

$$d_{i} = \begin{cases} 1 ; Y_{i} \leq Low_{i} \\ \left(\frac{High_{i} - Y_{i}}{High_{i} - Low_{i}}\right)^{wt_{i}}; Low_{i} < Y_{i} < High_{i} \\ 0 ; Y_{i} \geq high_{i} \end{cases}$$
(III.18)

Ici, Yi est la valeur obtenue de la  $i^{ime}$  sortie lors des processus d'optimisation; Low<sub>i</sub> et High<sub>i</sub> sont respectivement des valeurs minimales et maximales des données expérimentales pour la  $i^{ime}$  sortie.

#### **III.7. Procédure expérimentale**

Le matériau utilisé dans cette étude est un tube en résine HDPE-100 extrudé de diamètre extérieur et l'épaisseur de la paroi sont respectivement de 200 et 12 mm, ce qui implique un rapport de dimensions standard (SDR) de 17. La configuration expérimentale est représentée sur la figure III.3.

Les facteurs d'entrée, les symboles et les niveaux correspondants sont donnés dans le tableau III.1.



Figure III.3: Montage d'expérience

Tableau III.1: Paramètres de coupe et niveaux associés

	a l l	<b>T</b> T •4/	Niveau			
Facteur	Symbole	Unite	1	2	3	
Vitesse de coupe	Vc	m/min	55	110	220	
Vitesse d'avance	f	mm/tr	0.12	0.2	0.28	
Profondeur de passe	ар	mm	0.5	1	1.5	

#### III.8. Résultats et discussions

Les résultats expérimentaux, présentés dans le tableau III.2 correspondants aux critères de rugosité (Ra, Rt et Rz) et la température de coupe (t°), ont été obtenus suite aux différentes combinaisons des éléments du régime de coupe, vitesse de coupe (Vc), avance (f) et profondeur de passe (ap).

Dans ce cas, les variations totales des sorties de Ra, Rt et Rz sont respectivement comprises entre [0.78-3.04], [4.93-11.59] et  $[4.33-11.21 \mu m]$  pour la température, l'intervalle  $[27-45^{\circ}C]$  est observé.

Essai	]	Facteurs		Variables de réponse				
	Vc (m/min)	f(mm/tr)	ap (mm)	Ra (µm)	Rt (µm)	Rz (µm)	$t^{\circ}({}^{\circ}C)$	
1	55	0.12	0.5	1.00	6.57	5.77	27	
2	55	0.12	1	0.95	6.03	5.67	28	
3	55	0.12	1.5	0.92	5.54	5.02	31	
4	55	0.20	0.5	2.03	8.9	8.23	27	
5	55	0.20	1	1.96	8.25	7.45	29	
6	55	0.20	1.5	2.17	8.75	8.23	33	
7	55	0.28	0.5	2.87	10.16	9.88	28	
8	55	0.28	1	3.03	10.21	9.74	30	
9	55	0.28	1.5	2.99	10.56	10.19	33	
10	110	0.12	0.5	0.78	4.93	4.44	31	
11	110	0.12	1	0.80	5.17	4.33	34	
12	110	0.12	1.5	0.86	5.35	4.86	36	
13	110	0.2	0.5	2.04	8.28	7.74	30	
14	110	0.2	1	2.19	9.54	8.52	34	
15	110	0.2	1.5	2.22	8.97	8.20	38	
16	110	0.28	0.5	2.92	10.18	9.85	30	
17	110	0.28	1	2.94	10.50	10.14	33	
18	110	0.28	1.5	2.93	10.78	10.13	37	
19	220	0.12	0.5	1.03	6.10	5.35	38	
20	220	0.12	1	1.01	7.00	5.80	41	
21	220	0.12	1.5	0.92	5.89	5.28	43	
22	220	0.2	0.5	2.21	10.44	9.27	36	
23	220	0.2	1	2.20	9.82	8.91	38	
24	220	0.2	1.5	2.24	9.68	8.94	44	
25	220	0.28	0.5	3.04	11.59	11.21	32	
26	220	0.28	1	3.02	11.53	11.02	39	
27	220	0.28	1.5	2.95	10.78	10.41	45	

Tableau III. 2: Résultats expérimentaux pour la rugosité de surface

et la température

# III.8.1 Analyse de la variance pour la rugosité en fonction des paramètres de coupe

Dans cette étude, ANOVA est utilisé pour vérifier l'adéquation du modèle quadratique proposé, et pour déterminer si un effet statistiquement significatif existe entre la rugosité et la température de coupe par rapport aux variables de régime de coupe.

Les tableaux (III.3), (III.4) et (III.5) montrent l'ANOVA pour la rugosité de surface (Ra, Rt et Rz) pour un niveau de signification de 5%.

Puisque P-value calculée pour le modèle de rugosité de surface Ra est inférieure à 0.05 (tableau III.3), cela implique que le modèle est adéquat et que les termes du modèle ont un effet significatif sur la réponse. En outre, l'analyse montre que le facteur le plus significatif est l'avance (f) avec une contribution de 96.11%. Il a été également trouvé, dans d'autres études relatives à l'usinage des polymères, que f est le principal paramètre influençant la qualité de surface [31-36]. De la littérature, on sait que l'augmentation de l'avance lors de l'usinage d'un matériau assez doux produit des sillons hélicoïdaux conférés par la forme de l'outil et le couple de mouvement d'outil-pièce. Les sillons deviennent plus profonds et plus large pour des vitesses d'avance plus élevées [37, 38]. Enfin, une augmentation de f est proportionnelle à la quantité de matière enlevée, ce qui entraîne une augmentation de la quantité de chaleur générée. Cette condition peut altérer l'intégrité de la surface et la structure du matériau. On constate également que les termes Vc et f<sup>2</sup> ont un effet significatif sur Ra, dans ce cas. Alors, la vitesse de coupe quadratique (Vc<sup>2</sup>), la profondeur de passe (ap) et les interactions (Vc  $\times$  f,  $Vc \times ap$ , et f  $\times ap$ ) restent insignifiants.

Source	DL	Seq SS	CM ajust	F-value	P-value	<b>Cont.</b> (%)	Observations
Modèle	9	19.16	2.13	356.19	< 0.0001	99.48	Signifiant
Vc	1	0.027	0.027	4.56	0.0477	0.14	Signifiant
f	1	18.51	18.51	3096.78	< 0.0001	96.11	Signifiant
ap	1	0.002506	0.002506	0.42	0.5259	0.013	Non signifiant
$Vc \times Vc$	1	0.016	0.016	2.68	0.1201	0.083	Non signifiant
$f \times f$	1	0.23	0.23	39.27	< 0.0001	1.194	Signifiant
ap  imes ap	1	0.0001185	0.0001185	0.020	0.8897	0.0006	Non signifiant
$Vc \times f$	1	0.0001286	0.0001286	0.022	0.8851	0.00067	Non signifiant
Vc×ap	1	0.013	0.013	2.25	0.1521	0.067	Non signifiant
f×ap	1	0.001875	0.001875	0.31	0.5827	0.0097	Non signifiant
Erreur	17	0.10	0.005976				
Total	26	19.26					

Tableau III.3: ANOVA pour le critère de la rugosité moyenne arithmétique (Ra)

Pour la rugosité totale (Rt), il est noté que la contribution de l'avance est significative car elle atteint 86.92% (tableau III.4). Il est suivi par ( $f^2$ ), (Vc) et (Vc<sup>2</sup>), avec de faibles pourcentages de contribution (4.085, 2.83 et 0.89%, respectivement). Les termes ap<sup>2</sup> et (Vc × f, Vc × ap et f × ap) n'ont aucune influence significative.

Pour Rz, l'ANOVA a révélé que la contribution en pourcentage de l'avance (f) est de 92.22% (tableau III.5). Cependant, l'implication d'autres facteurs reste relativement faible (f<sup>2</sup> 2.043%, Vc 1.573% et Vc<sup>2</sup> 0.877%). La profondeur de passe (ap) et les interactions (ap <sup>2</sup>, Vc × f, Vc × ap et f × ap) n'ont pas d'effet significatif.

Source	DL	Seq SS	C M ajust	<b>F-value</b>	P-value	<b>Cont.</b> (%)	Observations
Modèle	9	117.24	13.03	52.96	< 0.0001	96.56	Signifiant
Vc	1	3.44	3.44	13.99	0.0016	2.83	Signifiant
f	1	105.54	105.54	429.08	< 0.0001	86.92	Signifiant
ар	1	0.069	0.069	0.28	0.6027	0.057	Non significant
Vc×Vc	1	1.08	1.08	4.38	0.0517	0.89	Signifiant
$f \times f$	1	4.96	4.96	20.18	0.0003	4.085	Signifiant
ap  imes ap	1	0.13	0.13	0.53	0.4754	0.107	Non signifiant
$Vc \times f$	1	0.22	0.22	0.88	0.3617	0.181	Non signifiant
$Vc \times ap$	1	0.22	0.22	0.90	0.3573	0.181	Non signifiant
f×ap	1	0.085	0.085	0.35	0.5643	0.070	Non signifiant
Erreur	17	4.18	0.25				
Total	26	121.42					

Table III.4: ANOVA pour le critère de rugosité totale (Rt)

 Table III. 5: ANOVA pour le critère de la rugosité (Rz)

Source	DL	Seq SS	CM ajust	<b>F-value</b>	P-value	<b>Cont.</b> (%)	Observations
Modèle	9	124.93	13.88	83.66	< 0.0001	97.79	Signifiant
Vc	1	2.01	2.01	12.09	0.0029	1.573	Signifiant
f	1	117.81	117.81	710.01	< 0.0001	92.22	Signifiant
ар	1	0.024	0.024	0.14	0.7084	0.0188	Non signifiant
Vc×Vc	1	1.12	1.12	6.76	0.0187	0.877	Signifiant
$f \times f$	1	2.61	2.61	15.75	0.0010	2.043	Signifiant
ap  imes ap	1	0.0004167	0.0004167	0.002511	0.9606	0.000326	Non signifiant
$Vc \times f$	1	0.49	0.49	2.97	0.1028	0.384	Non signifiant
Vc×ap	1	0.12	0.12	0.70	0.4144	0.094	Non signifiant
f×ap	1	0.003333	0.003333	0.020	0.8890	0.00261	Non signifiant
Erreur	17	2.82	0.17				
Total	26	127.75					

La figure (III.4a-c) montre les graphiques de surface de réponse 3D, qui sont construits sur la base du modèle quadratique afin d'évaluer le changement de surface de réponse. La figure III.4a illustre les modèles de rugosité de surface 3D (Ra, Rt et Rz) en fonction de la vitesse d'avance et de la vitesse de coupe tout en maintenant la profondeur de passe à un niveau constant. On observe que la rugosité de surface augmente avec la vitesse d'avance.

Cependant, la vitesse de coupe ne montre pas de changements significatifs sur la qualité de la surface. Ceci suggère que l'avance est de nouveau le principal facteur contribuant à la variation de la rugosité de surface. La figure III.4b représente l'effet d'interaction entre la profondeur de passe et l'avance sur la rugosité de surface à une vitesse de coupe de niveau intermédiaire constante. On conclut que la rugosité de surface augmente rapidement avec l'augmentation de la vitesse d'avance; cependant, la profondeur de passe n'a pas d'effet significatif sur les critères de rugosité. Enfin, les effets d'interaction entre la profondeur de passe et la vitesse de coupe sur les paramètres de rugosité de surface (Ra, Rt et Rz) sont illustrés dans la figure III.4c. On observe que l'augmentation de ap et Vc ont des effets négligeables sur la rugosité de surface.



**Figure III.4a:** Effet de l'avance et de la vitesse de coupe sur la rugosité de surface pour ap=1 mm



**Figure III.4b:** Effet de la profondeur de passe et de l'avance sur la rugosité de surface pour Vc = 137.5 m/min



Figure III.4c: Effet de la profondeur de passe et la vitesse de coupe sur la rugosité de surface pour f = 0.2 mm/tr

# III.8.2. Température de coupe en fonction des paramètres de coupe

Bien que la mesure de la température à l'aide d'un pyromètre IR reste une méthode difficile à mettre en œuvre, elle donne une idée approximative de l'évolution de ce paramètre. La mesure de la température sur le copeau sans contact est la meilleure indication à ce moment de la quantité de chaleur dissipée due au volume du matériau enlevé [18-20].

Enfin, l'analyse présentée dans le tableau III.6 montre que la vitesse de coupe (Vc), la profondeur de passe (ap) et les interactions (Vc  $\times$  f, Vc  $\times$  ap et f  $\times$  ap) ont des effets statistiquement significatifs sur la température de coupe pour un niveau de confiance de 95%. Les contributions calculées sont 63.630, 30.430, 1.348, 1.403 et 1.425% respectivement, alors que (Vc<sup>2</sup>), (f<sup>2</sup>) et (ap<sup>2</sup>) n'ont pas d'intensité significative.

La plus grande partie de l'énergie libérée est dépensée à la fois pour couper et déformer plastiquement les copeaux. Une partie de cette énergie est transformée en chaleur par frottement aux deux interfaces (outil-copeau et outil-pièce). La génération de chaleur pendant l'usinage entraîne une augmentation de la température dans la zone de processus et il s'avère que la vitesse de coupe est le facteur le plus important dans la température de coupe.

Sur la base de ces résultats, la vitesse de coupe s'est avérée être le facteur le plus important lors de l'étude de la température de coupe pour le polyéthylène haute densité (HDPE-100). De plus, les effets des paramètres de coupe sur les critères de rugosité de surface et de la température évoluent dans la même direction pour les matériaux semi-cristallins (HDPE) et polycristallins (métaux) [40,41].

Source	DL	Seq SS	CM ajust	<b>F-value</b>	P-value	Cont. (%)	Observations
Modèle	9	692.20	76.91	87.24	< 0.0001	97.88	Signifiant
Vc	1	450.00	450.00	510.45	< 0.0001	63.63	Signifiant
f	1	0.77	0.77	0.87	0.3638	0.109	Non signifiant
ар	1	215.16	215.16	244.06	< 0.0001	30.43	Signifiant
$Vc \times Vc$	1	3.50	3.50	3.97	0.0626	0.495	Non signifiant
$f \times f$	1	0.074	0.074	0.084	0.7754	0.0105	Non signifiant
$ap \!  imes ap$	1	0.91	0.91	1.03	0.3245	0.1287	Non signifiant
$Vc \times f$	1	9.53	9.53	10.81	0.0043	1.348	Signifiant
Vc×ap	1	9.92	9.92	11.25	0.0038	1.403	Signifiant
f×ap	1	10.08	10.08	11.44	0.0035	1.425	Signifiant
Erreur	17	14.99	0.88				
Total	26	707.19					

 Table III.6: ANOVA pour la température de coupe (t°)

La figure III.5a montre l'influence de la vitesse d'avance et de la vitesse de coupe sur la température de coupe à profondeur de passe constante. Comme prévu, la température de coupe augmente avec la vitesse de coupe et diminue légèrement avec la vitesse d'avance. L'effet simultané de la profondeur de passe et de l'avance sur la température de coupe à une vitesse constante de 137.5 m/min est représenté sur la figure III.5b. Inversement, une profondeur de passe plus faible et une vitesse d'avance inférieure entraînent une température de coupe inférieure. Enfin, l'évolution de la température est présentée en fonction de la profondeur de passe et de la vitesse de coupe pour une vitesse d'avance égale à 0.2 mm/tr (figure III. 5c). La tendance observée indique une augmentation de la température tandis que l'influence de ap reste assez inférieur à celui de Vc.



Figure III.5: Surface de réponse 3D pour la température de coupe

**D** .

# III.8.3. Modèles de prédiction

Les modèles mathématiques sont établis à partir de régressions quadratiques entre Ra, Rt, Rz et t° en fonction de Vc, f et ap en utilisant des résultats expérimentaux. Les équations obtenues sont les suivantes avec leur détermination associée et les coefficients ajustés (Equations III.19-22):

$$\begin{aligned} & \text{Rt} = -2.12579 - 0.015082 \\ & \text{V}_{c} + 82.52778 \text{ f} + 1.07972 \text{ ap} + 7.13193 \times 10^{-5} \text{ Vc}^{2} \\ & -142.10069 \text{ f}^{2} - 0.59111 \text{ ap}^{2} + 0.019968 \text{ V}_{c} \times \text{f} - 3.22511 \times 10^{-3} \text{ V}_{c} \times \text{ap} \\ & + 2.10417 \text{ f} \times \text{ap} \end{aligned} \qquad (III.20) \\ & (\text{R}^{2} = 96.56\%, \text{ R}^{2}_{\text{adj}} = 94.73\%) \end{aligned}$$

$$Rz = -1.04477 - 0.0196613 V_{c} + 68.9479 f + 0.231667 ap + 7.27885 \times 10^{-5} Vc^{2}$$
  
-103.125 f<sup>2</sup>- 0.033333 ap<sup>2</sup>+ 0.030168 V<sub>c</sub> × f - 2.34199× 10<sup>-3</sup> V<sub>c</sub> × ap  
+ 0.41667 f×ap (III.21)

$$(R^2 = 97.79\%, R^2_{adj} = 96.62\%)$$

$$\begin{split} t^{\circ} &= 22.80093 + 0.10083 \ V_c - \ 0.34722 \ f - \ 3.69444 \ ap - \ 1.28558 \times 10^{-4} \ Vc^2 \\ &- 17.36111 \ f^2 + 1.55556 \ ap^2 - 0.13258 \ V_c \times f + \ 0.021645 \ V_c \times ap \\ &+ \ 2.91667 \ f \times ap \end{split} \tag{III.22} \\ &(R^2 = 97.88\%, \ R^2_{adj} = 96.76\%) \end{split}$$

Ces modèles sont réécrits en fonction des paramètres significatifs, et ils deviennent avec les coefficients de détermination nouvellement calculés (Equations III.23-26):

$$Ra = -1.7237 + 5.39683 \times 10^{-4} V_c + 25.1528 \text{ f} - 30.9028 \text{ f}^2$$
(III.23)  
(R<sup>2</sup> = 99. 29 %, R<sup>2</sup><sub>adj</sub> = 99.19 %)

$$Rt = -2.24819 - 0.0143131 V_{c} + 87.1944 f + 7.13193 \times 10^{-5} - 142.101 f^{2}(III.24)$$
$$(R^{2} = 95.99\%, R^{2}_{adj} = 95.26\%)$$

 $\begin{aligned} \text{Rz}{=}{-}1.6263{-}0.0159697 \text{ V}_{c}{+}73.2361\text{f}{+}7.27885{\times}10^{-5} \text{ Vc}^{2}{-}103.125 \text{ f}^{2}(\text{III.25}) \\ (\text{R}^{2}{=}97.30\%, \text{ R}^{2}{}_{adj}{=}96.81\%) \end{aligned}$ 

$$t^{\circ} = 22.6111 + 0.068254 V_{c} + 0.25 ap + 0.021645 V_{c} \times ap - 0.151515 V_{c} \times f + 18.75f \times ap$$
(III.26)  
(R<sup>2</sup> = 97.16%, R<sup>2</sup><sub>adj</sub> = 96.49%)

Le coefficient  $R^2$ , fréquemment appelé coefficient de détermination, est utilisé pour valider les modèles proposés. Le modèle est meilleur lorsque le  $R^2$ est plus proche de 1. Dans notre étude,  $R^2$  et  $R^2$  ajustés sont très proche de l'unité avec des valeurs entre (95.99-99.29%) pour les modèles représentés par équations III.23 à III.26. En conséquence, ce qui montre une bonne corrélation trouvée entre les données expérimentales et les modèles prédictifs développés pour les critères de rugosité de surface et la température de coupe.

#### III.8.4. Validation des modèles

Basé sur le test d'Anderson-Darling qui est puissant pour l'identification de non-normalité, l'analyse de la distribution des résidus est utilisée afin de valider les modèles proposés dans la présente étude. Les différences entre les valeurs expérimentales et ajustées sont analysées.

Les résidus par rapport aux valeurs ajustées sont utilisés pour tester l'adéquation de la partie fonctionnelle du modèle. La figure (III.6a-d) illustre des courbes de probabilité normales, qui indiquent clairement que les résidus sont placés presque sur une ligne droite et suggérant que les erreurs sont normalement distribuées [42]. La figure (III.7a-d) montre les résidus par rapport aux valeurs prédites. L'adéquation du modèle peut être confirmée par la distribution aléatoire des résidus de côté de la ligne zéro [43, 44].

La figure (III.8a-d) illustre la comparaison entre les valeurs expérimentales et prédites des critères de rugosité de surface et de la température de coupe. Il est confirmé qu'il existe une relation étroite entre les valeurs prédites par RSM et mesurées expérimentalement.



**Figure III.6:** Test de normalité de la distribution des résidus Ra(a), Rt(b), Rz(c) et t°(d)



Figure III.7: Valeurs résiduelles en fonction des valeurs ajustées pour Ra(a), Rt (b), Rz (c) et t°(d)



Figure III.8: Comparaison entre les valeurs expérimentales et les valeurs prédites de la rugosité de surface et la température de coupe

La figure (III.9a-d) représente des courbes de perturbation pour Ra, Rt, Rz et t°; chaque ligne est désignée par une lettre majuscule: vitesse de coupe (A), avance (B) et profondeur de passe (C).

De nouveau, l'effet le plus important de l'avance est confirmé sur la vitesse de coupe et la profondeur de passe (figures III.9 a-c). Pour la température (figure III. 9d), l'augmentation est notable avec la vitesse de coupe (courbe A) et la profondeur de passe (courbe C) en opposition pour le l'avance (courbe B).



Figure III.9: Effet des paramètres de coupe sur Ra, Rt, Rz et t°

# III.8.5. Optimisation par l'analyse de la fonction de désirabilité

Dans la présente étude, l'optimisation utilisant la fonction de désirabilité du RSM a été utilisée pour une optimisation multi-objectifs (c'est-à-dire Ra, Rt, Rz et t°). Encore une fois, dans une telle optimisation multi-réponse, une pondération égale est donnée à toutes les réponses, et pour une influence combinée de toutes les réponses, la désirabilité est déterminée pour des valeurs variables de paramètres d'entrée (régime d'usinage).

L'analyse d'optimisation est réalisée à l'aide du logiciel Design-Expert. Le tableau III.7 montre la gamme des paramètres d'entrée, des réponses, des objectifs et des poids attribués à chaque paramètre.

Le tableau III.8 illustre les résultats d'optimisation par RSM pour les paramètres d'entrée et les réponses, c'est-à-dire les critères de rugosité de surface et la température de coupe.

Trois cas sont discutés dans la partie suivante:

 le cas 1 traite la minimisation de Ra, Rt, Rz, et t° en même, temps tandis que le cas 2 considère la minimisation de Ra, Rt, et Rz lorsque t° est ciblée à 30°C, et enfin, le cas 3 analyse les données de sortie pour t° égal à 32°C afin d'améliorer les paramètres du régime de coupe et augmenter la productivité.

• Le cas 2 nous a permis d'augmenter Vc de 38.87% par rapport au cas 1 avec une rugosité de surface améliorée bien que la température a été fixée à 30°C. Il se situe bien en dessous de la limite supérieure de 40°C fixée par les normes pour les tubes en plastique (NF T54-078).

Dans le cas 3, une vitesse de coupe de 119 m/min est obtenue, ce qui conduit à une augmentation de la productivité pour une température de 32°C, tandis que, les changements de rugosité sont supérieurs à peut près de 10% au cas 2. Il convient de noter qu'entre les cas 1 et 3, Vc a doublé, mais les changements de rugosité ont été négligeables (changements de Ra ~ 0.2%).

La figure III.10 présente les graphiques à barres de désirabilités des conditions de coupe et les réponses ainsi que les désirabilités combinées.

Cas 1									
Conditions	Objectifs	Limite inférieure	limite supérieure	Poinds inférieur	Poinds supérieur	Importance			
Vitesse de coupe, Vc	Gamme	55	220	1	1	3			
Avance, f	Gamme	0.12	0.28	1	1	3			
Profondeur de passe, ap	Gamme	0.5	1.5	1	1	3			
Rugosité moyenne arthmétique, Ra	Mini	0.78	3.04	1	1	3			
Rugosité totale, Rt	Mini	4.93	11.59	1	1	3			
Rugosité de profondeur moyenne, <b>R</b> z	Mini	4.33	11.21	1	1	3			
Température de coupe, t <sup>o</sup>	Mini	27	45	1	1	3			
			Cas 2						
Vitesse de coupe, Vc	Gamme	55	220	1	1	3			
Avance, f	Gamme	0.12	0.28	1	1	3			
Profondeur de passe, ap	Gamme	0.5	1.5	1	1	3			
Rugosité moyenne arthmétique, Ra	Mini	0.78	3.04	1	1	3			
Rugosité totale, Rt	Mini	4.93	11.59	1	1	3			
Rugosité de profondeur moyenne, <b>R</b> z	Mini	4.33	11.21	1	1	3			
Température de coupe, t <sup>o</sup>	Ciblée=30	27	45	1	1	3			
			Cas 3						
Vitesse de coupe, Vc	Gamme	55	220	1	1	3			
Avance, f	Gamme	0.12	0.28	1	1	3			
Profondeur de passe, ap	Gamme	0.5	1.5	1	1	3			
Rugosité moyenne arthmétique, <b>R</b> a	Mini	0.78	3.04	1	1	3			
Rugosité totale, Rt	Mini	4.93	11.59	1	1	3			
Rugosité de profondeur moyenne, <b>R</b> z	Mini	4.33	11.21	1	1	3			
Température de coupe, t <sup>o</sup>	Ciblée=32	27	45	1	1	3			

**Tableau III.7:** Intervalle des paramètres d'entrée et de réponses

# **Tableau III.8:** Optimisation de réponses pour les critères de rugosité de surface

Cas 1										
Solution	Vc	f	ap	Ra	Rt	Rz	t°	Desirabilité	Remarques	
no.	(m/min)	(mm/tr)	(mm)	(µm)	(µm)	(µm)	(°C)		-	
1	55.000	0.120	0.500	0.865	5.679	5.150	27.303	0.927	Selectionnée	
2	55.589	0.120	0.500	0.865	5.675	5.145	27.351	0.927		
3	55.001	0.120	0.505	0.866	5.682	5.151	27.312	0.927		
4	56.406	0.120	0.500	0.865	5.670	5.137	27.417	0.927		
5	56.037	0.120	0.505	0.865	5.675	5.141	27.396	0.927		
6	55.001	0.120	0.515	0.866	5.687	5.152	27.330	0.927		
7	57.570	0.120	0.500	0.864	5.663	5.127	27.512	0.926		
8	55.014	0.120	0.533	0.868	5.697	5.154	27.366	0.925		
Cas 2										
1	89.980	0.120	0.500	0.858	5.541	4.917	30.000	0.946	Selectionnée	
2	89.696	0.120	0.508	0.858	5.545	4.919	30.000	0.946		
3	89.293	0.120	0.519	0.859	5.550	4.921	30.000	0.946		
4	89.167	0.120	0.524	0.859	5.552	4.921	30.003	0.946		
5	91.124	0.120	0.500	0.858	5.539	4.912	30.083	0.945		
6	88.584	0.120	0.539	0.860	5.560	4.924	30.000	0.945		
7	88.044	0.120	0.554	0.860	5.567	4.927	30.000	0.945		
8	92.567	0.120	0.500	0.858	5.537	4.907	30.187	0.944		
Cas 3										
1	119.015	0.120	0.500	0.867	5.558	4.859	32.000	0.947	Selectionnée	
2	118.791	0.120	0.505	0.867	5.559	4.859	32.000	0.947		
3	118.357	0.120	0.513	0.867	5.561	4.859	32.000	0.947		
4	117.785	0.120	0.525	0.867	5.564	4.858	32.000	0.947		
5	117.031	0.120	0.540	0.867	5.567	4.858	32.000	0.947		
6	116.815	0.120	0.545	0.867	5.568	4.858	32.000	0.946		

et de la température de coupe





Figure III.10: Graphiques à barre de désirabilités

La figure (III.11a) montre la courbe de désirabilité globale, avec pondération égale pour toutes les réponses, en fonction de deux entrées principales qui sont l'avance et la vitesse de coupe. La valeur de désirabilité combinée chute brusquent à une vitesse d'avance plus élevée et à une vitesse de coupe plus élevée, tandis qu'elle se rapproche de 1 dans la région dominée par une avance inférieure, et une vitesse de coupe modérée.

La figure (III.11b) révèle que la valeur de désirabilité globale est moindre dans la région où la profondeur de passe et la vitesse de coupe sont plus élevées, alors qu'elle se rapproche de 1 dans la région où la profondeur de passe et la vitesse de coupe sont plus faibles. Enfin, comme le montre la figure (III.11c), la désirabilité combinée est principalement influencée par l'avance; il baisse à mesure que la vitesse d'avance augmente et évolue vers 1 à une avance inférieure. L'effet de la profondeur de passe n'est presque pas observé.



Figure III.11: Désirabilité globale

#### **III.9.** Conclusion

Le but de ce chapitre est d'étudier l'usinabilité du matériau de tube en HDPE pour la préparation des éprouvettes standards en vue des essais mécaniques. L'étude est basée sur la méthodologie des surface de réponse(RSM) et la proche de la fonction de désirabilité afin d'examiner la corrélation des paramètres de régime de coupe en fonction des critères de la rugosité et de la température de coupe. Parmi les paramètres d'usinage sélectionnés, les conclusions suivantes sont tirées:

 La méthodologie des surfaces de réponse s'avère efficace pour analyser et modéliser les critères de la rugosité de surface et la température de coupe, lors d'usinage de matériaux de tube en HDPE par rapport à diverses combinaisons de variables du régime de coupe (vitesse de coupe, d'avance, et profondeur de passe).

- L'analyse statistique de la variance (ANOVA) a montré que l'avance (f) est le paramètre le plus influençant sur la minimisation de la rugosité de surface. Les contributions sont (96.11%, 86.92% et 92.22%) pour Ra, Rt et Rz, respectivement.
- Pour la température de coupe l'analyse ANOVA a montré que la température est principalement influencée par la vitesse de coupe, la profondeur de passe et les interactions Vc×f; Vc×ap and f×ap.
- Comme discuté pour les trois cas à savoir: (1) minimisation des critères de rugosité et température de coupe, (2) minimisation des critères de rugosité et ciblage de t°=30°C, et (3) minimisation des critères de rugosité et ciblage de t°=32°C), on conclut que le cas 1 permet d'usiner des éprouvettes d'essai en HDPE en toute sécurité: (t° est bien en dessous de t°<sub>limite</sub>). Cependant, si une productivité d'usinage élevée est recherchée, il est préférable d'utiliser des conditions optimisées du cas 3 (vitesse de coupe plus élevée avec t° autour de 32°C).
- Le modèle de surface de réponse de second ordre obtenu peut être utilisé pour prédire la rugosité de surface et la température de coupe lors de l'usinage de matériaux de tube en HDPE à différentes conditions de coupe avec des intervalles de confiance de 95%.
- Les graphes tridimensionnels de la fonction de désirabilité combinés ont révélé la plage de désirabilité lorsque les réponses reçoivent un poids égal.
- Pour l'usinage de HDPE, on peut en déduire que plus les niveaux de Vc, f et ap sont faibles, meilleure est la désirabilité.

#### Références

- [1] ISO 2818, Plastiques—Préparation des éprouvettes par usinage, 1994.
   <u>http://www.iso.org/obp/ui/fr/#iso:std:2818:ed-3:v1:fr</u>
- [2] A.K. Kobayashi, Machining of plastics. McGraw-Hill, New York, 1967.
- [3] P Gombette, I. Ernoult, Physique des polymères. Editeur Hermann, Paris, 2005.
- [4] E.F. Smith, Single-point turning of amorphous thermoplastic polymers. MSc Thesis, 1989, NC State Univ., Raleigh. NC, USA.
- [5] K.Q. Xiao, L.C. Zhang, The role of viscous deformation in the machining of polymers. Int J Mech Sci, 2002, 44, 2317–2336. www.elsevier.com/locate/ijmecsci
- [6] Y.K. Chen, O.P. Modi, A.S. Mhay, A. Chrysanthou, J.M. O'Sullivan, The effect of different metallic counter face materials and different surface treatments on the wear and friction of polyamide 66 and it's composite in rolling–sliding contact. Published in 14<sup>th</sup> Inter. Conf on Wear of Materials and in Wear, 2003, 255, 714–72.
- [7] B. Aldwell, R. Hanley, GE. O'Donnell, Characterizing the machining of biomedical grade polymers. Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part B: J of Eng Manufacture, 2014, 228, 1237–1251. doi:10.1177/0954405413514956.
- [8] B. Aldwell, J. O'Mahony, G. E. O'Donnell, The effect of workpiece cooling on the machining of biomedical grade polymers. Procedia CIRP, 2015, 33, 305–310, 9th CIRP Conf. on Intelligent Computation in Manuf. Eng.–CIRP (ICME' 14).
- [9] B.R.K. Blackman, T.R. Hoult, Y. Patel, J.G. Williams, Tool sharpness as a factor in machining tests to determine toughness. Eng Fracture Mechanics, 2013, 101, 45–58.
- [10] S.A. Hussain, V. Pandurangadu, K. Palani Kumar, Cutting power prediction model for turning of GFRP composites using response surface methodology, International J of Engineering, Science and Technology 2011, 3,161–171.

- [11] K. Palanikumar, F. Mata, J.P. Davim, Analysis of surface roughness parameters in turning of FRP tubes by PCD tool. J. Mater. Process. Technol., 2008, 204, 469–474.
- [12] A.J. Makadia, J.I. Nanavati, Optimization of machining parameters for turning operations based on response surface methodology, Measurement, 2013, 46, 1521–1529.
- [13] D. O'Sullivan, M. Cottrell, Temperature measurement in single point turning. J Mater Process Technol, 2001, 118, 301–308.
- [14] J. Rech, A. Kusiak, J.L. Battaglia, Tribological and thermal functions of cutting tool coatings, Surface and Coatings Technology, 2004, 186, 364-371.
- [15] M-A. Yallese, K Chaoui, N. Zeghib, L. Boulanouar, J.F. Rigal, Hard machining of hardened bearing steel using cubic boron nitride tool. J. of Mater.Process. Technol., 2009, 209, 1092–1104.
- [16] R. M'Saoubi, H. Chandrasekaran, Investigation of the effects of tool micro geometry and coating on tool temperature during orthogonal turning of quenched and tempered steel. International Journal of Machine Tools and Manufacture, 2004, 44, 213–224.
- [17] A. Goyal, S. Dhiman, S. Kumar, R. Sharma, A Study of Experimental Temperature Measuring Techniques used in Metal Cutting. Jordan J. Mech. & Indus. Eng., 2014, 8, 82–93.
- [18] M. Bacci da Silva, J. Wallbank, Cutting temperature: prediction and measurement methods– A review. J. of Mater. Process. Technol., 1999, 88, 195–202.
- [19] J. M. longbottom, J. D. Lanham, Cutting temperature measurement while machining–a review. Aircraft Engineering and Aerospace Technology, 2005, 77, 122–130.
- [20] A.J. Makadia, J.I. Nanavati, Optimization of machining parameters for turning operations based on response surface methodology, Measurement, 2013, 46, 1521–1529.

- [21] S. Neseli, S. Yaldiz, E. Türkes, Optimization of tool geometry parameters for turning operations based on the response surface methodology, Measurement, 2011, 44, 580–587.
- [22] V.N. Gained, S.R. Karnik, M. Faustino, J.P. Davim, Machinability analysis in Turning tungsten-copper composite for application in EDM electrodes. Int J Refract Matals hard Mater, 2009, 27, 754–63.
- [23] J–S. Kwak, Application of Taguchi and response surface methodologies for geometric error in surface grinding process, Int. J. Mach. Tool Manuf., 2005, 45, 327–334.
- [24] J.S. Kwak, Application of Taguchi and response surface methodologies for geometric error in surface grinding process. Int. J. Mach. Tool Manuf., 2005, 45, 327–334.
- [25] M. Seeman, G. Ganesan, R. Karthikeyan, A. Velayudham, Study on tool wear and surface roughness in machining of particulate aluminum metal matrix composite-response surface methodology approach, Int. J. Adv. Manuf. Technol., 2010, 48, 613–624.
- [26] L. Bouzid, M-A. Yallese, K. Chaoui, T. Mabrouki, L. Boulanouar, Mathematical modelling for turning on AISI 420 stainless steel using surface response methodology. Proc IMechE Part B: J. Engineering Manufacture, 2012, 29, 45–61.
- [27] V. Krishnaraj, A. Prabukarthi, A. Ramanathan, N. Elanghovan, M. Senthil Kumar, R. Zitoune, J.P. Davim, Optimization of machining parameters at high speed drilling of carbon fiber reinforced plastic (CFRP) laminates, Composites: Part B, 2012, 43, 1791–1799.
- [28] Z. Hessainia, M-A. Yallese, L. Bouzid, T Mabrouki, On the application of response surface methodology for predicting and optimizing surface roughness and cutting forces in hard turning by PVC coated insert. Int. J. of Industrial Engineering Computations, 2015, 6, 267–284.
- [29] Z. Hessainia, A. Belbah, M-A Yallese, T. Mabrouki, J.F. Rigal, On the prediction of surface roughness in the hard turning based on cutting parameters and tool vibrations, Measurement, 2013, 46, 1671–1681.

- [30] K. Bouacha, M-A. Yallese, T. Mabrouki, J.F. Rigal, Statistical analysis of surface roughness and cutting forces using response surface methodology in hard turning of AISI 52000 bearing steel with CBN Tool, Int. J. of Refractory Metals and Hard Materials, 2010, 28, 349–361.
- [31] K.Y. Benyounis, A.G. Olabi, M.S.J. Hashmi, Multi-response optimization of CO2 laser welding process of austenitic stainless steel. Optics & Laser Technology, 2008, 40, 76–87.
- [32] Q. Jiang, L.C. Zhang, M. Pittolo, The dependence of surface finish of a spectacle polymer upon machining conditions. In: Chen D et al (eds) Progress of machining technology. Aviation Industry Press, 2000, Beijing, 7–12.
- [33] J.L.C. Salles, M.T.T. Gonçalves, Effects of machining parameters on surface quality of the ultra high molecular weight polyethylene (UHMWPE). Matéria 2003, 8, 1–10. Retrieved on Mar. 9th, 2011from:10119/10119.pdf http://www.materia.coppe.ufrj.br/sarra/artigos/artigo.
- [34] H. Kobayashi, Ultra-precision machining of plastics. Part 1. Polymethylmethacrylate. Polymer - Plastic Technology & Engineering, 1984, 22, 15–25
- [35] D. Lazarevic, M. Madic, P. Jankovic, A. Lazarevic, Surface roughness minimization of polyamide PA- 6 turning by Taguchi method, Journal of Production engineering, 2012, 15, 29–32.
- [36] J.P. Davim, L.R. Silva, A. Festas, A.M. Abrao, Machinability study on precision turning of PA66 polyamide with and without glass fiber reinforcing. Mater, 2009, 30, 228–234.
- [37] S. Belhadi, M. Kaddeche, K. Chaoui, M-A Yallese, Machining optimization of HDPE pipe using the Taguchi method and Grey relation analysis. Int. Polym. Process., 2016, 31, 491–502.
- [38] H. Aouici, M.A. Yallese, K. Chaoui, T. Mabrouki, J. Rigal, Analysis of surface roughness and cutting force components in hard turning with CBN tool prediction model and cutting conditions optimization, Measurement, 2012, 45, 344–353.
- [39] L. Bouzid, S. Boutabba, M-A. Yallese, S. Belhadi, F. Girardin, Simultaneous optimization of surface roughness and material removal rate for turning of X20Cr13 stainless steel. Int. J. Adv. Manuf. Technol., 2014, 74, 879–891.
- [40] H.M. Lin, Y.S. Liao, C.C. Wei, Wear behavior in turning high hardness alloy steel by CBN tool. Wear, 2008, 264, 679–684.
- [41] T. Özel, Computational modeling of 3D turning: influence of edge micro geometry on forces, stresses, friction and tool wear in PcBN tooling. J of Mater. Process. Technol., 2009, 209, 5167–5177.
- [42] D.C. Montgomery, Design and analysis of experiments, 5<sup>th</sup> edn. Wiley, New York, 2001.
- [43] D.C. Montgomery, G.C. Runger, Applied statistics and probability for engineers, 3rd edn. Wiley, USA, 2003.
- [44] R.H. Myers, D.C. Montgomery, Response surface methodology, process and product optimization using designed experiments, 2nd edn. Wiley, NY, 2002.

# **IV.1. Introduction**

En raison de leurs longues chaînes moléculaires, les polymères sont des matériaux au comportement très complexe. Leurs propriétés sont directement dépendantes de leurs conditions de mise en œuvre, c'est-à-dire de leur histoire thermo-mécanique. D'autres événements peuvent également influencer les propriétés du matériau au cours de son utilisation, tout spécialement s'il est soumis à de hautes températures (pour certains polymères, la température ambiante peut déjà être considérée comme une haute température). Il existe trois événements thermiques principaux que l'on peut observer dans les matériaux polymères: la transition vitreuse, la cristallisation et la fusion.

La fabrication de tubes en polyéthylène de haute densité (HDPE) se fait par le procédé d'extrusion, qui consiste à forcer de la matière polymérique en fusion à travers une filière lui conférant la géométrie et l'épaisseur désirées à un produit final. Ce procédé est connu pour générer des variances morphologiques ainsi que des contraintes résiduelles réparties dans la paroi tubulaire.

Dans ce chapitre, nous présentons l'étude expérimentale portant d'une part l'influence de la morphologie impartie par l'extrusion des tubes de gaz naturel en HDPE-100 sur la distribution des propriétés physiques et mécaniques à travers la paroi de tube et d'autre part l'influence du sens de prélèvement ainsi que l'effet de la vitesse de chargement sur les propriétés mécaniques.

# IV.2. Procédure expérimentale

## IV.2.1. Matériau

Le matériau utilisé dans ce travail est un tube en polyéthylène de haute densité, de diamètre extérieur 200 mm et intérieur 176 mm. Il est extrudé, pigmenté en noir et destiné à la distribution de gaz naturel. Il s'agit d'un thermoplastique semi-cristallin, comportant, une phase amorphe et une phase cristalline dérivé des hydrocarbures, réalisé par polymérisation d'addition, il est transformé par extrusion. Il est de masse volumique d'environ 0.95 à  $0.98 \text{ g/cm}^3$ , d'indice de fluidité 0.75 g/10 min à 190°C et de teneur en noir de carbone de 2.0 à 2.6%. Sa température de transition Tg est de -125°C et sa température de fusion est de 137°C.

#### **IV.3.** Caractérisation physique

## IV.3.1. Analyse enthalpique différentielle (DSC)

#### IV.3.1.1 Résultats et discussions

Les thermographes obtenus sont illustrés sur la figure IV.1. Cette dernière montre les courbes de DSC de fusion des trois couches (extérieure, moyenne et intérieure) de tube HDPE-100. La fusion est un phénomène endothermique qui représente un passage des chaînes de polymère d'un état cristallin ordonné à un état liquide désordonné qui peut se prolonger sur une gamme de température plus ou moins étendue selon la distribution de taille des cristaux et de la vitesse de montée en température. Le HDPE est un polymère semi-cristallin constitué de deux phases: une phase amorphe et une phase cristalline, c'est pourquoi les pics enregistrés au moment de la fusion ne sont pas des pics étroits, mais des pics larges s'étendissent sur un domaine de plusieurs dizaines de degrés. La température de fusion correspond au sommet de ces pics comme le montre la figure VI.2.



Figure IV.1: Thermo grammes de fusion de trois couches

Elle est principalement caractérisée par l'enthalpie de fusion  $\Delta H_f$  quantifiée par l'aire sous le pic (figure VI.2) correspond à l'énergie nécessaire pour la fusion. Le taux de cristallinité s'écrit sous la forme suivante [1]:

$$X_{\rm C} = \frac{\Delta H_{\rm f}}{\Delta H_{\rm f}^0} \tag{IV.1}$$

Avec:

- $\Delta H_{f}$ : l'enthalpie de fusion spécifique du matériau quantifiée par l'aire sous la courbe et par la température de pic de fusion  $T_{f}$ .
- $\Delta H_f^0$ : l'enthalpie de fusion du polyéthylène 100% cristallin (en J/g) égale à 290J/g [2] différentes valeurs de cette enthalpie sont proposées dans la littérature, allant de 285 à 293 J/g [2-5].



Figure VI.2: Analyse enthalpique différentielle

L'épaisseur des cristallites et la température de fusion ainsi que l'énergie libre de surface des lamelles cristallines  $\sigma$ e sont reliés par la relation de Gibbs-Thomson [6]. La valeur de l'épaisseur cristalline Lc est calculée en exploitant les résultats des mesures obtenues à partir des thermo-grammes, par le biais de l'équation (IV.2) [7]. Le tableau IV.1 récapitule les valeurs physiques calculées.

$$L_{C} = \frac{2\sigma e T_{f}^{o}}{\Delta H_{f} (T_{f}^{o} - T_{f}) \rho_{c}}$$
(IV.2)

Avec:

 $σ_e: l'énergie libre de surface des lamelles cristallines (pour le HDPE: <math>σe = 9 \times 10^{-6}$  J/cm<sup>2</sup> [8]), T<sub>f</sub><sup>0</sup>: la température de fusion d'un cristal parfait et infiniment grand (T<sub>f</sub><sup>0</sup> = 418 K[9]), T<sub>f</sub> la température de fusion du matériau, ρ<sub>c</sub> la masse volumique du cristal pour le polyéthylène égale à 1.003 g/cm<sup>3</sup> [10].

	Couche		
Paramètres	Extérieure	Moyenne	Intérieure
T <sub>f</sub> (°C)	131	132.8	133.5
$\Delta H_{f} \left( J/g \right)$	110.118	123.12	133.47
X <sub>c</sub> (%)	37.97	42.45	46
L <sub>c</sub> (nm)	18.33	21.01	22.35

Tableau IV.1: Valeurs des paramètres physiques

La température de fusion de la couche extérieure est de 131°C qui reste largement inférieure à celles des couches moyenne et interne (respectivement: 132,8°C et 133,5 °C). Il ressort de ces résultats que la température de fusion est fonction de la perfection des cristallites qui évolue de la couche externe vers la couche interne au niveau morphologique.

Les taux de cristallinité mesurés à travers la paroi de tube HDPE-100 (couche extérieure, couche moyenne et couche intérieure) sont compris entre 37.97 et 46%. La variation entre la paroi interne et la paroi externe du tube de celui ci peut s'expliquer par le fait que le refroidissement dans la paroi interne se fait moins rapidement que sur la surface externe des tubes lors du procédé d'extrusion utilisé lors de la fabrication des tubes. Ce résultat est en bonne accord avec ceux de Ben Hamouda [11] qui a montré que le taux de cristallinité dans un tube de polyéthylène de haute densité est plus ou moins constant dans l'épaisseur.

Néanmoins, une chute est détectée à proximité de la paroi externe du tube due à la température moyenne de la matière en sortie de filière, la vitesse de tirage, la température de l'eau de refroidissement et la dépression de calibrage des conditions d'extrusion.

Les valeurs obtenues de l'épaisseur cristalline pour la couche extérieure et intérieure sont respectivement 18.33, 22.35 nm soit une augmentation environ de 18% de l'intérieur du tube. Cela est probablement dû au gradient de température généré lors de la fabrication du tube à partir de la matière fondue. L'épaisseur cristalline est autant plus élevée que la vitesse de refroidissement est faible.

La taille, la distribution, et les changements morphologiques dans les sphérolites varient avec l'histoire thermique et les agents de nucléation [12,13]. Au cours d'un procédé de mise en œuvre, les différentes conditions de refroidissement locales peuvent conduire à différentes morphologies au niveau de l'épaisseur de l'échantillon. Dans les zones de refroidissement rapide on obtient plutôt une microstructure à sphérolites de très petite taille ou non sphérolitique à un faible taux de cristallinité. En revanche, pour les zones de refroidissement lent, la microstructure comprend des sphérolites plus grosses avec la présence de vides, le taux de cristallinité ayant un profil plus uniforme [11,14]. L'épaisseur des lamelles n'ont pas forcément la même épaisseur car elles ne sont pas toutes formées dans les mêmes conditions (temps, température). Selon Wunderlich [15] et Schultz [16], la cristallisation évolue en deux temps. L'épaisseur du cristal est alors déterminée dès la phase de germination. Ensuite, selon les conditions de cristallisation, un processus d'épaississement des cristallites peut avoir lieu.

## IV.3.2. Diffraction des rayons X

## IV.3.2.1. Résultats et discussions

La figure IV.3 montre le spectre de diffraction des trois couches (intérieure, moyenne et extérieure). Les pics de diffraction caractérisés par le plan (110) et plan (200) de l'échantillon dans les trois couches, une légère différence dans leurs intensités pour les différentes parties. L'intensité plus forte apparaît dans les couches intérieure et intermédiaire, ce qui conduit à dire que les cristaux sont plus parfaits dans la couche intérieure et moyenne.



Figure IV.3: Diffractogrammes RX des couches du HDPE-100

## **IV.4.** Caractérisation mécanique

L'essai de traction uni-axiale est un essai mécanique très classique qui permet d'obtenir la courbe contrainte en fonction de la déformation et donc de déterminer le comportement mécanique dans sa phase élastique et plastique. En se basant sur la courbe de traction on peut alors mesurer les paramètres mécaniques suivants:

- Le module d'élasticité;
- La limite d'élasticité;
- ➤ La limite à la rupture;
- L'allongement à la rupture;

Bien que les études expérimentales sur le comportement du PE100 soient nombreuses, l'analyse du comportement et des propriétés de ce matériau continue de faire encore l'objet de plusieurs travaux. Pour établir un modèle unique ou une loi générale qui le définit est très difficile. En raison de, sa sensibilité d'une part, aux influences extérieures, telles que la température, le type de sollicitation, la vitesse de déformation, les radiations UV et les agents chimiques et d'autre part ses paramètres structuraux, comme, le taux de cristallinité, la masse moléculaire.....etc.

## IV.4.1. Déroulement des essais

Avec les conditions retenues dans le chapitre II, les éprouvettes de caractérisation standards prélevées dans les deux sens longitudinal, L et transversal, T sont conditionnées selon la norme NFT 51–014, la vitesse d'essai est réglée à 100 mm/min conformément à la norme NFT 51–074; et elles sont testées jusqu'à rupture.

#### IV.4.2. Résultats et discussions

## IV.4.2. 1. Influence de l'épaisseur de la paroi

Le comportement mécanique du HDPE-100 sous une sollicitation de traction uniaxile présenté par la courbe contrainte-déformation à vitesse constante (figure IV.4) montre plusieurs stades [19]:

La première région (I), il s'agit de la déformation élastique réversible du matériau due à la phase amorphe, du fait que le module d'élasticité de cette phase est faible par rapport à la phase cristalline. Dans cette zone la contrainte augmente avec l'augmentation de la déformation d'une façon linéaire au début de la courbe, puis une perte de linéarité jusqu'au point d'écoulement qui correspond au seuil de plasticité déterminé par la contrainte d'écoulement (point 1). Cette perte de linéarité est due à un début de réorganisation structurale liée à des changements conformationnels et à des effets viscoélastiques [20] suivie d'une diminution brusque de la contrainte portion (1-2), à ce stade il y a initiation d'une striction jusqu'à stabilisation.

La deuxième région (II) est caractérisée par une déformation plastique, qui se produit à contrainte plus au moins constante, ce palier est dû essentiellement à la propagation de la striction le long de l'échantillon jusqu'au taux naturel de déformation, aussi à une réorientation à grande échelle des chaînes macromoléculaires amorphes, des lamelles cristallines et au glissement des molécules par bandes de cisaillement [21]. La microstructure initialement lamellaire se transforme en microstructure fibrillaire: les lamelles se fragmentent en petits blocs cristallins, pontés par des molécules. On parle alors de transformation fibrillaire.

Avant rupture, la courbe contrainte-déformation monte jusqu'au point 4 (**troisième région**). Le durcissement croissant du HDPE est lié à la formation d'une texture d'orientation de lamelles cristallines, consécutive à leur rotation plastique sous l'effet du cisaillement intra-cristallin d'après G'sell et all [22]. Cette situation peut être expliquée également par le fait que, lorsque les chaînes sont complètement étirées, la seule déformation possible réside dans l'extension des liaisons entre atomes et la distorsion des angles de valence, nécessitant beaucoup d'énergie [23]. La rupture intervient quand on atteint les caractéristiques à rupture des chaînes macromoléculaires.



Déformation nominale, E (%)

Figure IV.4: Courbes contrainte-déformation du HDPE-100

pour V=100 mm/min

Afin d'étayer les variations dans la paroi du tube, la comparaison de courbes ( $\sigma$ - $\varepsilon$ ) correspondant à toutes les positions moyennes (couches extérieure, moyenne et intérieure) et pour deux vitesses V=100 et 10 mm/min sont illustrées dans la figure IV.5. Ces courbes sont globalement similaires et les 3 zones observées sont préservées. En plus, il est remarqué qu'une tendance est établie à mesure que les courbes évoluent de la couche intérieure vers l'extérieure. Le tableau IV.2 regroupe les valeurs expérimentales moyennes des caractéristiques mécaniques essentielles. Le module d'élasticités est calculé dans un intervalle de déformation de [0,05-0,25] % selon la norme ISO 527-1: 1993 (F). Il est observé que les valeurs des modules d'élasticités E et des contraintes aux seuils d'écoulement  $\sigma_e$ diminuent de l'intérieur vers l'extérieur du tube (à travers la paroi). Par contre, une augmentation de la déformation au seuil d'écoulement de l'intérieur vers l'extérieur est notée. Ces propriétés mécaniques sont en bon accord avec celles trouvées dans la littérature [24,25]. Ceci est expliqué par l'évolution de la cristallinité puisque le processus de fabrication implique un refroidissement différentiel et aussi une génération de contraintes résiduelles. La vitesse de refroidissement des polymères fondus a une influence prépondérante sur la valeur du taux de cristallinité. Le taux sera d'autant plus faible que la vitesse de refroidissement est élevée. Cette propriété est liée à la cinétique de cristallisation. La vitesse de croissance varie avec la température et lorsque le produit est refroidi très rapidement, la structure cristalline n'a pas le temps de croître. En outre, la surface intérieure a eu suffisamment de temps pour se refroidir par convection libre. La plupart des équations prévoient une augmentation de E et de  $\sigma$ y avec la cristallinité mais dans ce cas, il est impératif de souligner que le cas du cylindre est différent car un gradient de température contrôle le système thermodynamique transitoire pendant le refroidissement [26, 27]. De nombreuses recherches [28-30] ont montré que la cristallinité a une grande influence sur les propriétés mécaniques.

Cette variation est attribuée aussi à la répartition des contraintes résiduelles à travers l'épaisseur du tube. Dans le cas des tubes extrudés, il est admis que les contraintes résiduelles et les variations de la morphologie sont les conséquences du processus de fabrication qui nécessite des dimensions géométriques homogènes en termes de diamètre et d'épaisseur, ceci impose un refroidissement rapide. En conséquence, la couche extérieure contient des contraintes de compression par contre sur la couche intérieure se développent des contraintes de traction.



Figure IV.5: Évolution des courbes contrainte- déformation à travers la paroi du tube sens longitudinal, pour V=100 et 10 mm/min

Tableau IV.2:	Quelques	caractéristiques	mécaniques,	sens longitudinal
---------------	----------	------------------	-------------	-------------------

	Couche		
<b>Propriétés</b> V= 10 mm/min	Intérieure	Moyenne	Extérieure
E (N/mm <sup>2</sup> )	1077	997	867
$\sigma_y (N/mm^2)$	22	21	20
<b>ε</b> <sub>y</sub> (%)	8	7.8	9.6
$\sigma_{Rup} (N/mm^2)$	28.87	27.87	30
$\epsilon_{\rm Rup}$ (%)	525	521	577

La figure (IV.6 a-c) illustre l'évolution de la réponse du matériau sous une sollicitation de traction uniaxile du tube HDPE dans les deux directions (sens longitudinal (L) et circonférentiel (T), à une vitesse de chargement constante.

La superposition des courbes de comportement mécanique contraintedéformation ( $\sigma$ - $\mathcal{E}$ ) (figure IV.6c) fait apparaître la forte dépendance des caractéristiques mécaniques au sens de prélèvement des éprouvettes. Les valeurs des propriétés mécaniques sont récapitulées dans le tableau IV.3. Il ressort de ces résultats que les valeurs du module (E) et la contrainte au seuil d'écoulement ( $\sigma_y$ ) sont plus élevées dans la direction longitudinale que dans la direction circonférentielle. Cela signifie que le HDPE est plus résistant dans la direction d'extrusion. Les déformations à la rupture ( $\varepsilon_{Rup}$ ) dans les deux directions sont proches. L'anisotropie dans les propriétés mécaniques en traction du tube en polyéthylène résulte peut être de l'orientation de la phase cristalline dans le tube. Ce phénomène est constaté dans l'étude d'Alimi et al [24].



**Figure IV.6:** Courbes contrainte-déformation nominale dans les deux directions longitudinale et transversale

Couche extérieure	Sens		
Propriétés, V= 10 mm/min	Longitudinal, L	Circonférentiel, T	
E (N/mm <sup>2</sup> )	867	612.67	
$\sigma_y (N/mm^2)$	20	18.56	
<b>ε</b> <sub>y</sub> (%)	9.6	9.47	
$\sigma_{Rup} (N/mm^2)$	30	26.27	
$\mathcal{E}_{Rup}$ (%)	577	552.21	

**Tableau IV.3**: Quelques caractéristiques mécaniques

# IV.4.2.2. Effet de la vitesse sur les caractéristiques mécaniques

Une série d'expériences est consacrée à l'étude de l'influence de la vitesse de déformation sur les propriétés mécaniques du matériau étudié, les essais sont réalisés sur des éprouvettes prélevées dans le sens longitudinal. Elles sont soumises à un étirement uniaxial dans une gamme de vitesses de 10<sup>-3</sup>, 5x10<sup>-3</sup> et 10<sup>-2</sup> S<sup>-1</sup>. L'évolution des propriétés mécaniques en fonction de la vitesse de chargement figure (IV.7-9) montre d'une manière précise l'effet de la vitesse de chargement sur les caractéristiques mécaniques de ce matériau. Ces variations sont attribuées au caractère viscoélastique régissant le comportement mécanique des polymères, qui ne dépend pas seulement de la température mais aussi du temps d'application de la charge [31].

Les résultats indiquent que le module d'élasticité E et la contrainte d'écoulement  $\sigma y$  (figures IV.7 et IV.9), augmentent avec l'augmentation de la vitesse de déformation, cela est confirmé pour les trois couches (intérieure, moyenne et extérieure) testées. Une diminution remarquable des deux propriétés en allant de l'intérieur vers les couches externes. Ces constatations peuvent êtres liées au fait qu'à faible vitesse et à température constante, la réorganisation macromoléculaire est plus facile qu'à grande vitesse, la facilité croissante avec laquelle les macromolécules glissent les unes par rapport aux autres conduits à la diminution de la valeur enregistrée du module [32].

La nature du comportement provient du rapport entre la durée de sollicitation et le temps de mouvement propre de la matière. Si le temps de mouvement propre est très supérieur à la durée de sollicitation (le matériau est en dessous de la température de sa transition vitreuse ou bien la sollicitation est rapide). Le matériau présente alors un comportement rigide et fragile. Inversement, si le temps de mouvement propre est très inférieur à la durée de sollicitation (le matériau est au-dessus de la température de sa transition vitreuse ou bien la sollicitation vitreuse ou bien la sollicitation (le matériau est au-dessus de la température de sa transition vitreuse ou bien la sollicitation est très lente), le matériau présente alors un comportement souple et ductile [33].



Figure IV.7: Évolution du module d'élasticité en fonction de la vitesse



Figure IV.8: Effet de la vitesse de déformation sur la contrainte limite élastique



Figure IV.9: Évolution de la déformation au seuil d'écoulement en fonction de la vitesse

# **IV.5.** Conclusion

Cette étude a permis d'étudier la distribution des propriétés physiques et mécaniques à travers la paroi du tube de gaz en HDPE-100. Il est constaté que:

- la température de fusion dépend de la taille des lamelles cristallines.
- L'analyse calorimétrique différentielle (DSC) a permis de comparer les échantillons dans leur état initial tels qu'ils sont testés. Les mesures des taux de cristallinité, les températures de fusion et l'épaisseur des lamelles cristallines à différents endroits dans l'épaisseur présentent une légère différence en fonction de la position. Ceci nous conduit à dire qu'un gradient de microstructure dans notre matériau HDPE-100.
- Les propriétés mécaniques et thermiques du PE dépendent de manière significative de la structure cristalline. Donc les conditions de mise en œuvre du matériau jouent un rôle important sur le taux de cristallinité dans la paroi de tubes de PE.
- L'augmentation du module d'élasticité et de la contrainte au seuil d'écoulement de l'extérieure vers l'intérieure est notée. Ces paramètres sont aussi influencés par la vitesse de déformation.

#### Références

- L. Hubert, R. Séguéla, G. Vigier, C.Degoulet, Y. Germain, Physical and mechanical properties of polyethylene for pipes in relation to molecular architecture, Part I, Polymer, 2001, 42, 8425–8434.
- [2] S. Humbert, Influence de la topologie moléculaire et de la microstructure sur les propriétés mécaniques des Polyéthylènes, Thèse, Université INSA de Lyon, 2009
- [3] F. Addiego, caractérisation de la variation volumique du polyéthylène au cours de la déformation plastique en traction et en fluage, 2006.
- [4] B.Wunderlich, Macromolecular Physics. Academic Press, New York, 1980.
- [5] C. Devilliers, Dégradation chimique du PE et influence sur le comportement, l'endommagement et la rupture en fluage: Application à la durabilité d'une canalisation sous pression, Thèse, École nationale supérieure des mines de Paris, 2011.
- [6] O Darras, R. Séguéla, Surface free energy of the chain-folding crystal faces of ethylene-butene random copolymers. Polymer, 1993, 34, 2946–2950.
- [7] M. Nie, Q. Wang, S. Bing Bai, Z. Li, A. Huang, The Formation and Evolution of Hierarchical structure of Polyethylene Pipe during Extrusion Processing, Journal of Macromolecular Science, Part B: Physics, 2014, 53, 205–216.
- [8] J. D. Hoffman, Role of repetition in the rate of crystallization of polyethylene fractions from the melt. Polymer, 1982, 23, 656.
- [9] J. D.Hoffman, R. L. Miller, Kinetic of crystallization from the melt and chain folding in polyethylene fractions revisited: theory and experiment, Polymer, 1997, 38, 3151.
- [10] Crist Buckley, Christopher J Fisher, Paul R Howard, Mechanical properties of model polyethylenes: tensile elastic modulus and yield stress. Macromolecules, 1989, 22, 1709–1718.
- [11]. H.B.H. Hamouda, Endommagement et fissuration en fluage de polyéthylène extrudés: approche locale-approche globale, Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris, 2000.

- [12] J.M. Schultz, Microstructural aspects of failure in semicrystalline polymers, Polymer engineering and science, 1984, 24, 770–785.
- [13]. N. Brown, I.M. Ward, The influence of morphology and molecular weight on ductile-brittle transitions in linear polyethylene, Journal of materials science, 1983, 18, 1405–1420.
- [14] K. Friedrich, Crazes and shear bands in semi-crystalline thermoplastics, Advances in polymer science, 1983, 52/53, 225–274.
- [15] B.Wunderlich, Macromolecular physics, vol 1: crystal structure, morphology, defects. New York: Academic Press, 388, 1973.
- [16] J. M. Schultz, Microstructural aspects of failure in semicrystalline polymers. Polymer Engineering & Science, 1984, 24, 770–785.
- [17] J. Cazenave, Sur le compromis rigidité/durabilité du Polyéthylène Haute Densité en relation avec la structure de chaîne, la microstructure et la topologie moléculaire issues de la cristallisation. Ecole Doctorale de Lyon, INSA, 2005.
- [18] E. L. Alexandre, X-Ray Diffraction Methods in Polymer Science, John Wiley & Sons, 1969.
- [19] E. Serge, Introduction à la physique des polymères, Dunod Edition, 2002.
- [20] A. Peterlin, Molecular model of drawing polyethylene and polypropylene, Journal of materials science, 1971b, 6, 490–508.
- [21] V. Ferreiro, Y. Pennec, R.Seguela, G. Coulon, Shear banding in polyamide 6 films as revealed by atomic force microscopy, Polymer, 2000, 41,1561– 1569.
- [22] C. G'Sell, A. Dahou, F.X. Royer, M.J. Philippe, Influence of the amorphous matrix on the plastic hardening at large strain of semi-crystalline polymers, Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering, 1999, 7, 817–828.
- [23] M.Carrega et coll., Matériaux industriels: Matériaux Polymères, Dunod, Paris, 2000.

- [24] L. Alimi, W. Ghabeche, W. Chaoui, K. Chaoui, Mechanical properties study in extruded HDPE-80 pipe wall used for natural gas distribution, Matériaux & Techniques, 2011, 100, 79–86.
- [25] N. Kiass, R. Khelif, L. Boulanour, K. Chaoui, Experimental Approach to Mechanical Property Variability through a High-density Polyethylene Gas Pipe Wall, J. Appl. Polymer Sci., 2005,97, 272–281.
- [26] J.M. Schultz, Polymer Materials Science, Prentice-Hall International Series, New Jersey, Chap. 11, 1974.
- [27] S.G. Luckey Jr, J.M. Henslaw, C. Dewan, G.M. Eltanany, D. Teers, Engineering Failure Analysis, 2001, 8, 361–370.
- [28] Thomas R. Kratochvilla, H. d. Muschik, determination of slow crack growth with media-tensile creep tests Influencing parameters and comparability, 7<sup>th</sup> Austrian Polymer Meeting 4-6.juli 2005 TU-Graz.
- [29] D.S. Li, the role of crystallinity in the crystallographic texture evolution of polyethylenes during tensile deformation, Polymer, 2003, 44, 5355–5367.
- [30] S. Humbert, O. Lame, G.Vigier, Polyethylene yielding behaviour: What is behind the correlation between yield stress and crystallinity, Polymer, 2009, 50, 3755–3761.
- [31] G.Chretien, D.Hatat, Initiation aux plastiques et aux composites, Lavoisier technique et documentation, 1990.
- [32] J.P.Trotignon, J.Verdu, A. Dobraczynki, M.Piperaud, Précis matières plastiques, structure, propriétés, mise en œuvre, normalisation, Nathan, Paris, 1996.
- [33] E. Postaire, Les matières plastiques à usage pharmaceutique, Lavoisier technique et documentation, 1991.

# V.1. Introduction

La rupture est un mode de défaillance gouverné par la fissuration (créée, amorcée et propagée). Elle est donc fortement influencée par la présence de microfissures, de pores, d'inclusions de particules fragiles (défauts internes) et par la présence d'entailles résultants de défauts de fabrication ou de conception. La théorie de la mécanique de la rupture est un moyen pour estimer la stabilité des fissures qui peuvent survenir à cause des défauts. Elle permet de prévoir l'évolution de la fissure jusqu'à la ruine de la structure. Suivant le niveau de ductilité du matériau, le comportement à la rupture est analysé à l'aide des concepts de la mécanique linéaire-élastique de la rupture (LEFM: Linear Elastic Fracture Mechanics) et la mécanique élasto-plastique de la rupture (EPFM: Elastic-Plastic Fracture Mechanics), comme l'intégrale J, CTOD (i.e. Crack-tipopening displacement) ou la méthode "Essential Work of Fracture" (EWF). Ces méthodes ont été développées pour caractériser la résistance à la rupture des matériaux. Ces concepts sont maintenant couramment utilisés pour examiner la ténacité des matériaux. Selon ces approches, le processus de rupture est supposé provenir de défauts préexistants. Développé à l'origine dans le cadre de l'élasticité linéaire, le concept de l'intégrale J [1,2] a été étendu à l'élasticité non linéaire et donc utilisé pour résoudre les problèmes de rupture des matériaux ductiles.

Au cours des quatre dernières décennies, la compréhension de la rupture des matériaux de tubes thermoplastiques a fait l'objet de plusieurs études [3,4]. Certains auteurs [5-9] ont étudié les problèmes de rupture du tube HDPE à travers la quantification de l'intégrale J par des méthodes expérimentales et de simulations numériques, en tenant compte de la géométrie de l'éprouvette, la forme de l'entaille ainsi que le type de sollicitation. Lorsqu'il s'agit de ruptures élasto-plastiques, le problème revient à quantifier l'énergie disponible pour la rupture et celle dépensée en déformation irréversible. Si la déformation est confinée dans le ligament et en utilisant l'interprétation énergétique de J, ce paramètre pourrait être utilisé pour décrire une telle rupture.

En effet, sous de telles hypothèses, Plusieurs méthodes expérimentales ont été développées pour la détermination de la résistance à la fissuration (méthodes multi-échantillons [10] ou des méthodes à un seul échantillon) liées à des solutions analytiques permettant de déterminer ce paramètre [11]. Différentes valeurs critiques de J notées  $J_{IC}$  sont proposées dans la littérature pour le HDPE s'échelonnant de 1.7 jusqu'à 51 kJ/m<sup>2</sup>.

L'objectif de ce chapitre est d'évaluer expérimentalement et numériquement, la valeur de  $J_{IC}$  à travers la paroi d'un tube de gaz en HDPE-100. Afin de l'explorer d'une part, s'il y a une évolution de la résistance à la fissuration induite par le procédé d'extrusion, qui est connu pour générer des variances morphologiques. D'autre part si le degré de criticité de la position de la fissure sur la ténacité ainsi que l'effet de la vitesse. L'investigation est réalisée en utilisant l'approches de la mécanique de la rupture, l'intégrale J.

## **IV.2. Base théorique**

L'intégrale J est une approche énergétique développée en premier lieu par Rice et Cherepanov [1,2] pour les matériaux élastiques et être étendue plus tard à la caractérisation des ruptures ductiles des alliages métalliques [12,13]. Après, elle a été appliquée pour analyser la rupture des polymères [14]. Ce concept d'énergie est à l'origine d'une intégrale de contour indépendante de la trajectoire donnée pour les problèmes 2D décrits par l'équation I.10 (voir chapitre I paragraphe I.9).

L'intégrale J, sous l'hypothèse élastique, est la diminution d'énergie potentielle par unité de surface requise pour créer des nouvelles surfaces. Cette interprétation de l'énergie de J peut s'écrire sous la forme suivante:

$$J = -\frac{1}{B}\frac{dU}{da}$$
(V.1)

Où B est l'épaisseur de l'échantillon, a longueur de la fissure et U est l'énergie potentielle. Pour la rupture ductile, l'énergie potentielle est remplacée par le travail total (c'est-à-dire l'aire sous la courbe charge-déplacement).

Cette interprétation énergétique de J est le point de départ de toutes les méthodes expérimentales de détermination de ce paramètre.

En toute rigueur, il n'y a pas équivalence automatique entre l'intégrale et le paramètre énergétique J. Cela se vérifie uniquement dans le cas où les champs de déformations et de contraintes sont gouvernés par l'intégrale. Le paramètre J, définie par la relation (V.1), est approchée dans cette étude par la méthode de Begley-Landes [10] qui ont introduit leur technique dite multi-échantillon.

## IV.2.1. Méthode de Begley et Landes

Avec l'hypothèse de réversible, la variation d'énergie potentielle peut être définie alternativement, soit à partir de l'énergie de déformation U à déplacement d constant (énergie absorbée), soit en utilisant l'énergie complémentaire U\* à charge P constante.

$$J = -\frac{dU}{dA} \begin{vmatrix} d = \text{constante} \\ Ou \\ J = -\frac{dU^*}{dA} \end{vmatrix} p = \text{constante}$$
(V.2)

Begley et Landes ont proposé une méthode originale pour l'évaluation de l'intégrale J. Cette méthode se résume en:

1- Obtention des courbes fonce-déplacement pour plusieurs éprouvettes identiques ayant des longueurs de fissures différentes (a<sub>1</sub>, a<sub>2</sub>, a<sub>3</sub>,.a<sub>4</sub>.....) figure (V.1a).

2- Détermination ensuite, pour différentes valeurs du déplacement d, l'énergie par unité d'épaisseur U/B ( $d_j$ ,  $a_i$ ) pour les déplacements  $d_j$ . Les couples de points (U/B( $d_j$ ,  $a_i$ ),  $a_i$ ) sont reportés sur la figure (V.1b).

3- Les points expérimentaux sont lissés par des courbes. J est ainsi directement donné par l'inverse des pentes de ces courbes pour chaque déplacement d<sub>j</sub>. On donne ainsi l'évolution de J en fonction du déplacement (figure V.1c).



Figure V.1: Schématisation de la méthode de Begley et Landes

## V.3. Procédure expérimentale

# V.3.1. Matériau

Les spécimens de cette étude sont découpés à partir d'un tube en HDPE de grade 100, de diamètre 200 et ayant un SDR 17, destiné au transport de gaz naturel décrit dans le chapitre II.

## V.4. Détermination expérimentale de la ténacité

Les éprouvettes à entaille latérale (SENT) de dimensions 120x20x3mm<sup>3</sup> sont utilisées pour cette étude. Les essais de rupture ont été effectués à la température ambiante et à une vitesse de 10 mm/min.

## V.4.1. Résultats et discussions

#### V.4.1.1. Evolution de la ténacité à travers la paroi

Les figures (V.2a, V.6a et V.10a) montrent les courbes expérimentales charge-déplacement obtenues lors d'un essai de traction à vitesse constante pour différentes longueurs de fissure et pour différentes couches (intérieure, moyenne et extérieure). Les courbes ont la même allure, la forme de ces courbes confirme une rupture ductile du HDPE-100. Dans ce mode de rupture la courbe force-déplacement indique une charge qui décroît lentement au delà d'une force maximale, ce qui implique que la propagation de la fissure est généralement stable et se propage dans le sens perpendiculaire à la charge appliquée avec un amincissement prononcé (Thinning).

La force maximale diminue quand la profondeur de la fissure augmente. L'allure des courbes ne change pas quand la longueur du ligament diminue. Cela signifie que le mode de rupture des éprouvettes est indépendant de la longueur du ligament.

A partir des figures (V.2b, V.6b et V.10b), l'énergie de déformation potentielle (U à déplacement donné) est calculée jusqu'à la valeur du déplacement critique (point d'amorcage de la fissure). Dans ce cas de figure, il est approximé par le point de la charge maximale. Il est à noter que pour chaque couche correspond un déplacement minimal d'amorçage de la fissure, correspondant au plus petit ligament. Les déplacements critiques montrés sur les figures (V.3, V.7 et V.11) correspondant aux courbes charge-déplacement et cela pour chaque couche. Ensuite, les courbes d'énergie par unité d'épaisseur en fonction de la longueur de la fissure pour chaque déplacement d sont construites comme indiqué dans les figures (V.4, V.8 et V.12). Les courbes obtenues sont lissées par des fonctions linéaires. Les pentes de ces courbes permettent de tracer la variation du paramètre J en fonction de l'incrément d comme illustré dans les figures (V.5, V.9 et V.13). Les courbes du paramètre J en fonction de déplacement présentent une forme exponentielle. Les valeurs de J<sub>IC</sub> obtenues pour les couches intérieure, moyenne et extérieure sont respectivement 35.80, 40.66 et 44.72 kJ/m<sup>2</sup>. Il ressort de ces valeurs des ténacités expérimentales que la couche extérieure résiste mieux à la propagation de la fissuration par rapport à la couche intérieure. Ce résultat peut être expliqué d'une part par la densité des molécules de liaison (transmetteurs de contraintes) qui joue un rôle primordial dans les propriétés mécaniques du polyéthylène. Séguéla a montré dans son travail [15] que les molécules de liaison transmettent les contraintes entre la phase amorphe et la phase cristalline. Aussi, ces molécules de liaison sont responsables de l'allongement élevé, de la ténacité et de la résistance aux chocs exceptionnelles et de la bonne résistance à la propagation lente de la fissure (SCG). En outre, plus la cristallisation est rapide, plus la densité des molécules liens (Ties molecules) est élevée.

A l'inverse, une cristallisation lente à partir du fondu permet un meilleur repliement des chaînes et une meilleure organisation de la structure. Ainsi, peu de lamelles croissent en parallèle et donc les molécules ont peu de chance de traverser deux lamelles voisines. Cela a pour conséquence de réduire fortement la densité des molécules liens [16,17]. D'après Lu et Brown [18], la densité des molécules de liaison augmente dès lors que l'épaisseur cristalline diminue. Par conséquent, le nombre de molécules de liaison contrôle le taux de propagation lente de fissure (SCG) et implique le désenchevêtrement des fibrilles dans la craquelure. Dans son travail [19], L. Hubert montre que la cristallisation isotherme à haute température a un effet néfaste sur la formation des molécules de liaison, à cause d'un meilleur repliement régulier. En outre, la valeur de l'épaisseur cristalline est d'autant plus élevée que la vitesse de refroidissement est faible, à partir du fondu. Il a été souligné que le nombre de liaisons moléculaires est important pour déterminer la vitesse de la propagation de fissure [17]. Min Nie et al. [20] ont étudié la formation et l'évolution de la structure hiérarchique du tube en polyéthylène lors de procédé d'extrusion. Ils ont montré que le refroidissement lent de la paroi intérieure conduit à la création d'une faible densité des molécules de liaison, et par conséquent une moindre résistance à la propagation lente de fissure. Cette zone subit des contraintes circonférentielles plus élevées, elle est considérée comme un point faible dans l'application de tube en PE. C'est-à-dire que les fissures, s'initient à l'intérieur de la paroi, puis traversent l'épaisseur du tube pour qu'elles se propagent dans la direction longitudinale.

Il est connu que le HDPE possède une grande proportion de régions cristallines que d'autres PE. L'étendue de ces régions et leur distribution sont déterminantes pour la limite élastique et la résistance sous contrainte environnementale [21,22]. De ce fait la relation entre le taux de restitution d'énergie critique ( $J_{Ic}$ ) et le taux de cristallinité (Xc) du polymère reste un aspect intéressant à étudier.

114

Dans la littérature actuelle, il n'y a pas de données spécifiques sur cette question relatives aux nouvelles et résistantes résines HDPE-100<sup>+</sup> utilisées dans les tubes de gaz, mais des études sur d'autres matériaux polymères indiquent une étroite influence entre ces deux propriétés [18,23-27]. En effet, dans le cas du polymère biodégradable PLA (acide polylactique ), il a été observé qu'en fonction de la cristallinité qui augmente K<sub>IC</sub> quasi-statique décroit alors que K<sub>IC</sub> obtenu par impact augmente [23]. Dans une variété de PE (homo et copolymères couvrant une large étendue de masse moléculaire Mw), une zone d'endommagement avec une fibrillation dense serait responsable de l'absorption d'une quantité importante d'énergie retardant l'initiation de fissures [24]. Pour les biocomposites renforcés de fibres de PLA, la réduction de K<sub>IC</sub> a été attribuée à l'augmentation de Xc [25]. Enfin, pour le cas du polymère UHMWPE (Ultra-High-Molecular-Weight polyethylene ), l'effet de Xc est généralement bien apprécié pour les implants structurels chez les vivants car l'augmentation de la cristallinité réduit les forces de frottements, augmente la résistance aux rayures et cause aussi une amélioration de la dureté et de la résistance à l'usure [26]. Sur le même matériau, la résistance à la propagation de fissures sous fatigue (FCP) est proportionnelle à la cristallinité et encore elle s'améliore davantage si un état de réticulation est ajouté [27]. D'autre part, le rôle des contraintes résiduelles sur la durée de vie des tubes en PE est aussi déterminant: Si les contraintes résiduelles sont compressives (négatives), l'effet est bénéfique car elles activent en réduisant la charge produite par la pression. Cependant, si elles sont de traction (positives), l'effet est défavorable car elles accentuent les contraintes appliquées.

Ces variations de propriétés ont déjà été présentées en termes de propriétés mécaniques usuelles et cette étude montre que l'extension vers d'autres propriétés plus complexes (comme  $J_{IC}$ ) est possible.

Aussi, il est clair que cette étude ouvre les perspectives pour fabriquer des tubes en HDPE en multicouches issues du même matériau et auquel des propriétés spécifiques peuvent être choisies (ou commandées) suivant l'agressivité et la nature du milieu externe et/ou interne.

115



**Figure V.2:** Courbes charge-déplacement couche intérieure, sens longitudinal: a) jusqu'à rupture et b) jusqu'à la charge max pour V= 10 mm/min







# Figure V.4: U/B en fonction de a

pour la couche intérieure



**Figure V.5: J** en fonction de **d** pour la couche intérieure sens longitudinal



Figure V.6: Courbes charge-déplacement couche moyenne, sens longitudinal: a) jusqu'à rupture et b) jusqu'à la charge max pour V= 10 mm/min







Figure V.8: U/B en fonction de a

pour la couche moyenne



Figure V.9: J en fonction de d pour la couche moyenne, sens longitudinal



Figure V.10: Courbes charge-déplacement couche extérieure, sens longitudinal: a) jusqu'à rupture et b) jusqu'à la charge max pour V= 10 mm/min







Figure V.12: U/B en fonction de a

pour la couche extérieure



Figure V.13: J en fonction de d pour la couche extérieure, sens longitudinal

Une séquence d'images retrace le déroulement de l'essai de rupture (figure V.14). L'observation des éprouvettes pendant l'essai a donné les observations des événements successifs suivants: (i) l'ouverture et l'émoussement de l'extrémité initiale de la fissure (figure V.14a) avec émergence d'une zone d'endommagement quasiment triangulaire de couleur blanchâtre, (ii) amorçage de la fissure avant que le ligament ne soit complètement plastifié (figure V.14b), (iii) développement de la plastification en tête de la fissure et précède cette dernière lors de la propagation (figure V.14c), (iv) la plastification complète de la longueur du ligament avec la formation de la striction (figure V.14d) et cisaillement ductile du ligament, (v) étirage plastique et propagation rapide de la fissure (figure V.14e).



**Figure V.14**: Observation de la propagation de la fissure sur une éprouvette SENT lors de l'essai de traction

## V.4.1.2. Effet du sens sur de la ténacité

La figure V.15 montre les courbes expérimentales charge-déplacement pour les éprouvettes prélevées dans le sens circonférentiel, ces dernières ont une allure similaire à celle des éprouvettes longitudinales. On remarque aussi une rupture ductile.

L'écart moyen de la ténacité entre la rupture longitudinale et la rupture transversale, se situe dans l'intervalle de 16.9%. Cette différence est indiquée aussi dans les travaux de Flueler et al. [28]. Lors de son étude de la résistance à la rupture dans des conditions de déformation plane, des tubes plastiques (PVC et PE) dans les orientations L et T, pour différentes vitesses de 5 à 500 mm/min; la variation trouvée et de l'ordre de 5%. La figure V.16 illustre l'évolution de J. La valeur de J<sub>IC</sub> trouvée par la méthode de Begley-Landes des éprouvettes dans

la direction d'extrusion est de 35.8 kJ/m<sup>2</sup> par contre le  $J_{IC}$  des éprouvettes dans la direction circonférentielle est de l'ordre de 29.74 kJ/m<sup>2</sup> seulement. Ceci veut dire que la fissure se propage facilement dans la direction axiale. Cela peut être expliqué par la formation et l'évolution de la structure hiérarchique du tube en polyéthylène. Durant l'extrusion des tubes PE, la contrainte axiale développée par l'extrudeuse oriente les chaînes moléculaires le long de la direction axiale et donne lieu à certaines structures en forme de shish-kebab qui est parallèle à l'axe de sorte que le tube est facilement fissuré le long de la direction axiale [20].



Figure V.15: Courbes charge-déplacement couche intérieure, sens transversal





pour V=10 mm/min

Des observations sur les éprouvettes testées montrent bien le mode de rupture qui est de type non-rompu avec déformation importante de ligament, c'est le cas des éprouvettes longitudinales (Figure V.17a), par contre, une cassure totale pour les éprouvettes transversales (Figure V.17b).



a) Sens longitudinal; L



b) Sens transversal; T



#### V.4.1.3. Effet de la vitesse de chargement sur de la ténacité

Les figures (V.19, V.21 et V.23) montrent l'effet de la vitesse de la traverse sur la ténacité à la rupture,  $J_{IC}$ . D'après ces figures, il est évident qu'en augmentant la vitesse de la traverse, la ténacité à la rupture,  $J_{IC}$ , augmente. Les résultats expérimentaux montrent un pourcentage d'écart de  $J_{IC}$  d'environ 14% dans intervalle de vitesse de la traverse de 10 à 200 mm/min. Le caractère viscoplastique du polyéthylène à haute densité laissait prévoir une influence certaine de la vitesse de la traverse sur la ténacité. À une vitesse de traverse de 200 mm/min, le mode de rupture passe de ductile à fragile (Figure V.22).

Dans la littérature, différents auteurs ont étudié l'effet de la vitesse sur les polymères, on citera: O'Connell et al. [29] ont étudié le mode de rupture d'un certain nombre de polyéthylène dans des conditions de déformation plane. Des échantillons de section carrée, entaillés de tous les côtés, ont été testés en traction jusqu'à la rupture sur une gamme de vitesses de la traverse de 0,005 à 500 mm/min et sous différentes températures de service; 23, 38, 50, 85 et 110°C. Les résultats ont montré que le mode de défaillance peut passer d'une rupture fragile à une rupture ductile en fonction de la vitesse d'essai pour une température constante spécifique.



Figure V.18: Courbes charge-déplacement couche intérieure, sens longitudinal pour V= 50 mm/min



**Figure V.19: J** en fonction de **d** pour la couche intérieure, sens longitudinal pour V= 50 mm/min



Figure V.20: Courbes charge-déplacement couche intérieure, sens longitudinal

pour V=100 mm/min



Figure V.21: J en fonction de d pour la couche intérieure, sens longitudinal

pour V=100 mm/min



Figure V.22: Courbes charge-déplacement couche intérieure, sens longitudinal



Figure V.23: J en fonction de d pour la couche intérieure, sens longitudinal pour V=200 mm/min

La figure V.24 montre les travaux de l'El-Bagory et al. [8] sur des éprouvettes en HDPE forme arc soumises à la flexion trois points. Ces auteurs ont déterminé  $J_{IC}$  par la méthode de la courbe J-R. Ils ont trouvé que la variation de la vitesse de la traverse de 5 à 500 mm/min a un effet signifiant sur la ténacité. Le  $J_{IC}$  atteint une valeur maximale pour une vitesse élevée et pour un faible rapport épaisseur/largeur. Par contre sa valeur est minimale pour une vitesse faible et un rapport épaisseur/largeur élevé.

pour V=200 mm/min



Figure V.24: Valeurs expérimentales de la ténacité pour le HDPE (d'après EL-Bagory et al.[8])

## V.5. Détermination de la ténacité par éléments finis

La ténacité pour deux couches (intérieure et extérieure) sera quantifiée, par la méthode des éléments finis, en utilisant le critère de rupture, l'intégrale J. Ce concept est implémenté dans le code de calcul ABAQUS.

Une étude comparative est effectuée, entre les résultats de rupture expérimentaux et numériques afin de valider la démarche de modélisation.

## V.5.1. Géométrie, conditions aux limites et chargement

La géométrie de l'éprouvette employée dans le calcul par éléments finis utilise les mêmes dimensions, que celles utilisées dans les essais expérimentaux de rupture. Etant donné que la géométrie de l'éprouvette et le chargement sont symétriques un semi modèle est étudié afin de réduire le temps de calcul.

Un ensemble de conditions aux limites est imposé pour mieux décrire les conditions de déroulement de l'essai de rupture (figure V.25):

- Condition de symétrie permettant d'empêcher la translation dans la direction Y et les deux rotations par rapport aux axes x et z du plan de fissure;
- Condition d'élément rigide est imposée à la partie fixée dans le mors mobile de la machine de traction;
- Le déplacement imposé sur le corps rigide, suivant la direction Y, dépend de la vitesse de la traverse;



Figure V.25: Géométrie et conditions aux limites

## V.5.2. Maillage

La simulation numérique en trois dimensions de l'intégrale J est connue délicate, pour des raisons liées au maillage au voisinage de la fissure. Donc, ce qui a nécessité un maillage suffisamment raffiné à proximité de la pointe de la fissure, pour définir correctement la répartition des contraintes et prédire correctement le comportement mécanique au niveau de la zone la plus sollicitée. Le maillage est réalisé sur le logiciel Hypermesh, en utilisant des éléments de type hexaédrique à 20 nœuds (C3D20R), ce type d'éléments a été utilisé dans des travaux antérieurs [5,30]. La figure V.26 montre le maillage d'éléments finis en trois dimensions (EF-3D).


Figure V.26: Maillage en 3D de demi éprouvette SENT

Le premier conteur déclaré dans Abaqus c'est la pointe de la fissure. La direction de l'extension de la fissure virtuelle est définie par la normale au plan de la fissure, comme illustré sur la figure (V.27).



Figure V.27: Direction de l'extension de la fissure

## V.5.3. Matériau

Le HDPE-100 est défini comme un matériau élasto-plastique, ce type de comportement peut approcher avec une précision acceptable l'intégrale J critique du polyéthylène [31]. Les propriétés mécaniques introduites dans le modèle pour la couche intérieure sont: le module de d'élasticité, E = 1270 MPa, la limite élastique,  $\sigma_y = 9.62$  MPa et le coefficient de Poison v = 0.42; par contre pour la couche extérieure le module d'élasticité, E = 983 MPa, la limite élastique,  $\sigma_y = 9.4$  MPa et le coefficient de Poison v = 0.42. Il est à noter que le critère d'endommagement n'est pas introduit dans le modèle, puisque on ne s'intéresse rien qu'à l'amorçage.

#### V.5. 4. Résultats et discussions

Les courbes charge-déplacement obtenues par simulation, pour différentes longueur de fissure allant de 2 à 8 mm, sont comparés aux courbes expérimentales. Vu que, la propagation de fissure n'est pas modélisée et le critère d'endommagement n'est pas près en considération; la comparaison est limitée à la charge maximale. Un bon accord entre les résultats numériques et expérimentaux est constaté et cela pour les deux couches, figures (V.28a-b).



a) Cas de la couche intérieure



b) Cas de la couche extérieure

Figure V.28: Courbes charge-déplacement

L'évolution de l'intégrale J des différents contours, dans le plan normal à la pointe de la fissure, a été étudié pour les deux couches. La figure (V.29a) montre que, l'évolution de l'intégrale J qui dépend du chemin suivi et cela pour les premiers contours. Par contre une convergence est observée à partir du 14<sup>ème</sup> contour, les résultats convergent vers une même valeur de J, figure (V.29b). Cette convergence prouve qu'un bon maillage est adopté.

La valeur de l'intégrale J du premier contour, le plus proche de la singularité, n'est pas prise en considération, du fait que les grandes déformations de cette zone peuvent fausser les résultats [32] et aussi l'énergie dissipée par déformation plastique doit être toujours positive. Ainsi, les valeurs calculées de J augmentent de façon monotone avec la taille du domaine d'évolution. Par conséquent, la valeur la plus élevée de J est la meilleure approximation de la valeur de convergence, chose qui a été constatée par Brocks et Scheider [33].



Figure V.29: Evolution de l'intégrale J en fonction du déplacement de la traverse

Pour pouvoir déterminer la valeur critique de J, une analyse de la distribution des contraintes normales au plan de la fissure est faite le long du ligament (P1-P2), comme le montre les figures (V.30 et V.31) respectivement pour la couche intérieure et extérieure et cela pour différentes profondeurs de fissure. D'après ces figures, l'apparition de la zone d'endommagement (durcissement du fond de fissure) pour la couche intérieure s'aperçoit à partir des déplacements de l'ordre de 2.171,1.672, 1.527, 1.314 et 1.260 mm. Par contre, des déplacements de 3.835, 2.248, 1.636, 1.553 et 1.543 mm pour la couche extérieure et ceci pour des longueurs de fissures allant de 2 à 10 mm.

Pour des raisons conservatrices, la valeur de J critique correspondant à l'apparition de la zone d'endommagement sera considéré comme la résistance à l'initiation de fissure  $J_{IC}$  (en mode I), ceci est un bon indicateur, propre au matériau, de sa résistance à la propagation de la fissure et constitue une mesure de la ténacité du matériau [34]. Ainsi, les valeurs déterminées de  $J_{IC}$  sont reportées sur les figures (V.32 et V.33). Le tableau V.1 récapitule les valeurs trouvées de  $J_{IC}$  en fonction de longueur de fissures.



**Figure V.30:** Distribution de la contrainte d'ouverture normale au plan de la fissure suivant le ligament (P1-P2), pour la couche intérieure



**Figure V.31:** Distribution de la contrainte d'ouverture normale au plan de la fissure suivant le ligament (P1-P2), pour la couche extérieure



Figure V.32: Evolution de l'intégrale J pour différentes longueurs de fissure, dans le cas de la couche intérieure

Déplacement (mm)



Figure V.33: Evolution de l'intégrale J pour différentes longueurs de fissure, dans le cas de la couche extérieure

	Profondeur de fissure (mm)	2	4	6	8	10
Couche intérieure	$J_{IC}$ (k/m <sup>2</sup> )	12.58	11.1200	11.7000	11.468	11.3100
	Déplacement (mm)	2.171	1.672	1.527	1.314	1.260
Couche extérieure	$J_{IC} (kJ/m^2)$	13.4300	11.8800	11.9855	11.7600	11.9000
	Déplacement (mm)	3.835	2.248	1.636	1.553	1.543

Tableau V.1: Valeurs de JIC en fonction des longueurs de fissure

Maintenant, en comparant l'approche expérimentale et numérique tableau V.2, les résultats numériques ont montré une légère différence de  $J_{IC}$  entre la couche intérieure et la couche extérieure qui est de l'ordre de 6.3% pour la fissure de 2 mm. Par contre, l'écart est de l'ordre de 19.95% entre la couche intérieure et la couche extérieure pour les résultats expérimentaux.

Cela peut être justifié d'une part par, la méthode de Begley et Landes adoptée dans ce travail qui nécessite la connaissance du point critique d'amorçage de la fissure. Celui-ci a été assimilé au point de la charge maximale alors que le point s'effectue avant que la charge maximale ne soit atteinte et d'autre part les contraintes résiduelles dans le modèle numérique ne sont pas prises en considération. Le HDPE est en fait un matériau viscoélastique-plastique, alors que dans le modèle numérique il est décrit comme un élasto-plastique qui peut entraîner une sous estimation des propriétés du HDPE.

Suite à cette divergence, le  $J_{IC}$  a été recalculé par la méthode de Begley et Landes en considérant cette fois ci les déplacements critiques obtenus numériquement (1.260 mm pour la couche intérieure et 1.543 mm pour la couche extérieure ) et a donné 5.57 kJ/m<sup>2</sup> et 12.11 kJ/m<sup>2</sup> pour l'intérieure et l'extérieure respectivement, donc un écart de 50% est constaté.

Couche	Expérin	mentale	Numérique		
	dc (mm)	$J_{IC} (kJ/m^2)$	dc (mm)	$J_{IC}$ (kJ/m <sup>2</sup> )	
Intérieure	3.20	35.8	2.717	12.58	
Moyenne	3.25	40.66	-	-	
Extérieure	3.75	44.72	3.83	13.43	

Tableau V.2: Comparaison des valeurs de JIC expérimentales et numériques

# V.6. Conclusion

Cette étude a permis d'étudier la distribution de la ténacité à travers la paroi du tube en HDPE-100 (gaz). Elle nous a permis de dégager les conclusions suivantes:

- La ténacité augmente de intérieure vers l'extérieur.
- Le mécanisme de rupture constaté dans les 2 cas ductile.
- Le mode de rupture est indépendant de la longueur du ligament initial dans l'éprouvette.
- Une nette augmentation de J dans le sens L a été enregistrée par rapport au sens T.
- L'effet de la vitesse de chargement est remarquable sur la ténacité.
  Cette dernière diminuait en diminuant la vitesse de la traverse.
- La méthode des éléments finis basée sur le calcul de l'intégrale J a été utilisée pour analyser le comportement de rupture du HDPE-100.
- Un écart important a été constaté, entre les valeurs expérimentales et celles obtenues par simulation.

# Références

- [1] J.R. Rice, A path independent integral and the approximate analysis of strain concentration by notches and cracks. J. Appl. Mech. 1968, 35, 379–386.
- [2] G.P. Cherepanov, Cracks in solids, Inter. J. Solids Struct., 1968, 4, 811-831.
- [3] K. Tonyali, H.R. Brown, On the applicability of linear elastic fracture mechanics to environmental stress cracking of low density polyethylene, J. Mater. Sci., 1986, 21, 3116–3124.
- [4] J.C. Boot, I.L. Toropova, Polyethylene thin-walled linings for water mains: development of structural design guidelines, Tunneling and Underground Space Technology, 1999, 14, 13–28.
- [5] A. Benhamena, L. Aminallah, B. Bachir Bouiadjra, M. Benguediab, A. Amrouche, N. benseddiq, J integral solution for semi-elliptical surface crack in high density poly-ethylene pipe under bending, Material and Design, 2010, 32, 2561–2569.

- [6] J.J. strebel, V. Chellappa, A. Moet, Evaluation of JIC for thin polyethylene specimens, Int. J. Fracture , 1991, 48, 47–50.
- [7] M. Elmeguenni, M. Naït-Abdelaziz, F. Zaïri, J. M. Gloaguen, Fracture characterization of high-density polyethylene pipe materials using the Jintegral and the essential work of fracture, Int. J. Fracture, 2013, 83, 119–133.
- [8] M.A.A. Tarek EL-Bagory, E.M. Hossam Sallam, Effect of strain rate, thickness, welding on the J–R curve for polyethylene pipe materials, Theoretical and Applied Fracture Mechanics, 2014, 74, 164–180.
- [9] L.h. Hana, Y.c. Deng, C.d. Liu, The determination of JIC for polyethylene pipe using non-standard arc specimen, International Journal of Pressure Vessels and Piping ,1999, 42, 647–651.
- [10] J.A. Begley, J.D. Landes, The J integral as a fracture criterion, ASTM 514, 1972, 1–20.
- [11] M.K.V. Chan, J.G. Williams, J-integral studies of crack initiation of a tough high density polyethylene. Int. J. Fract. 1983, 19, 45–159.
- [12] J.R. Rice, PC Paris, JG Merkle, Some further results of J-integral analysis and estimates, ASTM 536,1972, 231–243.
- [13] M.H. Sharobeam, J.D. Landes, The load separation criterion and methodology in ductile fracture mechanics, Inter J Fract, 1991, 47, 81–104.
- [14] K. B. Broberg, Critical review of some theories in fracture mechanics, International Journal Fracture Mechanics, 1968, 4, 11–19.
- [15]. R. Seguela, Critical review of the molecular topology of semicrystalline polymers: The origin and assessment of intercrystalline tie molecules and chain entanglements, Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics 2005, 43, 1729–1748.
- [16]. S. Humbert, Influence de la topologie moléculaire et de la microstructure sur les propriétés mécaniques des Polyéthylènes, Thèse, Université INSA de Lyon, 2009.
- [17]. A. Lustiger, N. Ishikawa, An analytical technique for measuring relative tie-molecule concentration in polyethylene, J. Polym.Sci., Part B: Polymer Physics, 1991, 29, 1047–1055.

- [18] X. Lu, R. Qian and N. Brown, the effect of crystallinity on fracture and yielding of polyethylenes, Polymer, 1995, 36, 4239–4244.
- [19] L. Hubert, R. Séguéla, G.Vigier, C. Degoulet, Y. Germain, Physical and mechanical properties of polyethylene for pipes in relation to molecular architecture. I. Microstructure and crystallization kinetics, Polymer, 2001, 42, 8425–8434.
- [20] M. Nie, Q. Wang, S. Bing Bai, Z. Li, A. Huang, The Formation and Evolution of Hierarchical structure of Polyethylene Pipe during Extrusion Processing, Journal of Macromolecular Science, Part B: Physics, 2014, 53, 205–216.
- [21] K. Chaoui, A. Moet, A. Chudnovsky, Strain Gage Analysis of Residual Stress in Plastic Pipes, J. Test. & Eval., JTEVA, ASTM, 16(3), 1988, 286– 290.
- [22] L. Alimi, W. Ghabeche, W. Chaoui, K. Chaoui, Mechanical properties study in extruded HDPE-80 pipe wall used for natural gas distribution, Matériaux & Techniques, 2012, 100, 79–86.
- [23] S. D. Park, M. Todo, K. Arakawa, M. Koganemaru, Effect of crystallinity and loading-rate on mode I fracture behavior of poly(lactic acid), Polymer, 2006, 47, 1357–1363.
- [24] A.D. Channell, E.Q. Clutton, The effects of short chain branching and molecular weight on the impact fracture toughness of polyethylene, Polymer, 1992, 33, 4108–4112.
- [25] K. L. Pickering, M.A. Sawpan, J. Jayaraman, A. Fernyhough, Influence of loading rate, alkali fibre treatment and crystallinity on fracture toughness of random short hemp fibre reinforced polylactide bio-composites, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 2011, 42, 1148–1156.
- [26] K.S. Kanaga Karuppiah, A.L. Bruck, S. Sundararajan, J. Wang, Z. Lin, Z.-H. Xu, X. Li, Friction and wear behavior of UHMWPE as a function of polymer, Acta Biomaterialia, 2008, 4, 1401–1410.
- [27] K.S. Simis, A. Bistolfi, A. Bellare, L.A. Pruitt, The combined effects of cross linking and high crystallinity on the microstructural and mechanical properties of UHMWPE, Biomaterials, 2006, 27, 1688–1694.

- [28] P. Flueler, J.F. Mandell, F.J. McGarry, Preliminary Study of the Applicability of Plane Strain Fracture Toughness Test Technique to Plastic Pipe Materials Technological Planning Program Report 79.1, Cairo University/Massachusetts Institute of Technology, 1978.
- [29] P.A. O'connell, R.A. Duckett, I.M. Ward, Brittle-ductile transitions in polyethylene, Polym. Eng. Sci., 2002, 42, 1493–1508.
- [30] S. Muhammad, P-Y.B. Jar, Determining stress-strain relationship for necking in polymers based on macro deformation behavior, Finite Elements in Analysis and Design, 2013, 70–71, 36–43.
- [31] R.E. Jhones, W.L. Bradley, Fracture toughness testing of propylene pipe materials, In: Saxena, Landes, Bassani, editors, Non-linear fracture mechanics time dendent materials, ASTM; 1988.
- [32] S. Courtin, C. Gardin, G. Bezine, H. Ben Hadj Hamouda, Advantages of the J-integral approach for calculating stress intensity factors when using the commercial finite element software ABAQUS, Engineering Fracture Mechanics, 2005, 72, 2174–2185.
- [33] W. Brocks, I. Scheider, Reliable J-values-numerical aspects of the pathdependence of the J-integral in incremental plasticity, Materialprüfung, 2003, 45, 264–275.
- [34] M.A. Guidara, M.A. Bouaziz, C. Schmitt, J. Capelle, E. Haj Taieb, Z. Azari, S. Hariri, Structural integrity assessment of defected high density polyethylene pipe: burst test and finite element analysis based on J-integral criterion, Eng. Fact. Analy., 2015, 57, 282–295.

#### **Conclusion générale**

Cette étude se focalise sur la quantification de la ténacité  $(J_{IC})$ , issue de l'intégrale J, à travers 3 couches distinctes d'un tube en HDPE-100. Le but est d'explorer s'il y a une éventuelle évolution de la résistance à la fissuration induite par le procédé d'extrusion.

En premier lieu l'étude s'intéresse à l'usinabilité de la résine dure HDPE-100 utilisée pour les tubes et les raccords afin de confectionner des éprouvettes standards. Le plan expérimental a été réalisé en utilisant le tableau orthogonal de Taguchi (L<sub>27</sub>). Les paramètres d'usinage d'entrée sont la vitesse de coupe (Vc), l'avance (f) et la profondeur de passe (ap), tandis que les paramètres de sortie sont représentés par les critères de la rugosité de surface (Ra, Rt et Rz) et la température dans la zone de coupe. Par conséquent, un modèle de second ordre a été établi entre les paramètres d'entrée et de sortie via la méthodologie des surfaces de réponse (RSM). Le développement des modèles prédictifs est essentiel pour l'usinage du HDPE extrudé car peu de courbes de tendances et de données expérimentales sont disponibles dans la littérature comparativement aux métaux. Les conditions de coupe optimales ont été déterminées en utilisant l'approche de la fonction de désirabilité. Les résultats obtenus montrent que:

- ✓ L'analyse de la variance (ANOVA) a révélé d'une part, que l'avance (f) est le facteur primordial contribuant à la réduction de la rugosité de surface du matériau HDPE-100. Les contributions calculées pour les critères de la rugosité de surface (Ra, Rt et Rz) sont 96.11, 86.92 et 92.22% respectivement. D'autre part, la température de coupe est principalement influencée par la vitesse de coupe (Vc) et la profondeur de passe (ap). Les pourcentages de contribution sont (63.63 et 30.43%, respectivement). Enfin, la température de coupe optimisée est discutée pour les trois principaux cas, qui sont les valeurs minimales, ciblées, et maximales; c'est-à-dire, t° minimum, t° ciblée =30°C, et t° maximum acceptée = 32°C.
- ✓ le cas 1 permet d'usiner des éprouvettes d'essai en HDPE en toute sécurité: (Vc = 55 mm/min, f = 0.12 mm/tr et ap = 0.5 mm).

Cependant, si une productivité d'usinage élevée est recherchée, il est préférable d'utiliser des conditions optimisées du cas 3 (Vc =119.015 mm/min, f = 0.12 mm/tr et ap = 0.5 mm).

En second lieu les essais de caractérisation structurale et mécanique permettent de tirer les conclusions suivantes:

- ✓ L'analyse calorimétrique différentielle (DSC) a montré que la température de fusion est fonction de l'état de perfection des cristallites. La valeur enregistrée de la température de fusion de la couche extérieure est de 130.9°C qui reste largement inférieure à celles des couches moyenne et interne (respectivement: 132.8°C et 133.5°C).
- La valeur de l'épaisseur cristalline augmente d'environ 18% de l'extérieur vers l'intérieur du tube.

Les résultats expérimentaux obtenus ont montré que l'effet des hétérogénéités est remarquable sur les propriétés mécaniques usuelles (E,  $\sigma_y$  et  $\varepsilon_y$ ). Ces paramètres sont aussi influencés par la vitesse de déformation. Ces variations sont conformes avec les hétérogénéités des propriétés mécaniques observées dans la littérature pour le module d'élasticité, les contraintes limites et les déformations lors d'essais monotones de traction. Les causes de ces distributions des propriétés sont imputées aux conditions de fabrication des tubes HDPE (variation de la cristallinité et distribution des contraintes résiduelles). Par conséquent:

✓ Une variabilité des propriétés mécaniques en termes de module d'élasticité et contrainte d'écoulement dans les deux directions L et T du tube HDPE-100, est mise en évidence et qui confirme ainsi une anisotropie structurale.

 $\checkmark$  Le tube HDPE-100 est plus rigide dans le sens longitudinal (L) que le sens (T).

En troisième lieu l'évaluation de la ténacité représentée par  $J_{IC}$  à travers la paroi du tube est calculée en utilisant une méthode expérimentale proposée par Begley-Landes sur la base de spécimens SENT. Il ressort que:

✓ Il y a une possibilité certaine pour accéder expérimentalement à la valeur de  $J_{IC}$ à travers la paroi d'un tube en HDPE-100 représentée par trois couches (extérieure, moyenne et intérieure).

- ✓ Les valeurs de  $J_{IC}$  obtenues pour les couches (extérieure, moyenne et intérieure) sont respectivement 44.72 ,40.66 et 35.80 kJ/m<sup>2</sup>, elles indiquent que la variation de  $J_{IC}$  est environ 19.95% entre les couches externe et interne. Il est accepté que, la couche extérieure résiste mieux à la propagation de la fissuration par rapport à la couche intérieure.
- ✓ Une nette augmentation de J<sub>IC</sub> dans le sens T a été enregistrée par rapport au sens L. Il est possible de dire que les éventuelles fissures axiales présentent plus de vulnérabilité pour les tubes HDPE une fois mis sous pression que les fissures du sens T.
- ✓ Le mécanisme de rupture constaté dans les 3 couches et pour les 2 directions du tube HDPE-100 est plutôt ductile et le mode de rupture reste indépendant de la longueur des ligaments.
- ✓ L'effet de la vitesse de sollicitation est remarquable sur l'énergie de rupture J<sub>IC</sub> qui croît globalement avec celle-ci.

Enfin, la méthode des éléments finis basée sur le calcul de l'intégrale J a été utilisée pour analyser le comportement à rupture du HDPE-100, en utilisant le code de calcul ABAQUS. La synthèse indique que:

- ✓ L'intégrale J dépend du chemin suivi pour les premiers contours, une convergence est observée à partir du 14<sup>ème</sup> contour.
- ✓ L'analyse de la distribution des contraintes calculée numériquement au voisinage du défaut est utilisée pour pouvoir choisir  $J_{IC}$ .
- ✓ L'amorçage d'une fissure est décrit par une valeur critique,  $J_{IC}$  et un déplacement critique. Pour chaque longueur de fissure correspond un déplacement critique, qui diminué au fur et à mesure que la profondeur de la fissure augmente.
- ✓ Les résultats numériques ont montré une légère différence de  $J_{IC}$  entre la couche extérieure et intérieure qui est de 6.3%.

La confrontation des résultats de  $J_{IC}$  issus de la méthode expérimentale développée par Begely et Landes et de la simulation a montré un écart important, ceci est probablement dû d'une part à la méthode expérimentale qui nécessite la connaissance du point critique d'amorçage de la fissure.

D'autre part, le comportement du HDPE est déclaré dans le modèle numérique en tant qu'élasto-plastique et qui ne teint pas compte de l'effet des contraintes résiduelles. L'analyse par éléments finis (FEA) reste un outil important pour concevoir un composant mécanique pratique, tel que les pipelines.

## Perspectives

Ce travail ouvre de nouvelles perspectives de recherche:

- Approcher J<sub>IC</sub> par d'autres méthodes expérimentales telles que courbe J-R, méthode de partition d'énergie, méthode du travail essentiel de rupture (EWF).
- Introduire un critère d'endommagement et l'effet de la vitesse de déformation dans le comportement du matériau afin d'améliorer les résultats obtenus de la ténacité du matériau HDPE-100.
- Etudier la possibilité d'introduire l'effet des contraintes résiduelles dans le modèle numérique, tout en tenant en compte de la distribution réelle des mesures (contraintes compressives sur la couche extérieure et de tension sur la couche intérieure).
- Faire évaluer les résultats obtenus en cherchant la meilleure combinaison des résultats numérique et expérimentale en vu de mettre au point un modèle semiempirique assurant une meilleur prédiction de la ténacité en présence d'une fissure (considération d'autres paramètres décrivant les conditions de calcul).