

RÉPUBLIQUE ALGERIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA RECHERCHE  
SCIENTIFIQUE

UNIVERSITÉ MOULOUD MAMMARI DE TIZI-OUZOU  
FACULTÉ DU GÉNIE DE LA CONSTRUCTION  
DÉPARTEMENT DE GÉNIE MÉCANIQUE



**MÉMOIRE DE MASTER ACADÉMIQUE**  
SPÉCIALITÉ : GÉNIE MÉCANIQUE  
OPTION : CONSTRUCTION MECANIQUE

THÈME

**Comparaison des microstructures, des microduretés et des contraintes résiduelles. Etude de l'effet de l'épaisseur de deux tubes en PEHD.**

**PRÉSENTÉ PAR**  
GHALEB Ouiza

Devant le jury d'examen composé de :

Mr.OULD OUALI Mohand	UMMTO	Président
Mr. ABERKANE Meziane	UMMTO	Promoteur
Mr.SERSABDjamel	UMMTO	Co-promoteur
Mr. HACHOUR Kamel	UMMTO	Examineur
Mr.FERHOUM Rabah	UMMTO	Examineur

Année 2013-2014

## **Remerciements**

*A la fin de la rédaction de ce modeste travail, je suis convaincu qu'un mémoire de fin d'étude est loin d'être un travail solitaire. En effet, je n'aurais jamais pu réaliser ce travail sans le soutien d'un grand nombre de personnes dont la générosité, la bonne humeur et le soutien moral m'ont permis de progresser dans cette étape, sûrement la dernière de ma formation.*

*je tiens à remercier le directeur de mémoire monsieur M. ABERKANE, Professeur à*

*L'UNIVERSITE DE MOULOU D MAMMERI*

*Pour m'avoir accueillie et pour avoir accepté d'être le Directeur de ce mémoire.*

*Pour la confiance qu'il m'a accordée en me proposant ce thème, pour ses multiples conseils et pour toutes les heures qu'il a consacrées à diriger ce travail.*

*Je souhaiterais également exprimer ma gratitude à monsieur D.SERSAB pour m'avoir aidé. Je la remercie pour sa patience, son dévouement, ses conseils et d'avoir partagé son expérience ce qui m'a permis d'approfondir mes connaissances.*

*Je tiens aussi à remercier tout le personnel des laboratoires SDM et RDM du département génie mécanique, du hall technologie pour leur disponibilité, leur professionnalisme et leur aide lors des différents essais effectués pour le compte de la partie expérimentale.*

*Je tiens à remercier également les membres de jury pour l'intérêt qu'ils ont porté à mon travail en examinant et jugeant mon projet.*

*Comme je n'oublie pas d'exprimer ma reconnaissance à tous les enseignants, tous cycles confondus, qui ont contribué à ma formation.*

## **Dédicaces**

*Je tiens tout d'abord à dédier ce travail à mes très chères HOURIA et à Va SAID sans qui je ne serais rien aujourd'hui. Ce sont eux la source de mon bonheur et de mon succès. Ils m'ont toujours soutenu et tout fait pour que je sois à l'abri du besoin et dans le confort absolu.*

*Que dieu leur prête longue vie et les gardes à mes côtés*

*A Mes deux frères Hacéne et Boualem ;*

*A ma sœur Fadila et son mari Menad ;*

*A Zina et son fiancé Moh Said*

*Aux familles GHALEB et CHETOUANE ;*

*A tous mes cousins et cousines surtout bahia et tina*

*A mes petit cousins ( Youva et Kahina , Imane et Houcine)*

*A toutes mes amies et leurs familles ;*

*Sarah ,lilia,maya , kahina , tinhinane , nerdjes , rachida ,chavha, tina, tinhinane*

*Sabhrina, Nacera et .....*

*A mon cher Ahmed*

*A tout mes amis Mahmoud , Said ,Youcef ,Azouaou ,Ahmed ,Yacine ,Aziz*

*,Younes, Dahmene .....*

*A toute la promotion 2014 « CM »*

**Ouiza**

# TABLE DES MATIERES

---

## INTRODUCTION GENERALE

## RECHERCHE BIBLIOGRAPHIQUE

<b>Introduction</b> .....	1
<b>I. Structure, morphologie des semi-cristallins</b> .....	3
I.1. Structure cristallographique.....	4
I.2. Structure lamellaire .....	4
I.3. Superstructure sphérolitique.....	5
<b>II. Propriétés générales des polymères semi cristallins</b> .....	6
II.1. Transition vitreuse .....	6
II.2. Cinétique de cristallisation.....	7
II.2.1. La cristallisation.....	7
II.2.1.1. Modélisation de la cristallisation .....	7
II.2.1.2. La cristallisation isotherme.....	8
II.2.2. Taux de cristallinité.....	8
II.2.3. Température de cristallisation.....	9
<b>III. Propriétés physiques des semi-cristallins</b> .....	11
IV. L'évolution du taux de cristallinité.....	12
IV.1. L'évolution du taux de cristallinité au cours de refroidissement.....	12
IV.2. Evolution du taux de cristallinité en fonction de la température dans l'épaisseur .....	13
IV.3. Enthalpies de fusion et de cristallisation.....	13
<b>V. Comportement mécanique de polymères semi cristallins</b> .....	14
V.1. Comportement macroscopique, courbe de traction du PE .....	16
V.2. Relation entre les paramètres rhéologiques les paramètres Microstructuraux .....	17
V.2.1. Le régime viscoélastique.....	17
V.2.2. La limite élastique.....	18

## TABLE DES MATIERES

---

V.3. Relation entre le module d'élasticité et la cristallinité .....	18
V.4. Evolution des propriétés mécaniques.....	19
V.4.1. Hétérogénéité de la microstructure .....	19
V.4.2. Evolution de la résistance à travers l'épaisseur.....	20
V.4.3.Évolution de la déformation au seuil d'écoulement en fonction de l'épaisseur .....	21
V.4.4. Évolution de la contrainte d'écoulement en fonction de l'épaisseur .....	22
V.5. Evolution des propriétés mécanique à travers la paroi.....	22
V.5.1. Evolution de la cristallinité.....	22
V.5.2. Evolution de la dureté .....	23
<b>VI. Mises en forme et Procédé de fabrication de tube en PEHD.....</b>	<b>24</b>
VI.1. Extrusion des tubes en PEHD.....	25
VI.2. Principe de fonctionnement d'une extrudeuse.....	26
VI.2.1. Extrudeuse .....	26
VI.2.2. Tête d'extrusion.....	27
VI.2.3. Le calibrage.....	28
VI.2.4. Autre périphérique .....	30
VI.3. Principaux effets d'extrusion .....	30
VI.3.1. influence sur la morphologie .....	30
VI.3.2. Influence de l'écoulement.....	31
VI.3.3. L'influence de la surface des outillages.....	31
VI.3.4. l'influence d'un gradient thermique.....	33
VI.3.5. Distribution des contraintes résiduelles dans un tube enPEHD.....	35
<b>VII. Techniques de caractérisation des polymères.....</b>	<b>37</b>
VII.1. Microscope électronique à balayage.....	37

## TABLE DES MATIERES

---

VII.2.1. Principe de fonctionnement du MEB.....	38
VII.2.2. Formation de l'image.....	38
VII.2.3. Chambre d'analyse.....	40
VII.2.3.1. Détecteur d'électrons secondaires (GSED).....	40
VII.3. La micro-dureté.....	41
VII.3.1. Prescription technique d'essais.....	41
VII.3.2. Essai de micro-dureté Knoop.....	42
VII.3.3. Description de la micro-dureté Knoop .....	43
VII.3.3.1. Opérations et exécution de l'essai.....	43
VII.3.3.2. Mesure de l'empreinte.....	44
VII.3.3.3. Calcul de micro-dureté .....	45
VII.4. Calorimétrie différentielle à balayage (DSC).....	45
VII. 4.1. Appareillage et principe.....	45
VII.4.2. Principe de fonctionnement.....	46
VII.4.3. Courbe DSC d'un polymère semi cristallin quelconque.....	47
VII.4.4. Calcul de taux de cristallinité .....	48
 <b>ETUDE EXPERIMENTALE ET DISSCISSION DES RESULTATS</b>	
<b>I. Matériau d'étude et techniques expérimentale.....</b>	<b>49</b>
<b>I.1. Matériau étudié.....</b>	<b>50</b>
<b>I.2. Techniques expérimentales.....</b>	<b>51</b>
I.2.1. Technique de la microscopie optique à balayage (MEB).....	51
I.2.2. Essai de Micro-dureté.....	52
I.2.3. Essai d'enlèvement de couche .....	53
I.2.3.1. calcul des contraintes résiduelles .....	55
I.2.4. Calorimétrie différentielle à balayage (DSC).....	56
<b>II. Discussion des résultats .....</b>	<b>58</b>

## **TABLE DES MATIERES**

---

II.1. Résultats micrographique.....	58
II.2. Résultats de la micro-dureté.....	61
II.3. Résultats des contraintes résiduelles.....	63
II.4. Résultats de la DSC.....	66

### **CONCLUSION GENERALE**

### **REFERENCE BIBLIOGRAPHIQUE**

### **LISTE DES FIGURES**

### **LISTE DES TABLEAUX**

## Liste des figures

---

**Fig.1 :** Schéma général de la mise en œuvre des polymères thermoplastiques.

**Fig.2 :** Structure des semi cristalline.

**Fig.3 :** Schéma de l'organisation des lamelles cristallines formées par le repliement de chaînes macromoléculaire.

**Fig.4 :** Observation de la croissance de sphérolites dans du PET par microscopie optique en transmission et lumière polarisée.

**Fig.5 :** les différentes phases d'un semi cristallin.

**Fig.6 :** Courbe DSC d'un polymère semi-cristallin.

**Fig.7 :** Evolution de quelques propriétés physiques des thermoplastiques en fonction de la température.

**Fig.8 :** Evolution du taux de cristallinité lors du refroidissement.

**Fig.9 :** évolution du taux de cristallinité dans l'épaisseur.

**Fig.10-a :** Evolution des enthalpies de changements de phase en fonction de la vitesse de refroidissement.

**Fig.10-b :** L'évolution de  $C_p$ , obtenues par DSC lors de la cristallisation du PE en fonction de la température et de la vitesse de refroidissement.

**Fig.11 :** Trois courbes typiques (ci-dessus) de comportement mécanique des Polymères, (a), (b) et (c).

**Fig.12-a:** Courbe de traction contrainte nominale/déformation nominale et les principaux processus de déformation.

**Fig.12-b:** Courbe de traction typique d'un polymère semi-cristallin.

**Fig.13 :** Dépendance du module d'Young  $E$  avec le taux de cristallinité volumique et la masse Volumique pour le polyéthylène.

**Fig.14 :** Hétérogénéité de microstructure (observation microscopique) et de rigidité (module d'Young orthotrope) dans la demi-épaisseur d'une plaque injectée d'épaisseur 1 mm en polypropylène isotactique.

**Fig.15 :** Comparaison de courbes, (a) à l'extérieur, (b) au milieu, (c) l'intérieur des couches d'un tube en PEHD.

**Fig.16 :** Evolution du module d'élasticité.

**Fig.17.a :** Evolution de la déformation au seuil d'écoulement en fonction de l'épaisseur du tube.

## Liste des figures

---

- Fig.17.b** : Évolution de la contrainte d'écoulement à travers la paroi du tube.
- Fig.18** : Comparaison des taux de cristallinité entre la surface interne et la surface externe de tubes en PEHD.
- Fig.19.a** : Evolution de la micro dureté knoop d'un tube en,PEHD.
- Fig.19.b** : Evolution de la dureté à travers la paroi d'un tube de gaz en HDPE.
- Fig.20** : Extrudeuse monovise au niveau de l'entreprise CHI ALI a SETIF.
- Fig.21** : Les quatre zones de fonctionnalités de l'extrudeuse.
- Fig .22** : Exemple de calibration.
- Fig .23** : Cristallisation induite par l'écoulement dans une filière lors de L'extrusion.
- Fig.24** :Distribution des contraintes lors de la cristallisation.
- Fig.25.a** : Influence du refroidissement : Température de l'eau. Profils de contraintes résiduelles.
- Fig.25.b** : influence du refroidissement :coefficient d'échange thermique H - Profils de Contraintes résiduelles.
- Fig.26:** distribution des contraintes résiduelles suivant l'épaisseur de tube PEHD.
- Fig.27:** différentes type des contraintes résiduelles dans la paroi de tube PEHD.
- Fig.28** : Différents sortes de signaux émis par les interactions ventre les électrons incidents et l'échantillon.
- Fig.29** : Un schéma de principe simplifié d'un microscope électronique à balayag(MEB).
- Fig.30** : Description de la chambre d'analyse et son détecteur GSED d'un MEB.
- Fig.31** : Microduromètre branché avec l'ordinateur.
- Fig .32** : Schéma de l'indenteurKnoop.
- Fig .33** :Description schématique de l'essai de microduretéKnoop.
- Fig.34:** Schéma d'une calorimétrie différentielle à balayage.
- Fig. 35** : Courbe DSC typique d'un polymère semi cristallin.
- Fig. 36** : dimension des éprouvettes pour l'essai de micro-dureté.
- Fig.37** : la microscopie optique à balayage (MEB).

## Liste des figures

---

**Fig.38** :microduromètres.

**Fig.39** : Polisseuse à deux disques.

**Fig.40**: Méthode suivie pour obtenir les éprouvettes.

**Fig.41** :Un calorimètre différentiel à balayage.

**Fig.42** : La forme du copeau (filament) en spirale (a), et échantillons préparé pour la mesure de DSC (b)

**Fig.43** : Microscopie montre l'évolution de la microstructure de l'extérieur vers l'intérieur du tube.

**Fig.44** Microscopie montrant l'évolution de la microstructure De l'extérieur vers l'intérieur du tube d'épaisseur 9mm

**Fig.45-a)** :Evolution de la microdureté dans l'épaisseur de tube de diamètre 125mm.

**Fig.45-b)** :Evolution de la micro-dureté dans l'épaisseur de tubes de diamètres 90mm.

**Fig.46** : Evolution de la micro-dureté dans l'épaisseur des deux tubes de diamètres 90mm et 125 mm.

**Fig47-a)** : éprouvettes extraies de tube de diamètres 125 mm

**Fig 47-b)** : éprouvettes extraies de tube de diamètres 90 mm

**Fig.48-a)**: la distribution des contraintes dans l'épaisseur de tube de diamètre 125mm

**Fig.48-b)**: la distribution des contraintesrésiduelles dans l'épaisseur de tube de 90mm en PE100.

**Fig .49** évolution des contraintes résiduelles pour les deux tube de diametres 90mm et125mm

**Fig.50-a)** : Endothermes de fusion des échantillons prélevés de tube de diamètre 90mm

**Fig .50-b)** : Endothermes de fusion des échantillons prélevésde tube de diamètre 125mm.

**Fig.51**l'évolution du taux de cristallinitédans d'épaisseur des tubes en PE100de diamètre 125mm et 90mm

## Liste des figures

---

**Fig.44-a :** Evolution de la micro-dureté dans l'épaisseur de tube de diamètre 125mm. tube de diamètre 90mm d'épaisseur de 9mm.

**Fig .44-b) :** Evolution de la micro-dureté dans l'épaisseur de tubes de diamètres 90mm.

**Fig.45:** Evolution de la micro-dureté dans l'épaisseur des deux tubes de diamètres 90mm et 125 mm.

**Fig 46-a :** éprouvettes extraies de tube de diamètres 125 mm.

**Fig 46-b :** éprouvettes extraies de tube de diamètres 90 mm.

**Fig.47-a :** la distribution des contraintes dans l'épaisseur de tube de diamètre 125mm

**Fig.47-b:** la distribution des contraintes résiduelles dans l'épaisseur de tube de 90mm en PE100.

**Fig .48:** évolution des contraintes résiduelles pour les deux tube de diametres 90mm et 125mm.

**Fig.49-a:** Endothermes de fusion des échantillons prélevés de tube de diamètre 90mm.

**Fig .49-b:** Endothermes de fusion des échantillons prélevés de tube de diamètre 125mm.

**Fig.50:** l'évolution du taux de cristallinité dans l'épaisseur des tubes en PE100 de diamètre 125mm et 90mm.

## Liste des figures

---

**Fig51-a)** : éprouvettes extraies de tube de diamètres 125 mm.

**Fig51-b)** : éprouvettes extraies de tube de diamètres 90 mm

## Liste des tableaux

---

**Tableau 1 :** Différentes phases d'un polymère semi-cristallin en fonction de la température.

**Tableau 2 :** Différents éléments de procédé d'extrusion

**Tableau 3 :** Propriété mécanique et physique du tube en PEHD

**Tableau 4 :** dimension des éprouvettes de tube de diamètre 90 mm

**Tableau 5 :** dimension des éprouvettes de tube de diamètre 125 mm

**Tableau 6 :** comparaison de distribution des contraintes résiduelles des deux tube d'épaisseur 12mm et 9mm.

# Introduction générale

---

Aujourd'hui, on parle de polyéthylène de troisième génération, le PE100, c'est dire les innovations incessantes que connaît ce matériau afin d'offrir des performances mécaniques et hydrauliques de plus en plus exigeantes.

Le PEHD est un matériau semi-cristallin, et cette propriété dépend essentiellement de la vitesse de refroidissement de la matière. Pour de grande vitesse de refroidissement, la microstructure du matériau est sous forme de petites lamelles cristallines noyées dans une phase amorphe, et aux vitesses de refroidissement lentes la microstructure est plutôt des lamelles cristallines de grandes tailles avec un faible taux de phase amorphe. Les performances mécaniques d'un matériau semi-cristallin dépendent essentiellement de la structure de ses chaînes moléculaires ainsi que de leurs orientations.

La fabrication des tubes en polyéthylène destinés au transport et à la distribution de l'eau repose sur le procédé d'extrusion à partir d'un flux de matière porté à la température de fusion. Le refroidissement de la géométrie obtenue se fait en général par des douches d'eau sur la surface extérieure. Ce procédé génère un gradient de température qui se distribue de la surface externe jusqu'à la surface interne.

D'où notre problématique : est-ce que ce gradient de température ainsi que les propriétés physiques et mécaniques qu'il génère restent inchangées quel que soit le diamètre et l'épaisseur du tube en PEHD ?

Pour répondre à cette problématique nous étudions l'évolution des contraintes résiduelles de la micro-dureté, de la microstructure et du taux de cristallinité à travers l'épaisseur de deux tubes de diamètre et épaisseur de 90 mm et 9mm et 125mm et 12mm respectivement.

Ce mémoire se fait suivant le plan suivant :

- **Partie I** : une recherche bibliographique sur les généralités et les propriétés des semis cristallins, l'évolution des propriétés mécaniques et physiques dans l'épaisseur des tubes en PEHD, un aperçu sur le procédé de fabrication des tubes en PEHD ainsi les techniques de caractérisation du matériau (des observations sur le MEB, la

# Introduction générale

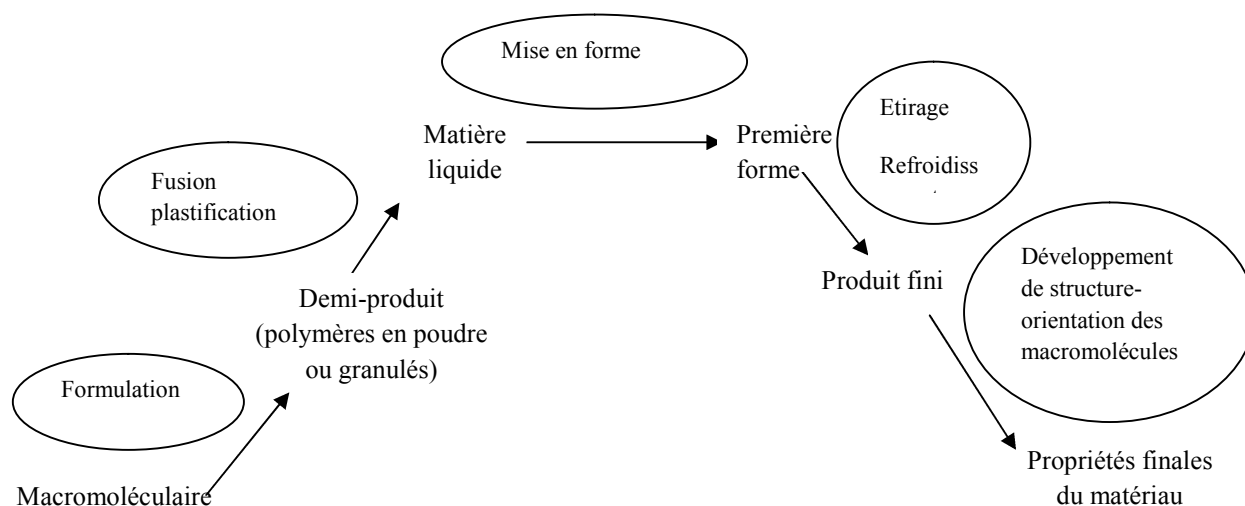
---

méthodologie d'essai d'enlèvement de couche, de micro dureté ainsi les l'analyses de calorimétrie enthalpie différentielle DSC)

• **Partie II** : présentation de matériau d'étude, ses caractéristiques mécanique et physique. Cette partie contient des résultats des essais sous formes d'image ou des courbes ainsi leurs interprétation et enfin on termine par une conclusion.

### *Introduction*

Le polymère est un mélange, à différents produits (stabilisants, lubrifiants, plastifiants, charges, etc...) qui donne une formulation qui se présente le plus souvent sous forme de poudre ou de granulés. Cette formulation est ensuite fondue (cas des polymères semi-cristallins) ou plastifiée (cas des polymères amorphes), à la fois par conduction thermique depuis les parois de l'outillage de mise en forme et par dissipation d'énergie mécanique. Cette matière liquide très visqueuse sera forcée dans un outillage qui donnera une première forme au produit (tube, jonc, film, pièce injectée... etc.) ensuite, refroidie pour obtenir le produit final. De ce processus de mise en forme, des paramètres de refroidissement, vont dépendre de la microstructure du polymère, et donc ses propriétés. La figure 1 montre la mise en œuvre des polymères thermoplastiques.



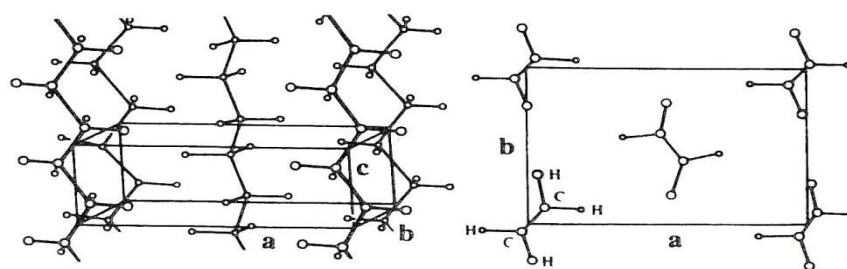
**Fig.1.** Schéma général de la mise en œuvre des polymères thermoplastiques[1].

D'une façon générale, un polymère amorphe est caractérisé par l'absence d'ordre à longue portée, Par contre un polymère cristallin présenté dans sa structure des régions où les chaînes sont ordonnées. Cependant, en raison de la longueur des chaînes, les polymères forment rarement des cristaux à chaînes tendues, c'est à dire un état complètement cristallin. On parle alors d'une structure semi-cristalline qui se distingue par la coexistence des régions cristallines et amorphes.[2]

### *I. Structure, morphologie des semi-cristallins*

#### *I. 1. Structure cristallographique*

Sous certaines conditions (refroidissement lent et régularité structurale par exemple), le refroidissement d'un polymère semi-cristallin à partir de l'état liquide provoque une cristallisation de ses chaînes macromoléculaires. Celles-ci s'arrangent parallèlement entre elles pour former une structure stable. La structure la plus stable du PE correspond à une maille cristalline de type orthorhombique, dont les paramètres de maille ( $a = 0,740$  nm,  $b = 0,493$  nm et  $c = 0,253$  nm) ont été mesurés par BUNN en 1939. Dans certaines conditions, d'autres structures cristallines peuvent se former, comme par exemple la maille monoclinique ou la maille hexagonale, [3] La figure 2 représente la structure des semi cristallins.



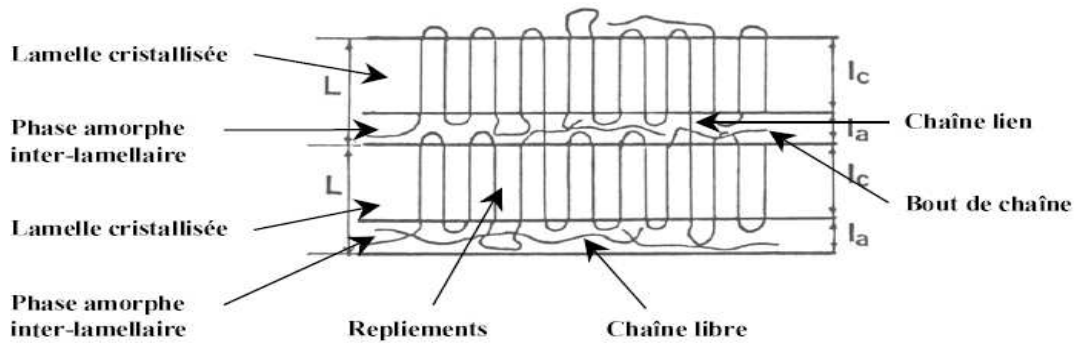
**Fig.2.** Structures des semi cristallins [1]

#### *I. 2. Structure lamellaire*

Lors de la cristallisation, les chaînes macromoléculaires s'organisent selon un processus de repliement multiple d'une même chaîne en segments de longueurs égales pour former des lamelles cristallines. L'épaisseur et la régularité de ces lamelles dépendent des conditions de cristallisation mais aussi de la rigidité de la chaîne, des ramifications et des défauts d'enchevêtrement [3]. Les lamelles sont reliées entre elles par des morceaux de chaînes macromoléculaires appartenant à d'autres lamelles : ces pontages sont appelés chaînes liens. Le pontage peut être aussi assuré par le réseau d'enchevêtrements repoussé dans la phase amorphe lors de la cristallisation.

En effet, les lamelles sont séparées par une phase amorphe interlamellaire composée de chaînes liens, de chaînes libres, de bouts de chaînes et de tout

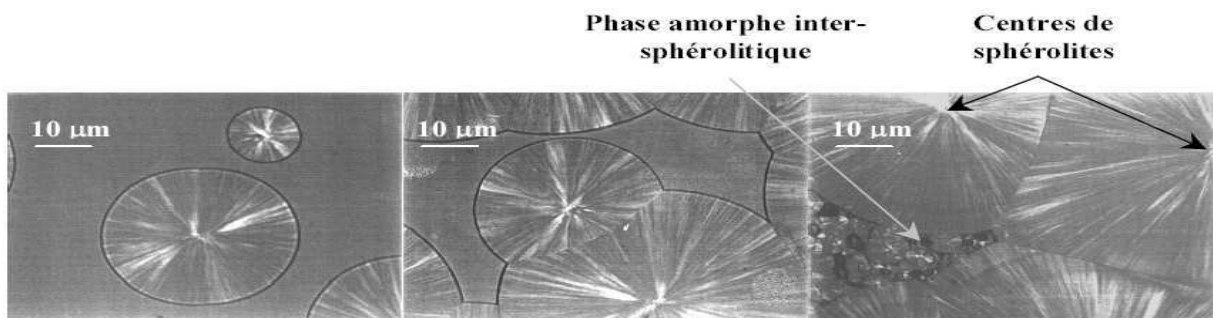
ce qui n'a pas pu se cristalliser (additifs, impuretés...etc)[1]. La figure 3 représente un schéma détaillé de l'arrangement lamellaire.



**Fig.3.**Schéma de l'organisation des lamelles cristallines formées par le repliement de chaînes macromoléculaires.[1]

### *I. 3. Superstructure sphérolitique*

Au cours de leurs étapes de croissance, les lamelles s'organisent entre elles pour former des sphérolites. Un sphérolite est un arrangement poly cristallin constitué d'un ensemble de cristallites radiales séparées par la phase amorphe qui croissent à partir d'un centre pour occuper l'ensemble de l'espace disponible [1]. Les sphérolites sont généralement de forme sphérique, dont la taille, dépend généralement des conditions de refroidissement, leurs dimensions peuvent varier du micromètre au millimètre. Les sphérolites présentent une forme plutôt sphérique lors de leur étape de croissance, jusqu'à ce qu'ils rencontrent d'autres sphérolites (fin de la cristallisation) où leur contour montre alors un aspect plutôt polygonal[4]. La figure 4 montre la croissance de sphérolites dans du PET par microscopie optique en transmission et lumière polarisée.



**Fig.4** Observation de la croissance de sphérolites dans du PET par microscopie optique en transmission et lumière polarisée.[3]

## *II. Propriétés générales des polymères semi cristallins*

### *II.1. Transition vitreuse*

Au cours du refroidissement depuis l'état liquide, le comportement des polymères semi-cristallins présente deux températures caractéristiques,  $T_g$  est la température de transition vitreuse de la phase amorphe et  $T_f$  la température de fusion de la phase cristalline illustrée sur la table 1. La figure 5 représente les trois domaines caractéristiques de température pour ces matériaux.

➤ En dessous de  $T_g$  le polymère est rigide avec un module de Young élevé. Sa phase amorphe est à l'état vitreux car l'agitation thermique est insuffisante pour permettre le mouvement coopératif des molécules dans cette phase.

➤ Entre  $T_g$  et  $T_f$ , le polymère est plus souple avec un module de Young modéré. La phase amorphe est caoutchouteuse. Un mouvement interne engendré par l'agitation thermique s'opère au sein de cette phase. Dans cet intervalle de température, les polymères semi-cristallins admettent des déformations importantes.

➤ Au-dessus de  $T_f$ , le polymère est à l'état liquide visqueux ou viscoélastique. Les chaînes apparaissent statistiquement indépendantes les unes des autres. La sollicitation pourra donc très facilement les déplacer les unes par rapport aux autres.

<b>Polymères semi-cristallins</b>		
<b><math>T &lt; T_g</math></b>	<b><math>T_g &lt; T &lt; T_f</math></b>	<b><math>T &gt; T_f</math></b>
2 phases solides -cristalline -vitreuse	2 phases solides -cristalline -caoutchouteuse	liquide visqueux

**Tableau 1 :** Différentes phases d'un polymère semi-cristallin en fonction de la température.

**Fig.5** les différentes phases d'un semi cristallin

### ***II.2. Cinétique de cristallisation***

#### ***II.2.1. La cristallisation***

Le polyéthylène est un matériau semi-cristallin. Cela signifie que, lorsque la matière à l'état fondu est refroidie en-dessous température de cristallisation, une partie des macromolécules constituant le polymère s'organise en une structure régulière périodique : c'est la structure cristalline. Une autre partie de la matière ne s'organise pas lors de la solidification : c'est le domaine amorphe. A l'état solide, dans un matériau semi-cristallin le domaine ordonné cristallin coexiste avec le domaine désordonné amorphe. La cristallisation est une transition thermodynamique du premier ordre. Elle peut donc être associée à une température de transition qui traduit l'équilibre entre le cristal et le liquide et à une enthalpie de transition qui traduit le caractère exothermique de la cristallisation.

La modélisation des caractéristiques de la matière sera donc basée sur l'évolution du taux de cristallinité lors du refroidissement.

##### ***II.2.1.1. Modélisation de la cristallisation***

Il existe plusieurs modèles permettant de déterminer l'évolution de la fraction de polymère transformé en entités semi-cristallines en fonction du temps dans le cas des cristallisations isothermes, et en fonction de la température dans le cas des cristallisations anisothermes.

## Partie bibliographique

---

Ces théories permettent de calculer le taux de transformation ( $\alpha$ ) qui est le rapport entre le volume transformé et le volume total de l'échantillon. De manière générale, il s'écrit de la façon suivante :

$$\alpha(t) = 1 - e^{-E(t)} \dots\dots\dots (1)$$

Où  $E(t)$  est le nombre moyen d'entités semi-cristallines ayant atteint un point quelconque du volume entre les instants 0 et t. Le taux de cristallinité,  $X_C$ , est défini comme suit :

$$X_c(t, T) = X_{c\infty} \cdot \alpha(t, T) \dots\dots\dots (2)$$

Où  $X_{c\infty}$  est le taux de cristallinité maximal atteint par la matière après solidification.

### ***II.2.1.2. La cristallisation isotherme. [5]***

La cristallisation isotherme est modélisée par la théorie d'Avrami-Evans qui considère que la fréquence d'activation des germes  $q$  et la vitesse de croissance des entités semi-cristallines  $G$  sont constantes. Le taux de transformation s'écrit alors sous la forme suivante :

$$\alpha(t) = 1 - \exp [-k_{avrami}(T) \cdot t^n] \dots\dots\dots (3)$$

### ***II.2.2. Taux de cristallinité***

Comme l'indique leur nom, les polymères semi-cristallins ne peuvent pas cristalliser à 100%. Une partie du polymère reste non cristallisée après le refroidissement, c'est la phase amorphe. Nous pouvons alors définir le taux de cristallinité qui représente le pourcentage de phase cristalline. La raison pour laquelle le PE ne peut pas cristalliser à 100% est cinétique. Les chaînes n'ont pas la possibilité de se désenchevêtrer complètement, ce qui bloque le processus de repliement des chaînes lors de la croissance du cristal. Notons que plus la cristallisation est lente, plus la reptation des chaînes a le temps de s'opérer, donc plus les chaînes ont le temps de se

## Partie bibliographique

---

démêler, et plus les cristaux peuvent croître. Ainsi, à paramètres moléculaires équivalents, le taux de cristallinité sera plus important à la suite d'une cristallisation.

Le concept de taux de cristallinité se rencontre souvent dans le cas des matériaux organiques. Il mesure la proportion de matière se trouvant dans l'état cristallin.

Le taux de cristallinité massique  $\chi_{cm}$  d'un échantillon de polymère cristallisé est défini par le rapport de la masse des phases cristallines à la masse de l'échantillon étudié. On peut de la même manière considérer le taux de cristallinité volumique  $\chi_{cv}$

Les taux de cristallinité massique et volumique des polymères sont en général peu différents. Il est donné par les relations suivantes

$$\chi_{cm} = \frac{M_c}{M} \dots\dots\dots(4)$$

$$\chi_{cv} = \frac{V_c}{V} \dots\dots\dots(5)$$

Où  $M_c$  et  $V_c$  sont la masse et le volume de la phase cristalline.

Pour les polymères semi-cristallins usuels,  $\chi$  se situe entre 20 et 80 % [6]. Il peut atteindre 90 % pour le polyéthylène haute densité (PEHD). Il dépend des systèmes cristallins et de l'histoire thermique. C'est un paramètre important dont l'évolution traduit une modification de la microstructure, donc des propriétés de la matière (densité, module de Young, allongement à la rupture, retrait plastique, etc.). Il permet d'apprécier les contributions amorphes et cristallines.

Expérimentalement, la cristallinité est mesurée par analyse Calorimétrique (différentiel scanning calorimetry: DSC).

Il existe une grande différence de densité entre phases amorphe et cristalline d'un polymère. La structure de la phase cristalline est plus compacte.

La cohésion (favorisée par les liaisons de van der Waals) est plus grande dans les zones cristallines, ce qui entraîne une moindre réactivité (meilleure résistance chimique), comparée à celle des zones amorphes.

### ***II.2.3. Température de cristallisation***

Nous pouvons définir la température de cristallisation  $T_c$ . C'est la température pour laquelle la vitesse de cristallisation est maximale. D'ailleurs, pour un PE de

## Partie bibliographique

masse moléculaire moyenne, à la température  $T_c$ , la vitesse de cristallisation est très élevée ( $6000\mu\text{m}/\text{min}$ ). [7]

Cette température peut être mesurée par calorimétrie différentielle lors d'une descente en température à vitesse modérée, depuis la température de fusion jusqu'à la température ambiante. La figure 6 représente une courbe DSC d'un polymère semi-cristallin.

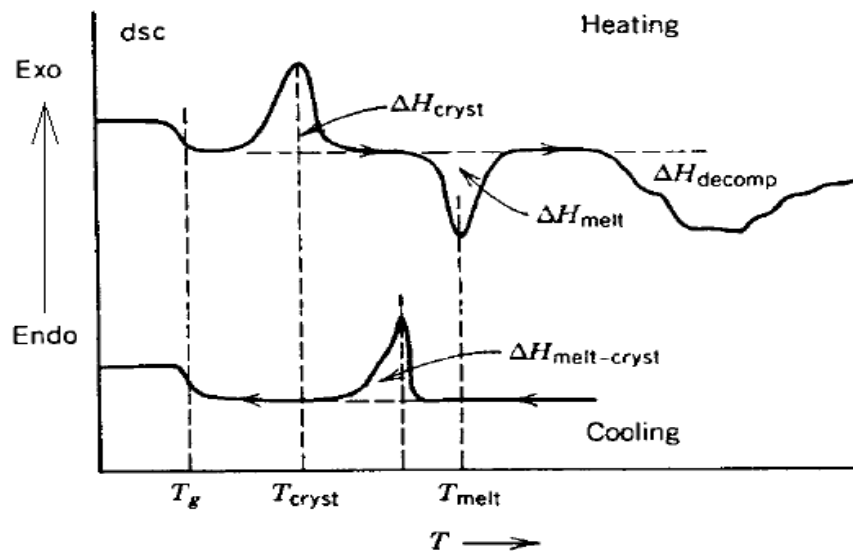


Fig.6 Courbe DSC d'un polymère semi-cristallin. [7]

D'où :

$T_g$ : Température de transition vitreuse,

$T_{cryst}$ : Température de cristallisation,

$T_{mlet}$ : Température de fusion,

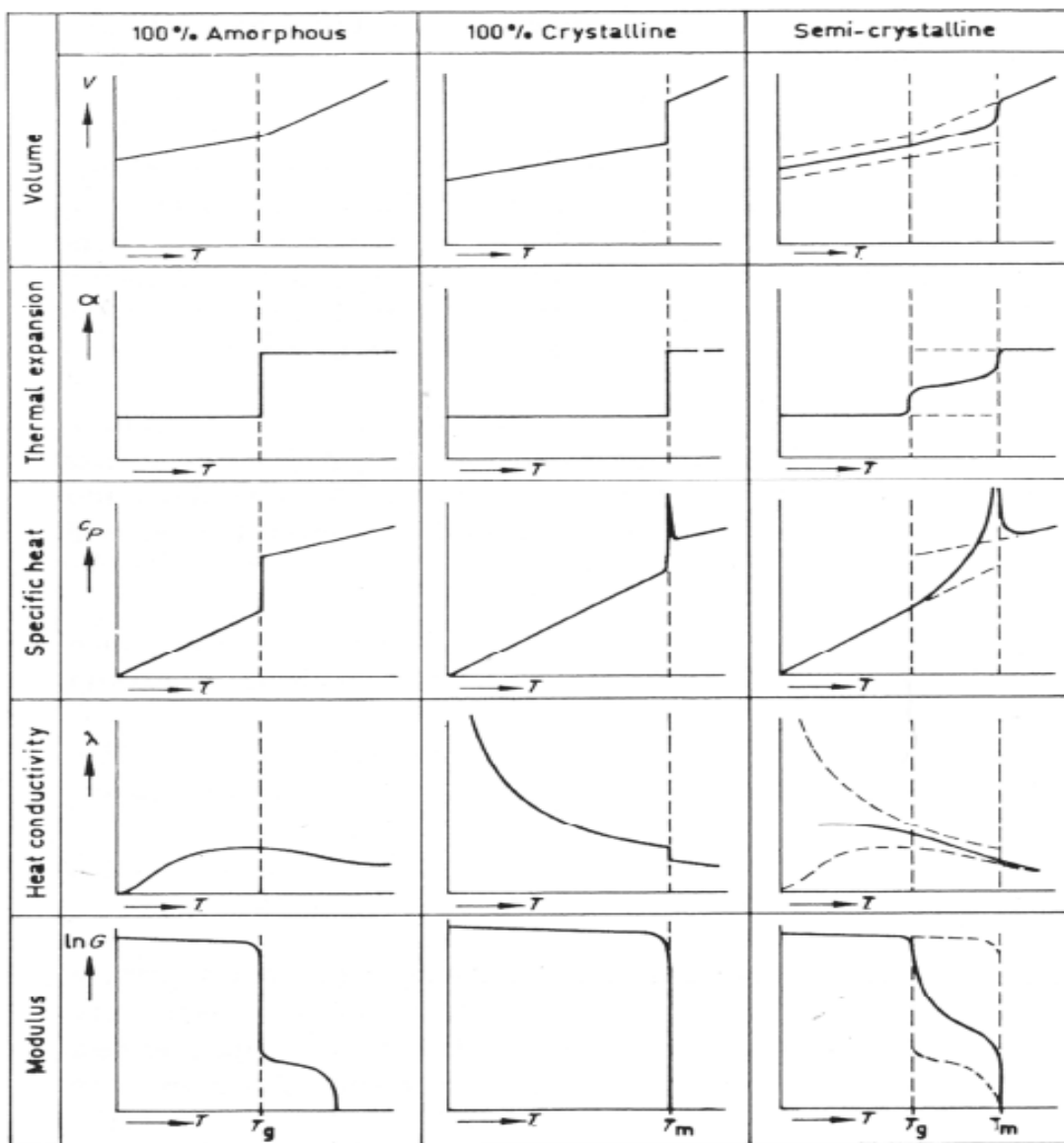
$\Delta H_{cryst}$ : Enthalpie de cristallisation,

$H_{mlet}$ : Enthalpie de fusion,

$\Delta H_{decomp}$ : Chaleur de dégradation.

**III.1. Propriétés physiques des semi-cristallins**

Les propriétés physiques d'un thermoplastique semi-cristallin sont intermédiaires à celles d'un pur amorphe et d'un pur cristallin idéalisé la figure 7 représente l'évolution de quelques propriétés physiques des thermoplastiques en fonction de la température. Plus précisément, c'est le taux de cristallinité qui joue en quelque sorte le rôle de coefficient de pondération entre les Propriétés des deux états. Les propriétés finales d'une pièce en thermoplastique semi cristallin dépendent donc du taux de cristallinité atteint, mais aussi de la morphologie des cristaux formés.



**Fig.7**

Evolution de quelques propriétés physiques des thermoplastiques en fonction de la température. [8]

### *IV. L'évolution du taux de cristallinité*

#### *IV.1. L'évolution du taux de cristallinité au cours de refroidissement*

La figure 8 représente l'évolution du taux de cristallinité au cours du refroidissement, le taux de cristallinité décroît de 27,2 à 19,1% quand la vitesse passe de 0,3 à 160°C/min. Les contributions respectives des cristallisations primaire et secondaire sont visibles aux faibles vitesses de refroidissement. La cristallisation primaire amène le taux de cristallinité à 18% environ, et la cristallisation secondaire augmente cette valeur jusqu'à plus de 22%. La cristallisation secondaire constitue donc une part limitée du taux de transformation total. [9]

**Fig.8** Evolution du taux de cristallinité lors du refroidissement [10].

#### *IV.2. Evolution du taux de cristallinité en fonction de la température dans l'épaisseur.*

La figure 13 montre l'évolution du taux de cristallinité dans l'épaisseur.

**Fig.9** évolution du taux de cristallinité dans l'épaisseur [10]

Plus la pièce est refroidie rapidement (peau) moins la structure est arrangée de façon cristalline. Le retrait est donc plus important au niveau de la peau qu'au niveau du cœur tel que le taux de cristallinité est de 35% au milieu et de 20% sur la peau : on retrouve donc l'influence du refroidissement et de la géométrie de la pièce sur le retrait de la pièce.[10]

### ***IV.3. Enthalpies de fusion et de cristallisation***

L'évolution des enthalpies de changement de phase est présentée dans la figure10-a, en fonction de la vitesse de refroidissement. Dans l'ensemble des cas, l'enthalpie de cristallisation est légèrement inférieure à l'enthalpie de fusion consécutive à la cristallisation. L'enthalpie de cristallisation décroît Linéairement avec la vitesse de refroidissement. Concernant la fusion, une décroissance semblable est observable, excepté pour des vitesses de refroidissement intermédiaires correspondant aux doubles pics de fusion (5 et 10°C/min). [9]

**Fig.10-a)** Evolution des enthalpies de changements de phase en fonction de la vitesse de refroidissement[9].

La forme du pic de cristallisation montré sur la figure 10-b est complexe, il peut être décomposé en deux contributions d'enthalpie équivalente :

➤ Une cristallisation primaire qui résulte de la germination et de la croissance des lamelles cristallines. Elle se produit sur un intervalle de température étroit. La

## Partie bibliographique

---

température de début de cristallisation est fortement dépendante de la vitesse de refroidissement. Elle représente environ 50% du taux de transformation total.

➤ Une cristallisation secondaire s'étalant jusqu'à température ambiante. Elle Proviendrait de la post-cristallisation de la phase amorphe emprisonnée par les lamelles primaires. En effet, tant que la température reste supérieure à la température de transition vitreuse du polymère (-100°C pour les polyéthylènes), les chaînes conservent une certaine mobilité qui autorise une post-cristallisation.

Les différences de taux de cristallinité à la fin du refroidissement sont faibles et Inférieures à l'erreur expérimentale commise. En effet le large intervalle de cristallisation rend délicat la détermination de la ligne de base surtout aux faibles vitesses de refroidissement.[11]

**Fig.10 -b)** L'évolution de  $C_p$ , obtenues par DSC lors de la cristallisation du PE en fonction de la température et de la vitesse de refroidissement. [11]

### *V. Comportement mécanique de polymères semi cristallins*

Le comportement mécanique des semi cristallins, lorsqu'ils sont soumis à des charges faibles, est largement conditionnées par les zones amorphes, ces dernières se manifestent en premier avec la charge exercée. Par contre les zones cristallines plus résistantes, sont concernées de façon plus significative à partir de charges plus élevées. La différence principale entre les amorphes et les semi cristallins se manifeste principalement au niveau de la limite élastique, un crochet avec stade d'adoucissement dans le premier groupe, transition progressive comme l'illustre la courbe figure 11.a et figure 11.b. On remarque que le comportement de tous ces polymères est relativement semblable. En comparant le PEHD à d'autres polymères semi cristallins, celui-ci est l'un des polymères qui présente la plus importante ductilité à température ambiante; et un taux de cristallinité parmi les plus élevé. Mais par contre sa limite élastique et son module d'Young ont des valeurs très faibles des polymères semi cristallins.

La figure 11 représente les Trois courbes typiques de comportement mécanique des Polymères[12].

**Fig.11:** Trois courbes typiques (ci-dessus) de comportement mécanique des Polymères, (a), (b) et (c). [12]

### *V.1.1. Comportement macroscopique, courbe de traction du PE.*

En traction, la déformation du PE passe par plusieurs stades comme le montre la figure 12.a et 12.b. A très faibles déformations, le matériau se déforme de manière viscoélastique. C'est alors la phase amorphe qui se déforme, du fait de son module beaucoup plus faible que celui de la phase cristalline.

Ensuite, les lamelles cristallines commencent à être cisillées, ce qui entraîne un comportement plastique. Selon la microstructure du PE, la contrainte d'écoulement sera alors plus ou moins élevée.

Il s'en suit une phase d'adoucissement. A ce stade, le cisaillement des cristallites se multiplie en avalanche, et une striction macroscopique se forme dans l'éprouvette. Durant cette phase, de la cavitation peut alors être observée. 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.

Durant le plateau, la striction se propage le long de l'éprouvette, reproduisant ainsi les mêmes mécanismes de déformation plastique à chaque point de l'éprouvette. Une fois la striction entièrement propagée, la structure est entièrement fibrillée. Il s'en suit une phase de durcissement du matériau jusqu'à sa rupture[5].

Limite élastique



**Fig.12-a:** Courbe de traction contrainte nominale/déformation nominale et les principaux processus de déformation.[5]

**Fig.12-b:** Courbe de traction typique d'un polymère semi-cristallin.[13]

### ***V.2. Relation entre les paramètres rhéologiques les paramètres Microstructuraux.***

La structure complexe des polymères semi-cristallins rend difficile l'établissement d'une relation entre les paramètres morphologiques le comportement global macroscopique du matériau. La tendance est bien souvent de se focaliser sur le comportement de la phase cristalline et de connaître les effets de la cristallinité sur la limite élastique et le durcissement. Pour cela, on regarde l'impact engendré par la modification d'un paramètre cristallin comme une variation de cristallinité, d'épaisseur des lamelles, de la masse moléculaire ou bien un changement de procédure de cristallisation, de recuit, de refroidissement. Cependant, les phases cristallines et amorphes étant étroitement liées, le réseau amorphe exerce toujours des contraintes sur la structure cristalline, plus ou moins importantes selon l'état de déformation du matériau.

En effet, aux grandes déformations, le comportement devient notamment régi par les efforts dus à la résistance produite par l'étirement du réseau amorphe enchevêtré. Dans ce dernier cas, la réponse mécanique est corrélée avec les propriétés du réseau dans la phase amorphe, qui sont elles-mêmes dépendantes de paramètres moléculaires tels que la masse moléculaire, l'architecture des chaînes, la densité d'enchevêtrements et la densité de molécules de liaisons[14].

#### ***V.2.1. Le régime viscoélastique***

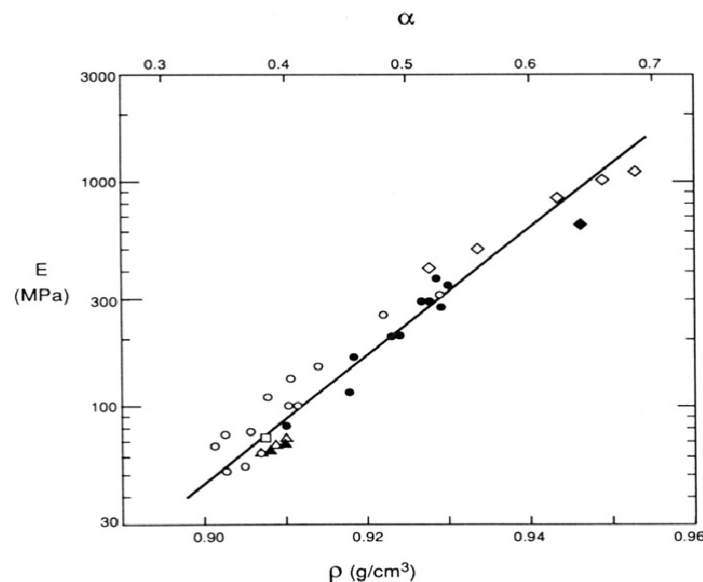
Il est souvent précisé que le comportement aux faibles déformations est plutôt gouverné par les propriétés de la phase cristalline. Bartczak et Kozanecki montrent notamment que le module élastique du polyéthylène augmente avec le taux de cristallinité. Cependant, nous rappelons que le régime viscoélastique correspond aux mécanismes de déformation impliquant essentiellement la phase amorphe et que sa contribution au comportement macroscopique ne peut être oubliée. En ce sens, Butler et Al. Précisent qu'une augmentation de la phase cristalline combinée à une réduction du nombre de molécules de liaisons par un recuit des échantillons, a une influence sur le régime viscoélastique en facilitant la séparation inter lamellaire [14].

### *V.2.2. La limite élastique*

Des travaux rapportent qu'à masse moléculaire constante, la contrainte à la limite élastique croît avec le taux de cristallinité et qu'elle est proportionnelle à l'épaisseur des lamelles cristallines. Ce résultat n'est pas surprenant dans la mesure où la phase cristalline est capable de supporter des contraintes plus importantes que la phase amorphe. Par ailleurs, l'augmentation du taux de cristallinité abaisse la valeur de la déformation correspondant à la limite d'élasticité car cette opération réduit la quantité de phase amorphe pouvant accommoder la déformation [14].

### *V.3. Relation entre le module d'élasticité et la cristallinité*

Le module élastique est généralement utilisé pour caractériser un matériau dans son état non déformé et est mesuré pour de très faibles déformations. Une corrélation entre le module et le taux de cristallinité est alors souvent observé. En effet, en première approximation, il paraît logique que le module soit lié à la proportion de phase dure et de phase molle. Plus précisément, lors d'un balayage en cristallinité de 0% à 100% Le module élastique est grossièrement proportionnel à  $x_c$  [15] comme il est illustré sur La figure 13.



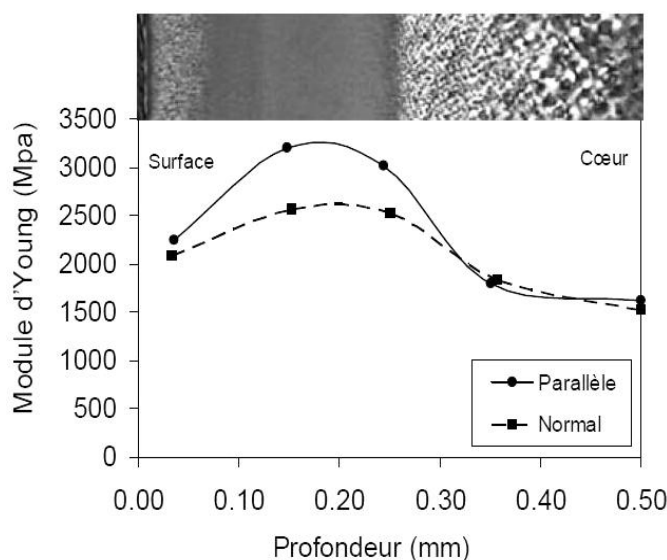
**Fig.13** Dépendance du module d'Young  $E$  avec le taux de cristallinité volumique et la masse Volumique pour le polyéthylène. [15]

### V.4. Evolution des propriétés mécaniques

#### V.4.1. Hétérogénéité de la microstructure

Pour les thermoplastiques semi-cristallins, un fort couplage existe entre les sollicitations thermomécaniques appliquées au matériau et la morphologie cristalline obtenue après refroidissement, qui conditionne ses propriétés finales.

Ceci a notamment été illustré par les travaux du groupe de G. Régnier à l'ENSAM Paris Mendoza : il existe, dans l'épaisseur d'une pièce injectée semi-cristalline, plusieurs zones de microstructures différentes présentant des propriétés mécaniques différentes. Ici, c'est un gradient de rigidité, plus marqué dans la direction parallèle à l'écoulement, qui est mis en évidence comme le montre la figure 14.



**Fig.14** Hétérogénéité de microstructure (observation microscopique) et de rigidité (module d'Young orthotrope) dans la demi-épaisseur d'une plaque injectée d'épaisseur 1 mm en polypropylène isotactique. [8]

Mendoza explique que la morphologie retrouvée à une position donnée dépend des conditions thermomécaniques auxquelles le polymère fondu a été exposé au moment de la solidification. Ainsi, en surface, la couche dite « de peau » solidifie instantanément lors du contact avec la paroi métallique de l'empreinte, sous un cisaillement quasi-inexistant (zone du front de matière, écoulement élongationnel) et une cinétique thermique extrêmement rapide : elle présente une texture à grains très fins. La couche intermédiaire cristallise lors du remplissage et subit un cisaillement important et une cinétique thermique modérée : on y retrouve des fibrilles orientées

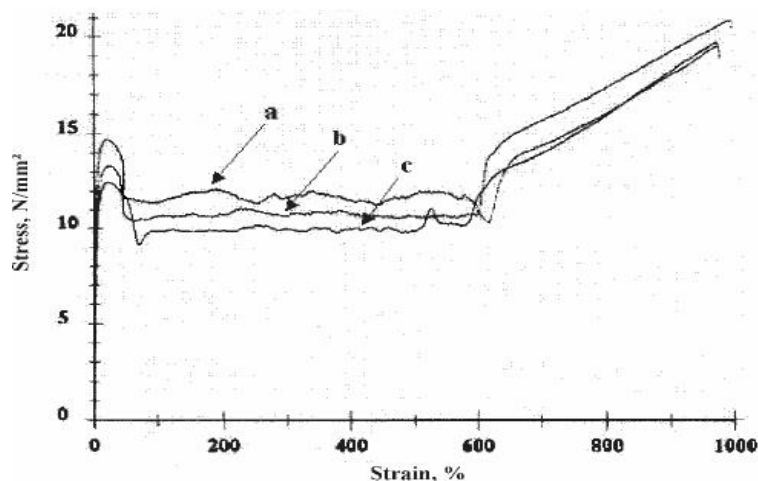
## Partie bibliographique

dans la direction de l'écoulement ainsi que de petits cristallites sphériques. Cette couche présente la rigidité la plus élevée. Enfin, à cœur, le polymère cristallise après la solidification du seuil d'injection, à l'état statique, sous une cinétique thermique très lente : la microstructure se caractérise par des entités sphériques de taille relativement importante. [8]

### V.4.2. Evolution de la résistance à travers l'épaisseur

Les auteurs (N. Kiass et al) ont développés et adoptés une approche mécanique pour étudier l'évolution de la résistance à travers l'épaisseur d'un tube extrudé en PEHD, entre autres identifier les paramètres mécaniques.

La courbe de la figure 15 est identifiée intrinsèquement au comportement des polymères semi cristallins. On remarque que les limites élastiques sont différentes, et évidemment la résistance des couches intermédiaires et internes est plus significative par rapport aux couches externes. Par contre le diagramme de la figure 20 nous renseigne sur l'évolution de la rigidité E (module d'Young) des couches extérieures vers les couches intérieures, dues à une cristallinité. [16]



**Fig.15 :** Comparaison de courbes, (a) à l'extérieur, (b) au milieu, (c) l'intérieur des couches d'un tube en PEHD [16]

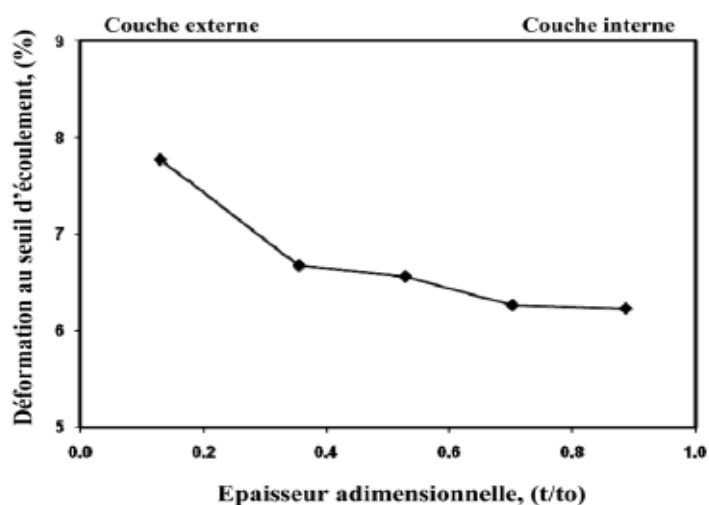
La résistance du matériau à la déformation, varie dans l'épaisseur du tube. Sollicités dans le sens d'extrusion les échantillons prélevés des couches près de la surface interne manifestent une très grande résistance à la déformation par contrairement aux couches près de la surface externe. La figures 16 montre que à

partie de la Surface externe du tube jusqu'à environ 60% de l'épaisseur, une variation de la cinétique d'augmentation des propriétés mécaniques, et dont l'évolution vers l'intérieur du tube, forme un palier plus au moins régulier, qui correspond à une zone non affectée par le gradient de température.[17]

**Fig.16** Evolution du module d'élasticité.[17]

### *V.4.3. Évolution de la déformation au seuil d'écoulement en fonction de l'épaisseur.*

La figure 17-a montre la déformation au seuil d'écoulement  $\varepsilon_y$  augmente de l'intérieur du tube vers la paroi extérieure, et ceci revient en grande partie à la morphologie du tube et sa cristallinité : plus le matériau est rigide moins il est déformable.[18]



**Fig.17-a)** :Évolution de la déformation au seuil d'écoulement en fonction de l'épaisseur dutube.[18]

### ***V.4.4. Évolution de la contrainte d'écoulement en fonction de l'épaisseur.***

L'étude des contraintes d'écoulement  $\sigma_y$  figure 17.b montre qu'il y a une augmentation remarquable en allant de l'intérieur vers les couches externes du tube. Donc une variation des propriétés en allant de l'extérieur vers les couches internes du tube[18]. Ceci illustre clairement que le mode de fabrication du tube, par extrusion et refroidissement rapide depuis la surface externe, a engendré des hétérogénéités de la structure du matériau. Les couches près de la surface externe ont développé une structure moins cristalline ou plutôt amorphe, et les couches près de la surface interne qui s'est refroidie plus lentement, ont développé une structure plutôt cristalline ce qui explique leur rigidité[17].

**Fig.17-b) :** Évolution de la contrainte d'écoulement à travers la paroi du tube.[18]

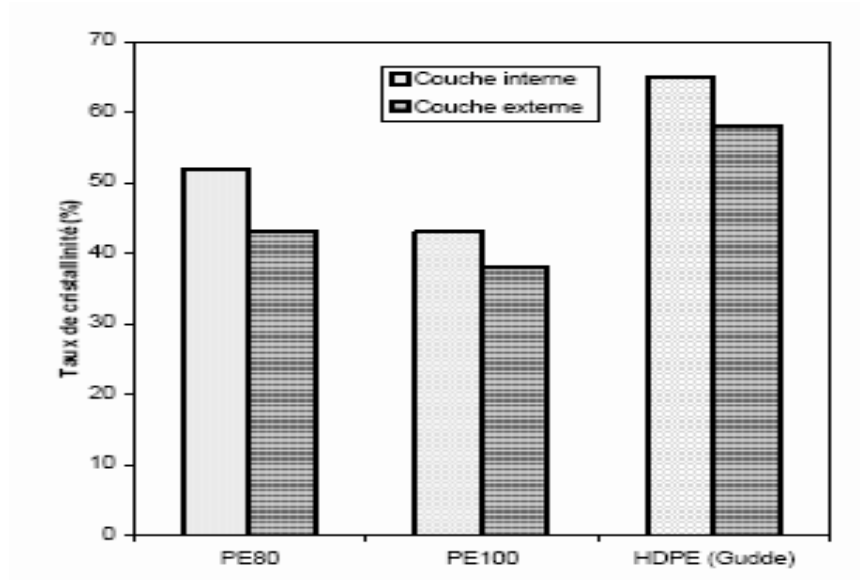
### ***V.5. Evolution des propriétés mécanique à travers la paroi***

#### ***V.5.1. Evolution de la cristallinité***

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 tube est refroidi très rapidement, la structure cristalline n'a pas le temps de croître. La figure 18

représente une comparaison des taux de cristallinité entre la surface interne et la surface externe de tubes en PEHD.

Cette structure explique en partie les comportements des deux surfaces du tube en PEHD. [23]



**Fig.18** Comparaison des taux de cristallinité entre la surface interne et la surface externe de tubes en PEHD. [19]

### ***V.5.2. Evolution de la dureté***

D'après ALIMI Latifa à travers la paroi du tube en PEHD la dureté est variable, elle diminue de l'intérieur vers l'extérieur du tube, cette réduction est aussi reliée au procédé de fabrication, refroidissement rapide de la surface externe, et aussi au taux de cristallinité élevé de la surface interne. Les figures 19.a et 19.b montrent clairement la variation de la dureté et la micro dureté à travers la paroi du tube. Donc la dureté augmente avec le taux de cristallinité.

## Partie bibliographique

---

Ces variations de la résistance à la déformation plastique microscopique du matériau, sont dues à la distribution du taux de cristallinité qui augmente de l'extérieur vers l'intérieur du tube en PEHD.[19]

**Fig.19-a)** : évolution de la micro dureté knoop d'un tube en PEHD.[17]

**Fig.19-b)**: Evolution de la dureté à travers la paroi d'un tube de gaz en HDPE.[19]

### ***VI. Mises en forme et Procédé de fabrication de tube en PEHD***

Les techniques de transformation des plastiques dépendent de la nature des polymères et de la destination des produits finis. Quelques méthodes sont régulièrement utilisées pour la fabrication des pièces et des objets en polymère. Les principaux procédés de fabrication industrielle sont: l'injection, soufflage, l'extrusion.....). Dans notre étude nous nous intéressons au phénomène d'extrusion des tubes.

**Fig.20** : Extrudeuse mono-vis au niveau de l'entreprise CHIALI à SETIF.

### *VI.1. Extrusion des tubes en PEHD:*

L'extrusion est un procédé de fabrication mécanique par lequel un matériau mis sous pression est contraint de traverser une filière, figure 24, qui lui donnera la forme de produit. L'extrusion s'applique à divers produits comme les métaux, les matières plastiques, les caoutchoucs, les matériaux composites et même produits alimentaires.

Elle permet d'obtenir des formes très complexes et des profilés creux. L'extrusion des tubes en PEHD est un processus technologique continu (une injection continue). Elle transporte le long du cylindre (fourreau) la matière du point d'alimentation à la filière, elle plastifie grâce au malaxage et à la chaleur (la température maximale d'extrusion pour les polymères de commodité est 195°C). Elle fait augmenter la pression et force la matière à passer par une filière qui donne la forme désirée. En sortie de filière, le polymère encore fondu subit un étirage isotherme à l'air libre sur une distance variable de 05 centimètres. Avec une certaine portée, l'extrudât est encore dans un état visqueux, un rapide refroidissement est nécessaire pour éviter une déformation ou un fléchissement désagréable; ceci est obtenu par passage dans un calibre. La surface extérieure du tube encore chaude, en contact avec la surface intérieure froide de l'alésage du calibre, se refroidit plus vite que les autres surfaces intérieures du tube; un gradient de température est perceptible, provoquant un changement structurel instantané radial; des zones cristallines peuvent naître. Ceci a été expliqué par le procédé de production des tubes basé sur un système convecteur d'écoulement d'eau avec un gradient de température, qui produit des contraintes résiduelles. [20]

Ce processus de fabrication des tubes le calibre froid a également d'autres avantages lors du refroidissement, il génère une double structure amorphe/semi cristalline alliant les bonnes propriétés mécaniques. Ainsi, au contact du calibre une zone plus amorphe (zone de peau) se crée en surface, assure la ductilité du matériau. Celle-ci enveloppe une zone semi cristalline au cœur plus résistante, qui donne au matériau de bonnes propriétés mécaniques et notamment une bonne tenue aux efforts de flexion et de compression, dont nos tubes enterrés sont soumis réellement. La table 2 montre les différents éléments de procédé.

## Partie bibliographique

	<b>Nom</b>	<b>Fonction</b>	<b>Composante</b>
<b>Elément 1</b>	Extrudeuse	Fusion des granulés en polyéthylène	Trimé, vis, fourreau
<b>Elément 2</b>	Tête d'extrusion	Met la matière sous forme de tube	Filtre Filière entrefer sonde T°, pression
<b>Elément 3</b>	Banc de conformation et de refroidissement	Calibration et dimensionnement	Conformateur et bacs de refroidissement
<b>Elément 4</b>	Périphérique	Tirage et découpage et conditionnement	Banc de tirage, scie et enrouleur

**Tableau 2.** Différentes éléments de procédé d'extrusion

### ***VI.2. Principe de fonctionnement d'une extrudeuse:***

#### ***VI.2.1. Extrudeuse***

L'extrudeuse est souvent mono-vis. C'est l'élément essentiel d'une ligne d'extrusion. Elle a pour fonction de convoyer de fondre et plastifier des granulés de polymère, aussi homogénéiser et mettre sous pression la matière pour la pousser dans la tête d'extrusion. L'extrudeuse mono-vis est constituée d'un fourreau chauffé en différents températures de plusieurs zones dans lequel une vis sans fin à l'intérieur de ce cylindre peut se mouvoir sous l'action d'une puissance motrice d'un moteur électrique à courant continu, c'est le principe de la vis d'Archimède; dont le mouvement de rotation pompe les granulés de PEHD de la zone d'alimentation vers la sortie de la filière. La vis hélicoïdale est conçue de manière à ce que la friction soit maximale dans le polymère[21]. Elle est subdivisée en tronçons de fonctionnalités différentes, voir figure 21.

**Fig.21** les quatre zones de fonctionnalités de l'extrudeuse.

➤ **La zone 1 d'alimentation** : d'une manière automatique, le polymère descend dans la trémie hermétique située au-dessus de l'extrudeuse qui sert à alimenter et compacter les granulés encore froids. Dans cette zone les granulés sont amenés entre la vis et le cylindre et commencent à fondre sous l'effet de la chaleur du cylindre qui atteint 185°C.

➤ **La zone 2 plastification** : cette zone est située au centre de la vis, où la friction est maximale. Cette zone porte également le nom de zone de fusion, la coexistence du polymère encore solide et du polymère déjà fondu, c'est le passage de l'état solide à l'état liquide (fusion) est réalisé progressivement dans cette zone, grâce à la fois à la chaleur de 190°C fournie par conduction et à la dissipation d'énergie de cisaillement.

➤ **La zone 3 de pompage** : sert à homogénéiser la matière totalement fondue de température de 185°C provenant de la zone de compression et à la transporter jusqu'à l'outillage de conformation qui est constituée d'un pinceau et d'une filière, à ce niveau l'extrudât pâteux prend la forme de tube. Cette zone sert à générer la pression nécessaire pour le passage de la matière dans l'outillage de conformation. Ce qui aboutit à mettre le polymère visqueux en pression pour obtenir un débit régulier dans la filière qui est maintenue à 160 Kg/h avec une vitesse de rotation de l'extrudeuse égale à 32.8 tr/min, la pression à l'entrée atteint 190 bar.

La pression à la sortie correspond à la pression de travail nécessaire pour alimenter la tête d'extrusion.

➤ **La zone 4 de mélange** : pour introduire d'autres composants de manière homogène dans la matière (colorants, principes chimiquement actifs, ou encore noir de carbone).

### **VI.2.2. Tête d'extrusion**

Les têtes d'extrusion de tubes doivent répartir l'écoulement de manière uniforme, pour cela on différencie deux parties :

➤ Le premier servant à assurer la répartition de l'écoulement selon la circonférence, ce rôle est effectué par un poinçon.

➤ Une autre partie assurant l'adaptation à des épaisseurs ou différents diamètres (l'outillage) avant la sortie de la matière à l'air. L'outillage entraîne une orientation moléculaire plus importante dans la direction de l'extrusion, ce qui implique des

propriétés mécaniques (du tube formé) différentes entre la direction de l'extrusion et la direction perpendiculaire [22]. C'est la filière donc qui détermine la préforme finale du produit. Cependant, le tube étant souvent à l'état semi solide (une patte), nécessite des systèmes de refroidissement.

### ***VI.2.3. Le calibrage***

La calibration a deux fonctions essentielles :

- la première consiste à fixer le diamètre extérieur du tube à la dimension souhaitée en plaquant le tube sur la surface intérieure froide de l'alésage du calibreur.
- la deuxième consiste à refroidir, donc à solidifier une épaisseur suffisante du matériau afin d'obtenir une résistance suffisante aux forces de tirage et éviter le fluage de la matière sous l'action de la gravité, ce qui peut amener à une déformation du tube. faciliter le glissement du tube dans le calibreur d'où le système de calibration est à l'origine d'un refroidissement hétérogène. En cherchant à refroidir la surface externe du tube pour en figer les dimensions, et cela engendre un fort gradient thermique à travers l'épaisseur. Ainsi, la morphologie cristalline varie fortement entre la peau et le cœur du tube créés pendant la calibration. Le degré de cristallinité est donc différent à travers l'épaisseur, étant donné la différence des vitesses de refroidissement mises en jeu. On crée ainsi des zones à travers l'épaisseur du tube, une zone de peau (couche en contact avec la paroi du calibre) et une zone intermédiaire et une zone de cœur (zone médiane) qui est isolée thermiquement du calibre par la matière intermédiaire. Le tube en PEHD est tiré à travers un calibreur à douille sèche (manchon), sans lubrification (contact direct entre le tube et la douille montré sur la figure 22[23]. Ces manchons sont fabriqués avec des matériaux possédant une bonne conductivité thermique comme le laiton, le cuivre, ou le bronze. Les conséquences de la calibration impliquent des phénomènes physiques importants: frottements, étirage et orientation macromoléculaire, des contraintes internes (résiduelles) et refroidissement hétérogène.

**fig.22** :Exemple de calibration

Sur le plan structural, la calibration apparaît comme l'étape déterminante dans le développement de la structure du tube et de ses propriétés finales. Après avoir amené le polymère à la température de cristallisation souhaitée ( $T = 120^{\circ}\text{C}$ ) pour le PEHD dans le calibre, on peut considérer que l'étirage provoque une réorganisation de la structure du polymère, c'est à dire pendant le formage et le refroidissement initial de l'extrudât; conduit à une orientation privilégiée des chaînes et des lamelles cristallines. La température à laquelle est réalisé l'étirage joue un rôle prépondérant sur la qualité de l'orientation; l'étirage doit être impérativement effectué au-dessous de la température de fusion ( $T_f = 130^{\circ}\text{C}$ ), afin d'empêcher la relaxation immédiate du système dès que la contrainte est relâchée [24], voir le schéma de la figure ci-dessous.

**Fig.23** : Cristallisation induite par l'écoulement dans une filière lors de l'extrusion [24]

➤ ***Banc de conformation et de refroidissement :***

Après son passage de tube dans le calibre, le tube doit être refroidi dans des bacs de Refroidissement ce dernier se fait en deux modes.

## Partie bibliographique

---

- Refroidissement sous vide il démarre une fois que le tube sort de la filière, le refroidissement se fait à pression afin de garder les dimensions de tube.
- Refroidissement par des douches d'eau : Le tube poursuit son refroidissement par déplacement (un tirage), il passe dans des bacs contenant par des arrosoirs (aspersion) à une température de 10°C à 13°C le refroidissement se fait qu'à l'extérieur de tube avec une vitesse de 1.9m/min.

### ***VI.2.4. Autre périphérique :***

Les unités de tirage doivent tirer le tube extrudé avec une force suffisante et une régularité absolue, on se sert surtout de tireuses à chenilles. La vitesse de chaque chenille doit être contrôlée précisément car elle va influencer très fortement sur les dimensions du tube et en particulier sur son épaisseur. Pour un diamètre intérieur donné d'un tube, cette vitesse est proportionnelle au débit fourni par l'ensemble extrudeuse et pompe à engrenages, qui est en fonction aussi de la vitesse de l'écoulement du polymère dans la filière. Il n'y a pas une formule mathématique pour cela, ce sont les paramètres de la machine et l'expérience du fabricant qui détermine  $D_{int} = f(\text{vitesses de remorquage})$ .

Il se fait coupé selon les dimensions désirées puis enroulé sous forme de bobine.

### ***VI.3. Principaux effets d'extrusion***

#### ***VI.3.1. influence sur la morphologie***

La mise en forme du matériau ou le traitement thermique ont une influence sur la microstructure. L'augmentation de la masse molaire conduit à une diminution du taux de cristallinité pour une température de cristallisation isotherme donnée, mais à une augmentation de l'épaisseur des lamelles.

Les conditions de mise en œuvre du matériau jouent un rôle important sur le taux de cristallinité dans la paroi de tubes de PE, et on retiendra les paramètres suivant : 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. La taille des sphérolites, la distribution des tailles et les changements morphologiques dans les sphérolites varient avec l'histoire thermique et les agents de

nucléation. Au cours d'un procédé de mise en œuvre, les différentes conditions de refroidissement local peuvent conduire à différentes morphologies sur l'épaisseur de l'échantillon. Dans les zones de refroidissement rapide on obtient plutôt une microstructure à sphérolites de très petite taille, voire non sphérolitique, et à un faible taux de cristallinité. De la même manière, une trempe depuis l'état fondu diminue le 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. L'effet d'un recuit, et notamment la température du recuit, a un rôle important sur la morphologie. Cela se caractérise en général par l'apparition d'irrégularités en DSC dues à la formation de nouveaux cristaux au cours des étapes de refroidissement et de fonte du matériau. [25]

### *VI.3.2. Influence de l'écoulement*

Les polymères thermoplastiques sont constitués de macromolécules flexibles, aisément déformables dans un écoulement. A l'état de pelote statistique, à l'état fondu au repos, ces macromolécules tendent à s'orienter dans le sens de l'écoulement. Cette orientation a les effets suivants sur les phénomènes de cristallisation:

- Augmenter le nombre de germes, ce qui entraîne une diminution de la taille des arrangements cristallins;
- Disposer les germes en lignes parallèles à la direction de l'écoulement;
- Entraîner une croissance anisotrope des cristaux lamellaires. Comme les segments macromoléculaires se déposent sur la surface de croissance des cristaux lamellaires perpendiculairement à la direction de croissance, l'élongation des macromolécules à l'état fondu privilégie la croissance de ces cristaux dans la direction perpendiculaire à l'écoulement.

### *VI.3.3. L'influence de la surface des outillages*

La paroi des outillages (l'extrudeuse, moule d'injection, conformateur,...) jouent souvent un rôle important sur les phénomènes de germination. En effet, si un grand nombre de germe est créé en surface, leur proximité ne permet qu'une croissance unidirectionnelle, perpendiculairement à la surface. Newman [2] a montré que cet effet géométrique pouvait à lui seul expliquer les phénomènes de

transcristallinité, c'est-à-dire la croissance préférentielle, en surface, des entités cristalline perpendiculairement à la surface de l'outillage [26].

### *VI.3.4. l'influence d'un gradient thermique*

Dans un gradient thermique, les cristaux en croissance rencontrent des zones de températures différentes et par conséquent leur vitesse de croissance va varier avec la température. Cette variation de la vitesse de croissance modifie la forme des sphérolites qui tend à devenir parabolique. Ce phénomène a été décrit et interprété par Lovinger et Gryte. Leur modèle montre que les cristaux croissant dans la direction des températures croissantes s'incurvent peu à peu pour devenir parallèles au gradient thermique. Dans les zones transcristallines, cet effet de croissance parallèlement au gradient thermique peut s'ajouter à l'effet de germination dû à la paroi de l'outillage.

Le gradient de température qui s'opère pendant le processus de fabrication du tube n'engendre pas seulement des variations de la microstructure, la phase amorphe étant moins rigide que la phase cristalline développe une résistance à la déformation plastique moins que celle de la phase cristalline mais aussi des variations de contraintes internes dans le tube.[26]

Le profil des contraintes résiduelles est dépendant du coefficient de dilatation, du module d'Young du matériau solide et de la différence de température entre les couches au moment de la solidification de la couche supérieure. Ainsi plus le refroidissement est rapide, plus la différence de retrait entre les couches est importante, et plus les contraintes sont importantes.

Le profil final des contraintes sera la conséquence du retrait thermique hétérogène dans l'épaisseur et de la répartition entre les couches des contraintes équilibrant le chargement extérieur.

➤ Le retrait thermique a pour effet de fixer des contraintes de compression dans les couches solidifiées en premier. présence de contraintes résiduelles à la fin du refroidissement est due :

➤ à la thermo - dépendance de la loi de comportement du matériau. Les températures initiales et finales étant chacune homogènes dans l'épaisseur, il n'y aurait pas de contraintes résiduelles si la loi de comportement du matériau n'évoluait

## Partie bibliographique

---

pas au cours du refroidissement. La thermo-dépendance du matériau limitée au début à la définition de deux états (liquide - solide) a pu être généralisée par l'introduction du comportement viscoélastique.

➤ à l'évolution du gradient de température dans l'épaisseur lors du refroidissement, qui est à l'origine de la formation des contraintes résiduelles pour les deux types de mécanisme.

➤ à la variation du volume spécifique lors du refroidissement du premier type de contraintes résiduelles étudiée.

➤ à l'évolution du chargement extérieur. Les contraintes nécessaires pour équilibrer les variations se concentrent essentiellement dans les couches solidifiées.

### **Fig.24** Distribution des contraintes lors de la cristallisation. [7]

La figure 24 montre la distribution des contraintes entre les couches fluide (non cristallisé) et solide (cristallisé) lors de la cristallisation du matériau.

Le front de solidification est représenté par le trait noir continu. Pour le polyéthylène basse densité radicalaire, les contraintes dans la partie fluide diminuent progressivement au cours de la solidification. Les contraintes dues à la force d'étirage vont ainsi se répartir sur l'ensemble des couches : 60% des contraintes qui étaient équilibrées par les couches à l'état fluide avant la cristallisation vont être redistribuées dans les 0,2mm extérieur du tube. Nous constatons que les contraintes axiales diminuent très rapidement dans la partie fluide du PEbdl mais ne s'annulent pas complètement. [7]

## Partie bibliographique

---

Les figures 25.a et 25.b, décrivent l'influence sur les profils des contraintes après relâchement de la dépression. La diminution de température de l'eau de refroidissement augmente la variation du volume spécifique entre la solidification et la fin du refroidissement, ce qui a pour effet de fermer davantage le tube.

La température de l'eau de refroidissement et le coefficient d'échange thermique ont une influence sur la vitesse de refroidissement des couches extérieures. En augmentant le refroidissement des couches extérieures, on augmente la fermeture du tube. On fixe moins de contraintes de traction dans les couches extérieures car celles-ci étant plus froides, elles sont plus rigides, donc la déformation axiale permettant d'équilibrer les forces axiales est plus faible.

**Fig.25.a** influence du refroidissement : Température de l'eau. Profils de contraintes résiduelles[7]

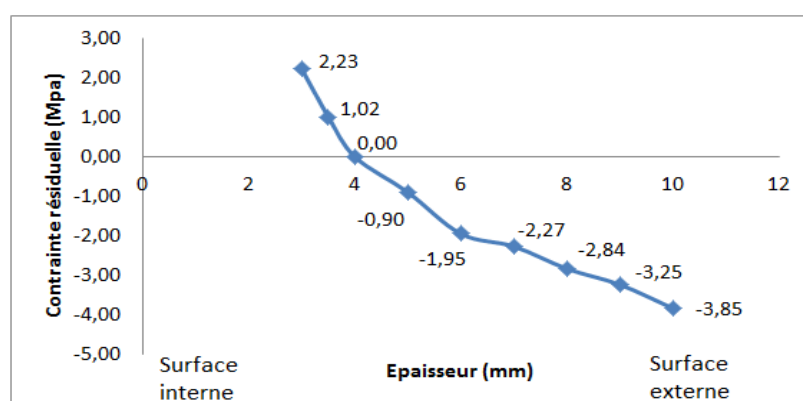
**Fig.25.b** influence du refroidissement : coefficient d'échange thermique H - Profils de Contraintes résiduelles. [7]

Le procédé de fabrication de tube en PEHD influe sur la variation et la distribution des propriétés mécaniques (l'hétérogénéité de la microstructure, le taux de cristallinité, la micro-dureté et le profil des contraintes résiduelles ....) à travers la paroi des tubes extrudés.

### *VI.3.5. Distribution des contraintes résiduelles dans un tube en PEHD.*

Les contraintes résiduelles apparaissent lors du processus d'extrusion des tubes en PEHD. La surface externe de tube est soumise à une diminution brusque de température, tandis que sa surface interne est soumise à l'air libre.

Pour mieux cerner la distribution des contraintes résiduelles sur les parois de tube PEHD. La combinaison des deux méthodes (l'anneau coupé combiné avec la méthode l'enlèvement de couche) nous ont aidé à conclure qu'il y a une hétérogénéité entre les couches externes et internes de la paroi de tube en PEHD.



**Fig.26** distribution des contraintes résiduelles suivant l'épaisseur de tube PEHD[27].

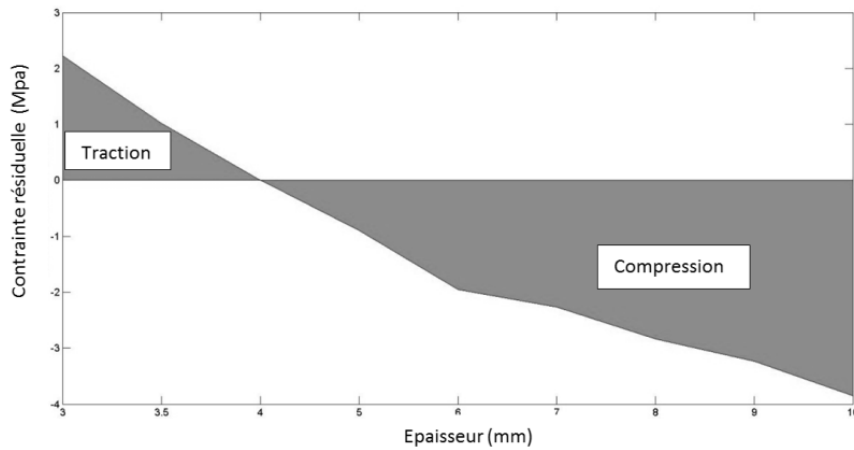
La figure 26 nous montre le fluage libre sous l'effet des contraintes résiduelles. Un fluage sans chargement extérieur que chaque anneau présente un champ de contraintes résiduelles positif ou négatif :

La figure 27 nous visualise plus sur la distribution des contraintes résiduelles suivant l'épaisseur de la paroi de tube où les contraintes sont divisées en trois catégories suivantes :

- **Les contraintes de compression** : ces contraintes se présentent sur les couches externes de tube de PEHD.

## Partie bibliographique

- **Les contraintes de traction** : ces contraintes se présentent sur les couches internes de tube.
- **Les contraintes nulles** : ces contraintes se trouvent dans une zone de transition qui est située à une distance de 4mm de la surface interne de tube[27].



**Fig.27** différents type des contraintes résiduelles dans la paroi de tube PEHD[27].

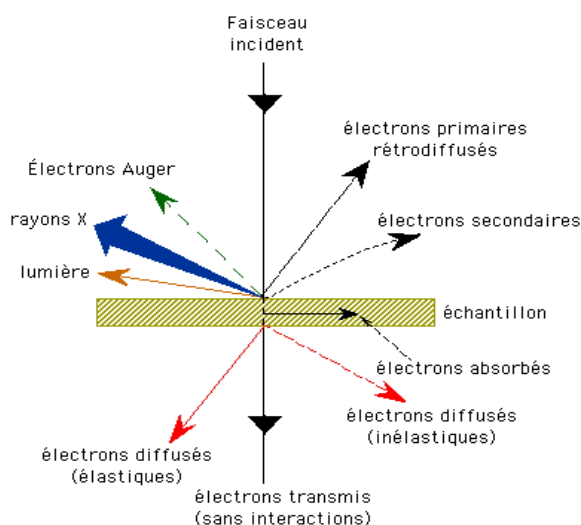
## VII. Techniques de caractérisation des polymères.

Dans ce qui suit ; nous exposons les différentes techniques ainsi les différents équipements utilisés généralement pour caractériser les matériaux en particulier polymères, parmi ces techniques nous citons ; Calorimétrie différentielle à balayage (DSC), la microscopie électronique à balayage (MEB), la micro-dureté.

### VII.1. Microscopie électronique à balayage.

Le Microscopie Electronique à Balayage (MEB) est un appareil, pouvant fournir rapidement des informations sur la morphologie et la composition chimique d'un objet solide. Son utilisation est courante en chimie, métallurgie et d'autres domaines.

Le principe est de bombarder la matière avec un faisceau électronique, produisant ainsi une série de signaux: déflexion des électrons primaires, production d'électrons secondaires arrachés de l'échantillon et les rayons X. Ces phénomènes ne vont pas servir à former directement une image de l'objet comme c'est le cas pour les rayons lumineux dans les microscopes optiques. Ici, c'est le balayage point par point de la surface par le faisceau électronique qui donne des informations. En chacun d'eux, l'instrument mesure le nombre des électrons rétrodiffusés, celui des électrons secondaires captés ou les longueurs d'onde des rayons X produites. La collecte va varier selon l'angle que forment les trajectoires de ces particules ou les rayons X avec la direction du faisceau, d'où l'impression de relief [20] la figure 28.



**Fig.28** Différents sortes de signaux émis par les interactions entre les électrons incidents et l'échantillon.

Le MEB à la différence des microscopes électroniques conventionnels ; il possède une chambre d'analyse figure 30, ce genre de microscope, permet de travailler sur n'importe quel échantillon (non conducteur, hydraté, etc ...) avec une excellente résolution, grâce à un détecteur d'électrons secondaires gazeux (GSED).

L'ionisation dans la chambre d'analyse élimine les artefacts dus aux effets de charge communément observés pour les échantillons électriquement isolants (non conducteurs).

Toutefois, il va se distinguer des microscopes électroniques à balayage traditionnels par deux caractéristiques qui sont: sa chambre d'analyse à pression et à température variables, son détecteur d'électrons secondaires [23].

### ***VII.2.1. Principe de fonctionnement du MEB.***

Avant d'être accélérés par un champ électrique, les électrons portant une charge négative, sont extraits d'un filament chauffé (effet thermo ionique) ou d'une pointe portée à un très haut potentiel négatif (émission de champ). Dans ce dernier cas, ils s'échappent tous d'une zone quasi ponctuelle (Wehnelt), là où le champ électrique voit son intensité multipliée par l'effet de pointe. Une anode de signe positif percée d'un trou, produit le champ accélérateur de ce canon à électrons. Ces particules sont ensuite focalisées par des bobines magnétiques (condensateurs).

Deux étages de condensateurs permettent d'homogénéiser le faisceau en énergie avant d'entrer dans les champs perpendiculaires et alternatifs de deux bobines magnétiques produisant le balayage sur un carré de surface. Plus ce carré est petit, plus fort est l'agrandissement du microscope.

### ***VII.2.2. Formation de l'image:***

Les atomes de la surface sont bousculés par cette pluie d'électrons. Soit l'électron rebondit sur l'atome comme une bille sur un ballon (électron rétro diffusé), soit il excite l'atome en perturbant son nuage électronique.

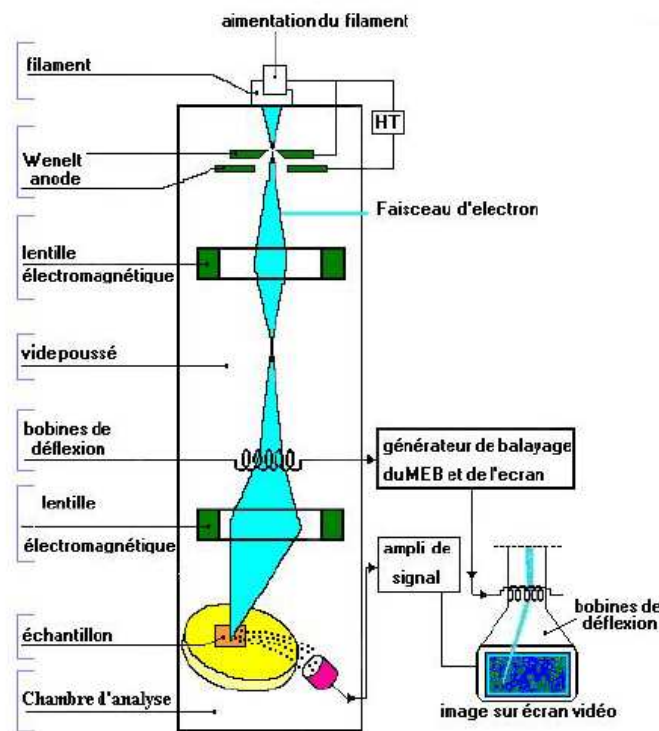
Dans ce dernier cas, l'atome se désexcite en rejetant un électron; lorsque celui-ci se retrouve à l'extérieur du matériau, c'est un électron secondaire qui est moins rapide et qui peut donc être capté à l'aide d'une sonde portée à un potentiel faiblement

## Caractérisation des polymères

positif. La quantité de ces électrons secondaires ne dépend que de l'angle d'incidence du faisceau; plus elle est grande, plus le volume excité est grand, donc plus la production est importante. Les images obtenues grâce à la détection de ces électrons secondaires représentent essentiellement la topographie de l'échantillon.

Les pentes bien orientées par rapport au détecteur paraissent plus lumineuses alors que celles qui envoient leurs électrons secondaires du côté opposé à celui du détecteur paraissent sombres. Le diamètre de cette zone de réémission donne la résolution du microscope, au minimum celui du diamètre du faisceau 10 nm.

En revanche, les électrons rétro diffusés proviennent d'un volume plus important. Les électrons primaires traversent plusieurs couches atomiques avant de rebondir. La nature chimique du matériau influence leur nombre car plus l'atome est lourd, plus grand est son nombre de charges et plus difficile l'absorption de l'électron, la définition est donc plus faible (100 nm), mais le contraste est chimique.



**Fig.29** Un schéma de principe simplifié d'un microscope électronique à balayage (MEB).

### VII.2.3. Chambre d'analyse:

La chambre d'analyse du MEB, constituée d'un porte objet et de détecteurs, permet de travailler dans une atmosphère gazeuse sous des pressions relativement élevées (jusqu'à 50 Torr), sous différentes températures (-200°C à 2000°C) et avec différentes compositions de gaz (H<sub>2</sub>O, Ar, He,...). Grâce à cette particularité, on peut réaliser des expériences et observer des échantillons hydratés, huileux ou isolants. En effet, les électrons réémis par l'échantillon, en ionisant le gaz lors de leur passage, créent des ions positifs qui vont venir neutraliser les charges générées à la surface des échantillons isolants [25].



**Fig 30** Description de la chambre d'analyse et son détecteur GSED d'un MEB [23].

#### VII.2.3.1. Détecteur d'électrons secondaires (GSED):

Ce détecteur GSED (Gaseous Secondary Electron Detector) est situé sur un circuit imprimé, sous la dernière ouverture. Il est de forme annulaire et permet une discrimination entre les électrons rétrodiffusés et les électrons secondaires. De même il est sensible au faible courant de faisceau et insensible à la lumière et à la chaleur.

Ce détecteur utilise l'environnement gazeux de la chambre comme milieu amplificateur des électrons secondaires faiblement énergétiques. En effet, les électrons secondaires émis après l'impact du faisceau primaire avec l'échantillon vont entrer en

interaction avec les molécules du gaz neutre et de ce fait, l'ionisation va créer des électrons libres supplémentaires engendrant un phénomène de cascade électronique et aboutissant à une amplification du signal.

### ***VII.3. La micro-dureté.***

On peut définir la micro-dureté par empreinte comme une mesure de la résistance d'un matériau à la déformation plastique, lors de la pénétration d'un pénétrateur dur dans un matériau plus tendre.

Le résultat obtenu lors de l'essai va dépendre de la méthode d'essai utilisée, c'est à- dire de la charge et de la durée, du type de pénétrateur (géométrie/matériau) et de l'application de la méthode d'essai. L'essai de dureté utilisé dépend du type de matériau, la dimension de la pièce et de son état. Donc, la méthode utilisée devrait toujours être indiquée avec le résultat obtenu.

Lors des essais de micro-dureté, il est important de garder sous contrôle les paramètres influençant l'essai afin de garantir la précision et la répétabilité. Pour les métaux, les essais de dureté par empreinte sont utilisés. Les essais les plus communs sont les essais Rockwell, Vickers, Brinell et Knoop.

Les essais de micro-dureté représentent un outil utile pour l'évaluation des matériaux, le contrôle qualité des processus de fabrication. Ils donnent une indication sur les propriétés d'un matériau, telles que sa robustesse, sa ductilité et sa résistance à l'usure. Généralement dans le cas des polymères on utilise la micro-dureté knoop.

#### ***VII.3.1.Prescription technique d'essais.***

Ce vérificateur doit être installé sur un emplacement dénué de toute vibrations doivent être éliminées par tous les moyens, sinon erreurs seront inévitables dans les valeurs mesurées.

Dans le cas où la machine est installée par la force des circonstances dans une chambre accusant quelque vibrations, il nécessaire de prendre toutes les dispositions pour les réduire au plus bas niveau possible.

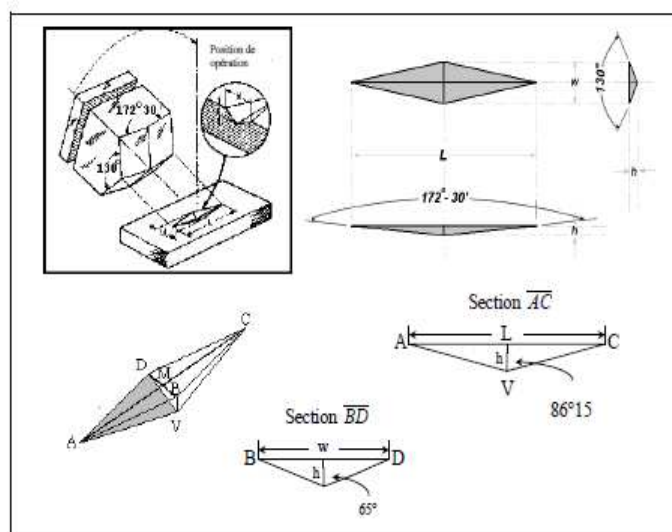


**Fig.31** Microduromètre branché avec l'ordinateur.

Il est recommandé d'effectuer les mesures à la température normale de la pièce. Veiller à ce que la pièce dans laquelle s'effectuent les mesures soit dénuée d'humidité et éviter le voisinage de produits chimiques corrosifs tels que sulfite d'hydrogène ou autres acides. Le bouchon de protection pour l'oculaire et la hausse en vinyle doivent être positionnés lorsque le microduromètre n'est pas en fonction.

### ***VII.3.2. Essai de microdureté Knoop.***

Dans l'essai de Knoop, le pénétrateur est en diamant de forme géométrique pyramidal à base losange, dont les diagonales sont sensiblement dans le rapport de 7 à 1. L'angle au sommet dans le sens de la grande diagonale est de  $172^{\circ} 30'$  et l'angle transversal est de  $130^{\circ}$ . L'avantage du pénétrateur Knoop est de donner une empreinte suffisamment grande pour une très faible charge, pour cela en sollicitant toujours un volume très réduit de matière [24].



**Fig.32** Schéma de l'indenteur Knoop [28].

### ***VII.3.3. Description de la micro-dureté Knoop***

La machine d'essai de micro-dureté Knoop comporte les méthodes suivantes :

- Opérations avant l'essai qui permet d'avoir le sommet de l'empreinte correspondant avec l'axe de la tête optique.
- Exécution de l'essai qui présente l'application des forces destinée à appliquer la force d'essai sur la pièce à essayer par l'intermédiaire du pénétrateur.
- Mesure de l'empreinte qui est produite par le pénétrateur, après enlèvement de la force d'essai.

#### ***VII.3.3.1. Opérations et exécution de l'essai***

Pour l'exécution de l'essai, il faut réaliser les étapes suivantes :

- Après avoir installé l'échantillon dans l'étau et l'amener en position de mesure, il faut régler la visée en tournant les boutons de réglage rapide et choisir l'emplacement à mesurer en observant la surface de l'échantillon à l'aide des deux micromètres de la platine, et éviter tout mouvement brusque avec le bouton de réglage rapide de mise au point rapide afin d'éviter une approche soudaine du pénétrateur et de l'échantillon.

L'objectif de mesure doit être installé sur le tube télescopique en tournant le bouton du révolvrer vers la droite, sans l'utilisation de l'objectif d'observation, parce que l'objectif de mesure doit être approché de l'échantillon jusqu'à ce que la distance frontale devienne égale à 0,2 mm, et régler les deux boutons de réglage fin de visée et les deux micromètres de la platine d'une manière plus précise que précédemment de telle façon que la partie minuscule de l'échantillon puisse être mise au point au croisement de la huitième ligne de l'échelle standard avec la ligne verticale standard.

Après avoir fait amener le pénétrateur juste au-dessous de l'axe optique en tournant vers la gauche le bouton de commande de la tourelle révolvrer, choisir la durée désirée de maintien en charge et pousser le bouton commandant le départ de la charge sur "ON", la lampe témoin doit s'allumer.

Cela signifie que le levier de charge est libéré de son point de départ et que le diamant commence sa course au moment de la mise en marche du moteur. Lorsque la

durée de charge est terminée la lampe témoin doit s'éteindre automatiquement et à cet instant le levier de charge doit retourner à son point de départ.

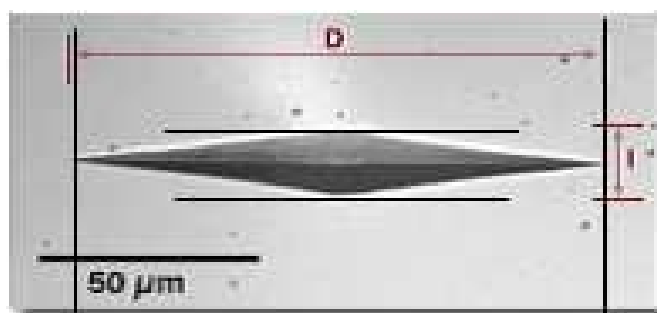
L'objectif de mesure doit être placé sur l'axe optique en tournant le levier de commande du révolvrer vers la droite, et conserver le plus grand calme durant la manipulation du révolvrer, on accordera une attention particulière aux échantillons présentant une certaine rugosité.

Après avoir vérifié à nouveau la mise au point, mesurer les diagonales de l'empreinte en utilisant l'échelle de mesure, déterminer ensuite la dureté par calcul ou avec la table de conversion.

### *VII.3.3.2. Mesure de l'empreinte*

Après avoir desserré le verrou de fixation, faire tourner le micromètre oculaire de telle manière qu'un diagonale de l'empreinte soit amenée parallèle avec la ligne standard de visée, puis resserrer le verrou, et doit vérifier que l'échelle de mesure indique zéro et régler la visée en tournant le bouton de déplacement vertical de la visée dans le sens des aiguilles d'une montre ou en sens inverse, de telle manière que la partie inférieure de la diagonale citée ci-dessus rencontre le bord le plus voisin de l'échelle standard.

Ensuite compter le nombre des lignes de l'échelle standard qui se trouvent à angle droit par rapport à la ligne diagonale en travers de l'empreinte, et qui parmi aussi se trouvent perpendiculaires à la ligne diagonale en travers de l'empreinte, choisir la plus voisine de l'extrémité supérieure de la diagonale, puis tourner le bouton de mesure de telle façon que le bord de la ligne choisie sur l'échelle standard, vienne se placer sur le sommet supérieur de la diagonale (Figure 33).



**Fig .33** Description schématique de l'essai de microdureté Knoop[28].

### *VII.3.3.3 Calcul de de micro-dureté*

La dureté Knoop  $H_K$  s'exprime par le rapport de la charge appliquée  $F$  à l'aire projetée  $A$  de l'empreinte :

$$H_K = \frac{F}{A} = \frac{0,102F}{0,07028d^2} \approx 14,23 \frac{0,102F}{d^2}$$

Avec :

$F$  (N) charge,

$A$  ( $\text{mm}^2$ ) surface de l'empreinte,

$d$  (mm) longueur de la plus grande diagonale imprimée.

### *VII.4. Calorimétrie différentielle à balayage (DSC):*

La calorimétrie différentielle à balayage régie par un chauffage électrique, permet de détecter les effets endothermiques et exothermiques qui se produisent lors de changements d'état d'un polymère ou d'une réaction chimique.

La DSC (**D**ifferential**S**canning **C**alorimetry) en anglais, est ainsi utilisée pour déterminer le taux de cristallinité des polymères ainsi que leurs températures de fusion et de transition vitreuse et aussi les enthalpies de réaction.

L'analyse se réalise dans des enceintes adiabatiques afin d'éviter des échanges thermiques non souhaités. Voir schéma ci-dessous d'une DSC figure 34. La fusion est une transition endothermique qui, au chauffage, fait passer un matériau d'un état solide cristallin ou amorphe à un état liquide.

#### *VII.4.1. Appareillage et principe:*

Le dispositif est constitué de deux creusets (capsules) en aluminium, l'une des creusets est la référence, l'autre est celui dont on met notre échantillon, tous les deux sont placés dans des fours différents mais dans une même enceinte qui permet de monter régulièrement en température (100C/min par exemple).

## Caractérisation des polymères

---

L'ensemble des calculs est à dire la différence entre la température de l'échantillon et celle de la référence est réalisée par une interface informatique et cela se fait par rapport au thermocouple positionné entre l'échantillon et la référence, cette interface les convertit en flux de chaleur; ainsi les différences des énergies absorbées ou dégagées par l'échantillon et la référence sont mesurées.

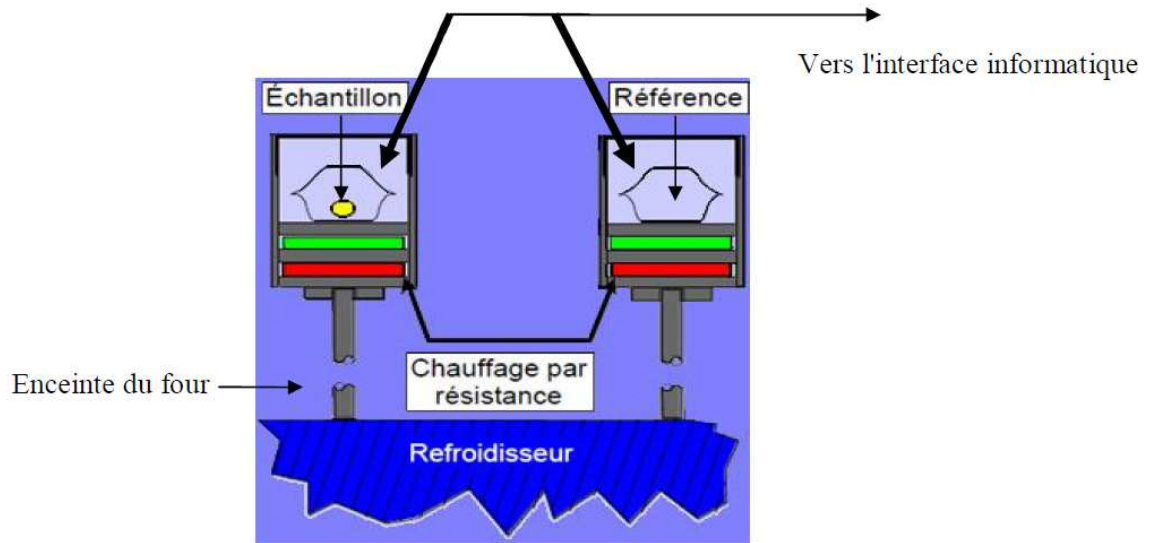
Lorsqu'une transition se passe, selon qu'elle soit endothermique (absorbe de la chaleur), ou exothermique (produit de la chaleur), l'échantillon va absorber ou dégager de l'énergie. Un générateur de puissance fournit plus ou moins d'énergie par rapport à la référence, c'est cette variation d'énergie qui est enregistrée en fonction du temps ou de la température.

### ***VII.4.2. Principe de fonctionnement:***

Cette technique se base sur le fait que lors d'une transformation physique, telle qu'une transition de phase, une certaine quantité de chaleur va devoir être échangée avec l'échantillon pour être maintenu à la même température que la référence.

Le sens de cet échange de chaleur entre l'échantillon et l'équipement dépend de la nature endothermique ou exothermique du processus de transition. Ainsi, par exemple, un solide qui fond va absorber plus de chaleur pour pouvoir augmenter sa température au même rythme que la référence. La fusion (passage de l'état solide à l'état liquide) est en effet une transition de phase endothermique car il absorbe la chaleur.

De même, l'échantillon peut subir des processus exothermiques, tels que la cristallisation, lorsqu'il transmet de la chaleur au système. En mesurant la différence de flux de chaleur entre l'échantillon et la référence, un calorimètre différentiel à balayage est donc capable de mesurer la quantité de chaleur absorbée ou libérée au cours d'une transition.



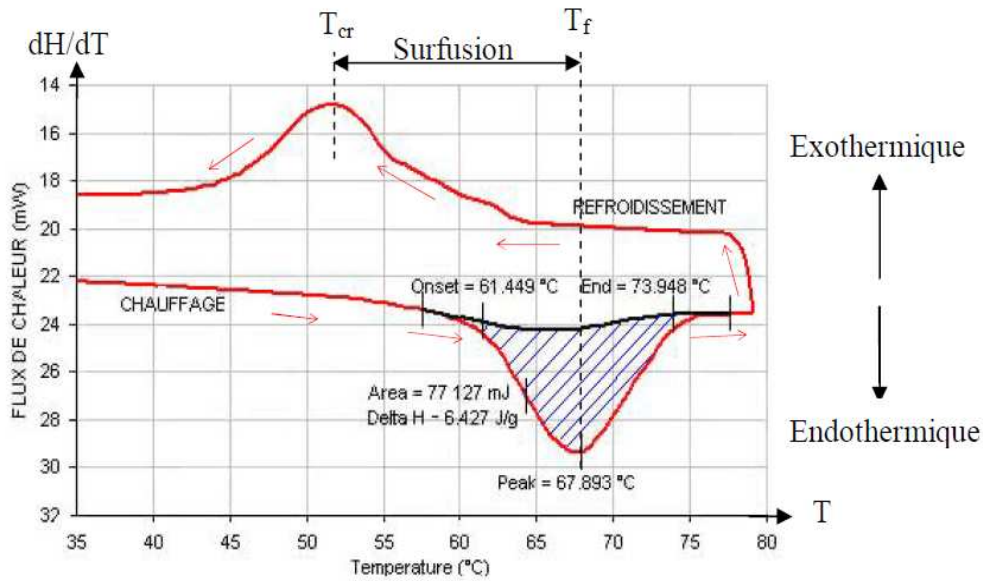
**Fig.34** Schéma d'une calorimétrie différentielle à balayage [22].

### **VII.4.3. Courbe DSC d'un polymère semi cristallin quelconque:**

De nombreux composés organiques fondent en se décomposant (pics endothermique ou exothermique). Un pic endothermique sur une courbe en montée en température DSC est un point de fusion, par contre un pic exothermique sur la courbe de refroidissement est un pic de cristallisation.

Une courbe DSC typique pour un polymère semi cristallin, qui présente le flux de chaleur en fonction de la température est montré à la figure 35. Ce graphe indique deux pics, endothermique de fusion au chauffage et un pic exothermique au refroidissement. Les paramètres thermiques sont déduits directement de la courbe, effectivement  $T_f$  et le minimum du pic endothermique (ici  $T_f = 67.8930^\circ\text{C}$ );  $\Delta H_f$  est le calcul de l'aire endothermique (aire hachurée de la figure 35).

Ce diagramme renseigne aussi, avec quelle température le polymère peut se recristalliser, c'est la surfusion.



**Fig.35** Courbe

DSC typique d'un polymère semi cristallin.  $T_f$  : température de fusion.

$\Delta H_f$  : enthalpie de fusion [22].

#### VII.4.4. Calcul de taux de cristallinité

Dans cette étude nous intéressons particulièrement au calcul de taux de cristallinité qui se calcule comme suite  $\chi_c = \frac{\Delta H_f}{\Delta H_{f0}}$ .

Où  $\Delta H_f$  l'enthalpie de fusion du matériau considéré, qui est déterminée par une intégration de l'endotherme et  $\Delta H_{f0}$  est l'enthalpie de fusion de l'échantillon de laboratoire 100% cristallin. Pour le PEHD cette valeur est donnée par:  $\Delta H_{f0} = 290 \text{ J/g}$ .

# ***Matériau d'étude et techniques expérimentales***

---

## ***I. Matériau d'étude et techniques expérimentales***

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 thermomécanique. D'autres événements peuvent également influencer les propriétés du matériau au cours de son utilisation.

Ce chapitre est une introduction au travail expérimental, il est réservé à la présentation de matériau d'études ainsi les différentes techniques expérimentales mises en œuvre au cours de notre investigation ainsi que les différents équipements utilisés. Ces techniques sont :

- la microscopie électronique à balayage (MEB) pour vérifier l'hétérogénéité de la microstructure dans l'épaisseur des tubes.
- Mesure de micro-dureté pour déterminer les propriétés micromécaniques des échantillons.
- des essais d'anneaux coupés et enlèvement de couches sur des anneaux prélevés dans les tubes en PEHD pour évaluer l'évolution des contraintes résiduelles en fonction des dimensions des tubes.
- Réalisation des essais de calorimétrie différentielle à balayage afin de calculer le taux de cristallinité.

# ***Matériau d'étude et techniques expérimentales***

## ***1.1. Matériau étudié***

Le matériau étudié est un **polyéthylène à haute densité, PEHD (PE100)**, importé sous forme de granulée par l'entreprise **CHIALI** située à **SETIF**(Algérie). Il a été ensuite extrudé afin de fabriquer des tubes de différents diamètres. Il s'agit d'un thermoplastique semi-cristallin, comportant une phase amorphe et une phase cristalline. Le tableau suivant montre les propriétés mécaniques et physiques de ce matériau.

Caractéristiques	unités	PE 100
Masse volumique	Kg /m <sup>2</sup>	957-961
Résistance hydrostatique à long terme (sigma) à 20°C	MPa	8.0
Allongement a la rupture	%	>350
Indice de fluidité (190°C/5.0 Kg)	G /10min	0.2-0.4
Teneur en noir de Carbone	%	2-25
Contraintes au seuil d'écoulement	MPa	23-25
Coefficient de dilatation thermique linéaire	mm/m.°C	0.17

**Tableau3** : Propriété mécanique et physique du tube en PEHD [29].

## ***1.2. Techniques expérimentales***

Dans l'optique de notre travail, nous avons suivis plusieurs étapes et exploiter pas mal de techniques expérimentales. Ces techniques se succèdent comme suit :

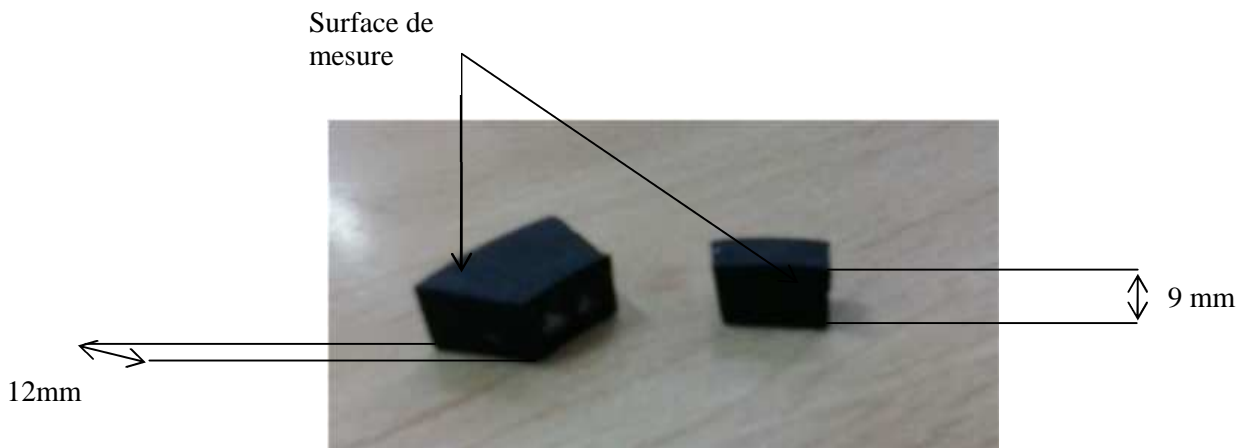
### ***1.2.1. Technique de la microscopie optique à balayage (MEB)***

L'étude du MEB dans notre travail consiste à déterminer l'hétérogénéité des propriétés microstructurales des tubes en PEHD mis en œuvre par le procédé d'extrusion.

## ***Matériau d'étude et techniques expérimentales***

A partir de deux anneaux de diamètre externe 90 mm et 125 mm d'épaisseur de 9 mm et de 12 mm respectivement, et de largeur de 1cm; nous avons extrait deux échantillons avec un couteau très fin (aigüe) pour éviter toutes rayure sur les échantillons.

Les deux échantillons et leurs dimensions sont montrés sur la figure suivante.



**Fig.36** dimension des éprouvettes pour l'essai de micro-dureté.

Nous avons effectué des observations sur un microscope optique à balayage de type **JEOL JSM-6060** au niveau de laboratoire CDTA d'Alger, cet appareil est équipé d'un spectromètre à dispersion d'énergie (EDS-X). Le filament du microscope est en tungstène et la tension appliquée est généralement de **20à 25kv**, l'imagerie des sphérolites sera obtenue à l'aide des électrons secondaires.



**Fig.37**la microscopie optique à balayage (MEB).

# ***Matériau d'étude et techniques expérimentales***

## ***1.2.2. Essai de Micro-dureté***

Les essais de micro-dureté permettent de déterminer les caractéristiques locales d'un matériau. Dans notre travail nous avons utilisé l'essai de dureté Knoop. Celui-ci fait appel à un indenteur Knoop de forme pyramide en diamant à base losange.

L'avantage du pénétrateur Knoop est de donner une empreinte suffisamment grande pour une très faible charge. Donc nous avons appliqué une charge de **0.025 kg**. Force, avec un contrôle de la vitesse de mise en charge égale à **0.017m/s**, du temps de maintien de **20 secondes**. Nous avons effectué des mesures sur différents endroits dans l'épaisseur de chaque échantillon.

Le microduromètre que nous avons utilisé est équipé d'un microscope avec lequel on peut mesurer la longueur de la grande diagonale imprimée ( $d$  en  $\mu\text{m}$ ) comme montre la figure 38.



**Fig.38** microduromètre

L'appareil est équipé d'un dispositif qui calcule automatiquement et affiche la dureté Knoop (HK) sur un écran. Elle est donnée par la relation suivante :

$$HK = \frac{F}{A} = \frac{0,102F}{0,07028d^2} \approx 14,23 \frac{0,102F}{d^2}$$

Le microduromètre que nous avons utilisé est équipé d'un microscope avec lequel on peut mesurer la longueur de la grande diagonale imprimée ( $d$  en  $\mu\text{m}$ ).

## ***Matériau d'étude et techniques expérimentales***

---

Les échantillons utilisés dans cet essai de la micro-dureté sont obtenues suivant la même méthode que celle utilisé pour les échantillons de MEB. Suite à la découpe d'échantillons, nous avons réalisés un polissage dans le but d'obtenir des bonnes mesures de la micro-dureté.

Cette opération est réalisée sur une polisseuse à deux disques montrés sur la figure 39, la vitesse de rotation des disques est de **300tr/mn**, avec un arrosage abondant pour éviter tout risque d'échauffement et de contamination.

La réalisation du polissage se fait de façon graduelle et avec des granulométries fines (P800, P1000) et (P1200, P2000, P4000). Cet essai est fait au niveau de laboratoire SDM de la faculté de génie mécanique à l'université de mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou.



**Fig.39** Polisseuse à deux disques.

### ***1.2.3. Essai d'enlèvement de couches et d'anneau coupés.***

L'essai d'anneaux coupés et d'enlèvement de couches sur des tubes en PEHD est l'essai mécanique le plus utilisé pour le calcul des contraintes résiduelles. L'essai consiste à enlever de très fines couches de matériau successivement de la surface d'un tube. Cette méthode permet d'étudier non seulement Les contraintes en surface, mais aussi sur chaque couche de l'éprouvette, elle donne la possibilité d'obtenir la distribution des contraintes à travers toute l'épaisseur du tube, ce qui est un avantage par rapport aux autres méthodes.

## ***Matériau d'étude et techniques expérimentales***

Dans notre étude nous avons utilisé deux tubes en **polyéthylène à haute densité (PE-100 PN 16)** de diamètre nominal et d'épaisseur de 90mm, 9mm et 125mm, 12mm respectivement.

Après avoir choisis un outil correspond, nous avons réglé le tour sur les paramètres suivants :

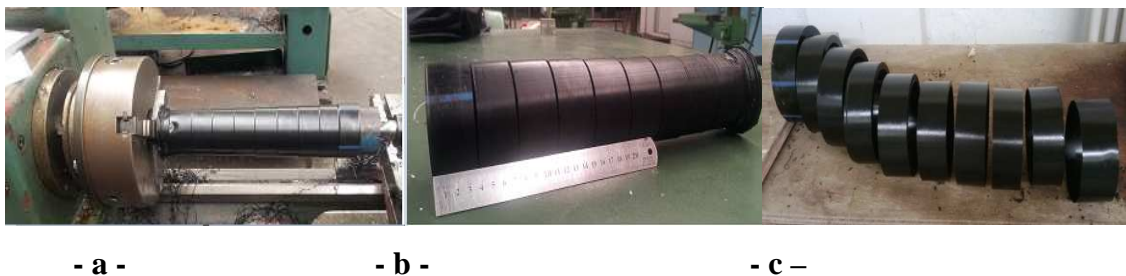
Vitesse de coupe :  $V_c = 1000$  tr/min

Vitesse d'avance :  $V_a = 1$  mm/min

Profondeur de passe :  $P = 1$  mm

La préparation des éprouvettes pour ce procédé expérimental, s'est effectuée par l'usinage au tour au niveau du hall de technologie de Oued Aissi .Pour ce faite, nous avons monté les tubes sur les mandrins comme montré sur la figure **40-a)**.

La méthode consiste à enlever des couches de différentes épaisseurs pour chaque tube comme le montre la figure **40**.



**Fig40** :Méthode suivie pour obtenir les éprouvettes, anneaux.

On découpe ensuite à l'aide d'une scie mécanique **09** anneaux de chacun des deux tubes en PEHD de différent diamètre, leurs dimensions et désignations sont données dans les tableaux **4** et **5**.

## **Matériau d'étude et techniques expérimentales**

Code d'éprouvette		R01	R02	R03	R04	R05	R06	R07	R08	R09
Dimensions [mm]	largeur	30								
	$\delta_0$	20				0				
	T	9	8	7	6	5	4	3	2	1
	$D_0$	90	88	86	84	82	80	78	76	74
	$P_0$	282.6	276.32	270.04	263.76	257.48	251.2	244.92	238.64	232.36

**Tableau 04:** dimension des éprouvettes prélevées de tube de diamètre **90mm**.

Code d'éprouvette		R01	R02	R03	R04	R05	R06	R07	R08	R09
Dimensions [mm]	largeur	41.6								
	$\delta_0$	40				0				
	T	12	10	9	8	6.5	5.5	4	3	1.5
	$D_0$	125	121	119	117	114	112	109	107	104
	$P_0$	392.5	379.94	373.66	367.38	357.96	351.68	342.26	335.98	326.56

**Tableau 05:** dimension des éprouvettes prélevées de tube de diamètre **125mm**.

$\delta_0$  :dimension de la fente enlevé.

T : l'épaisseur des éprouvettes.

$D_0$ : le Diamètre extérieur de l'anneau.

$P_0$ : périmètre des éprouvettes.

La largeur des anneaux est choisie de manière à ne calculer que les contraintes résiduelles circonférentielles. Elle est égale à 1/3 du diamètre extérieur du tube, selon les recommandations de Choollun et al [21].

## ***Matériau d'étude et techniques expérimentales***

### **I.2.3.1. Methode de calcul des contraintes résiduelles**

L'anneau ainsi coupé, subit un fluage dans le domaine élastique de la loi de comportement du PEHD. Pour mesurer les contraintes résiduelles induisant ce fluage, nous utilisons l'équation recommandée dans la norme ASTM E1928-99.

$$\sigma_{CR} = \frac{E * t}{1 - \mu^2} * \frac{D_i - D_0}{D_i * D_0} \dots\dots\dots 16$$

Où  $\sigma_{CR}$  est la contrainte résiduelle ;

**E** est le Module de Young

**μ** est le Coefficient de poisson

**t** l'épaisseur de l'anneau;

**D<sub>0</sub>** est le Diamètre extérieur de l'anneau

**D<sub>i</sub>** est la Variation du diamètre extérieur de l'anneau il est calculé par l'équation

$$D_i = \frac{P_i}{\pi} \dots\dots\dots 17$$

### **I.2.4. Calorimétrie différentielle à balayage (DSC)**

La calorimétrie différentielle à balayage régie par un chauffage électrique, permet de détecter les effets endothermiques et exothermiques qui se produisent lors de changements d'état d'un polymère ou d'une réaction chimique. Dans notre étude nous nous intéressons sur le pic endothermique.

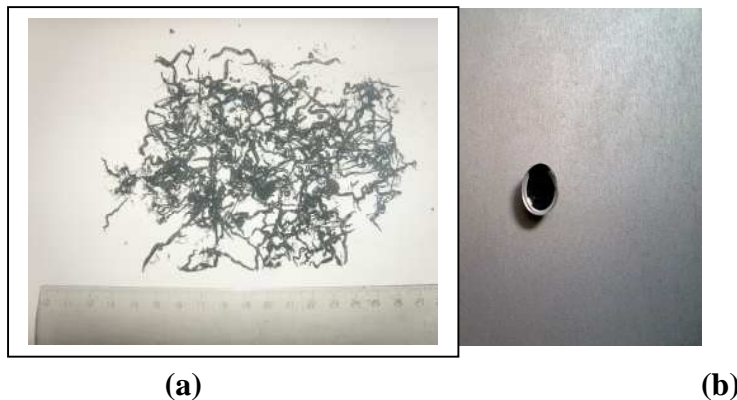
L'équipement utilisé pour ces expériences est un calorimètre différentiel à balayage de type de **METZSCH.200PC** montré sur la figure 41 et se trouvant au centre de formation de boumerdes .

## Matériau d'étude et techniques expérimentales



**Fig.41** Un calorimètre différentiel à balayage.

Pour réaliser l'essai de DSC nous avons ramassé des copeaux prélevés pendant l'opération d'enlèvement de couche pour chaque diamètre comme montre sur les figures **42 (a)** et **42(b)**.



**Fig.42** : La forme du copeau (filament) en spirale (a), et échantillons préparé pour la mesure de DSC (b)

Le but de cet essai est de calculer de taux de cristallinité  $\chi_C$

Le taux de cristallinité se calcul par l'équation :  $\chi_C = \frac{\Delta H_f}{\Delta H_{f0}}$ .

## *Discussion des résultats*

---

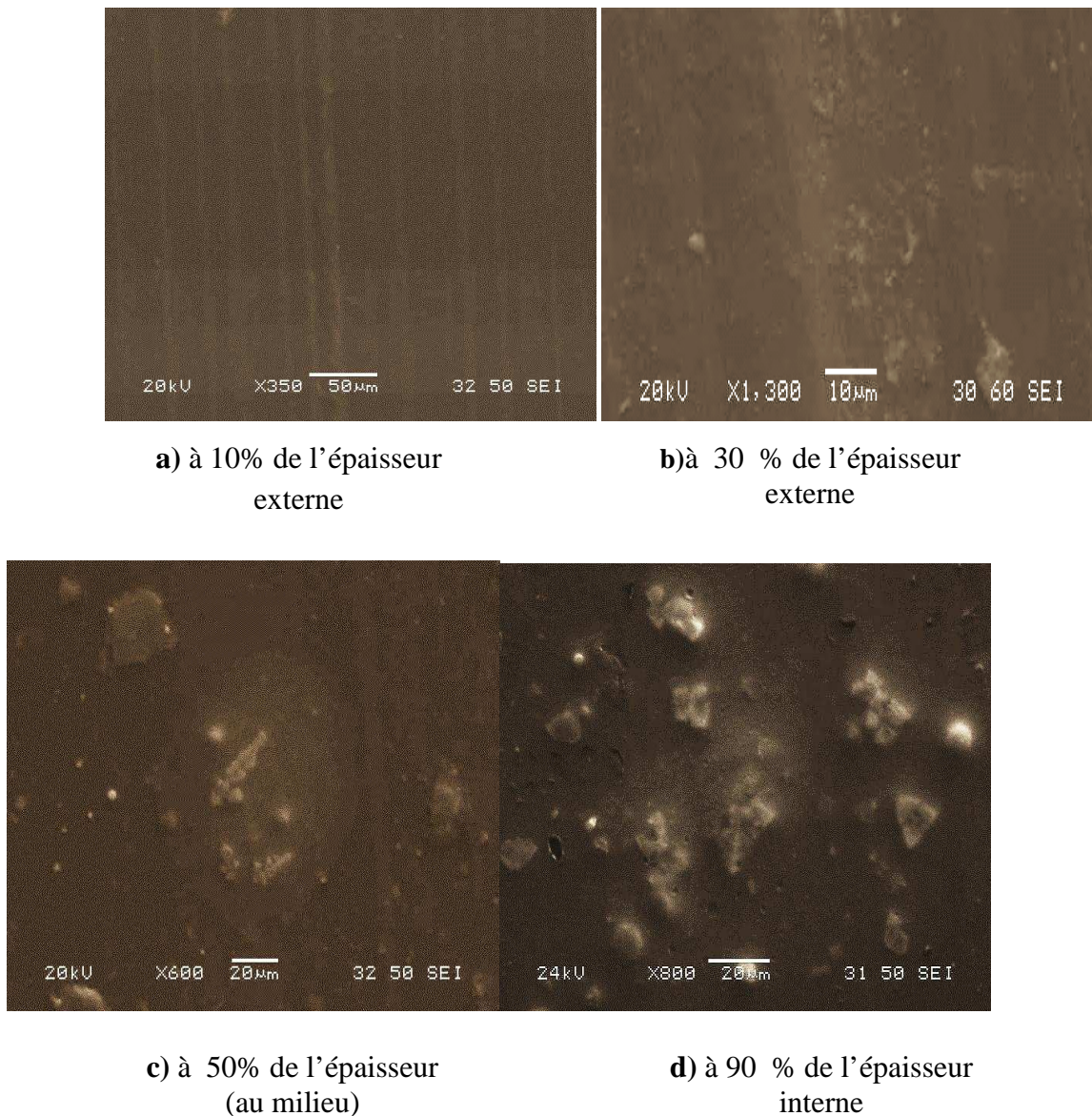
### *II. Discussion des résultats*

Après réalisations des procédés expérimentaux cités précédemment ; les résultats obtenues sont regroupés sous forme de microstructures et de courbes présentées comme suit.

#### *II.1. Résultats micrographique.*

Les observations au microscope électronique (**MEB**), réalisées dans différents points de l'épaisseur des échantillons ( voir figures **43-a** et **43-b**)montrent nousque pour le tube de diamètre 90 mm sur une épaisseur partant de la paroi externe jusqu' à environ 30% vers l'intérieur la surface est homogène, au-delà on voit l'apparition d'une zone blanche qui se développe dans la paroi ce qui indique une structure plus ou moins régulière de lamelles cristallines noyées dans la phase amorphe du matériau Les figures**43.c**) et**43.d**)montrent que la taille des lamelles cristallines, augmente de la couche externe vers la couche interne.

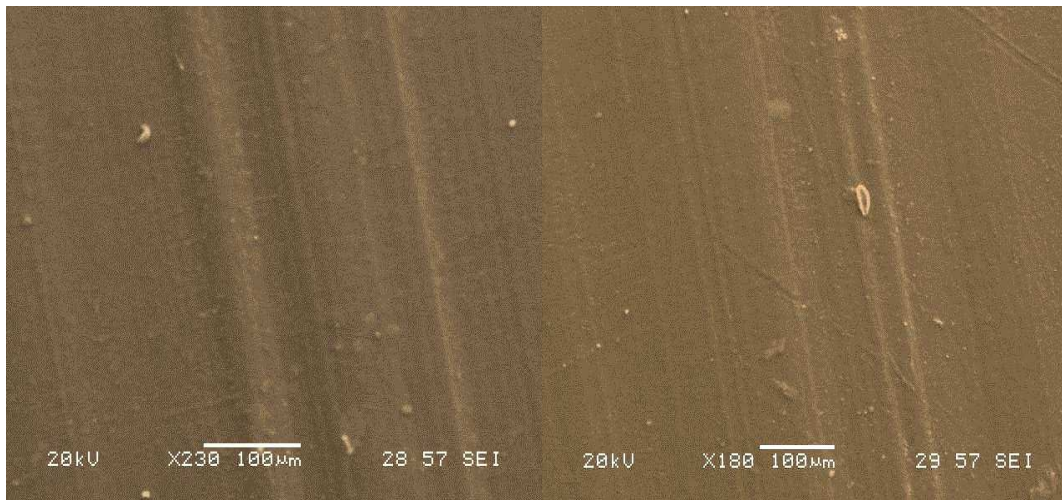
## Discussion des résultats



**Fig.43** Microscopie montrant l'évolution de la microstructure de l'extérieur vers l'intérieur du tube de diamètre 90mm d'épaisseur de 9mm

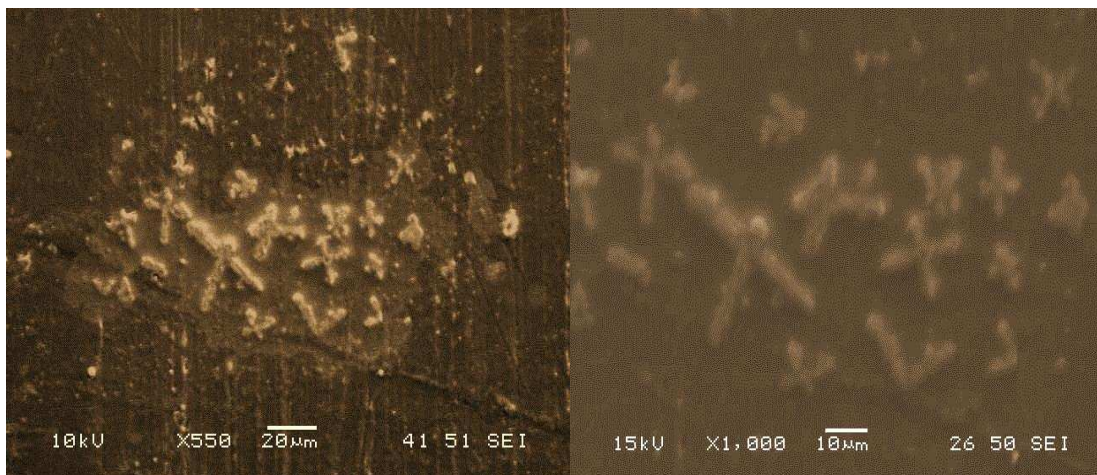
Contrairement au tube de diamètre de 125mm les lamelles cristallines commencent à se former qu'à partir de 50% d'épaisseur, elles se développent très progressivement de l'extérieur vers intérieur cette croissance est beaucoup plus marquante que celles relevées sur le tube de diamètre 90mm comme montré sur les figure **44-a)** et **44-b)**.

## Discussion des résultats



a) à 10 % de l'épaisseur externe

b) à 30 % de l'épaisseur externe.



c) à 50 % de l'épaisseur (au milieu)

d) à 90 % de l'épaisseur interne

**Fig.44** Microscopie montrant l'évolution de la microstructure De l'extérieur vers l'intérieur du tube d'épaisseur 9mm

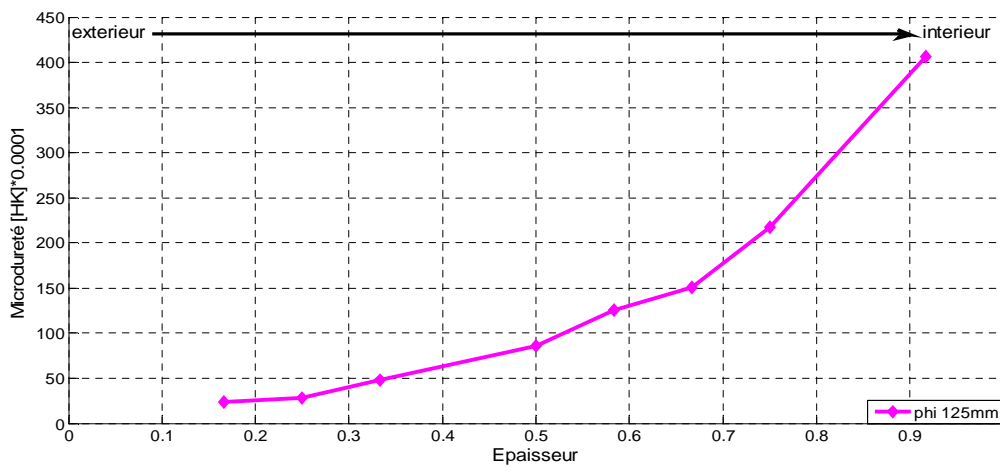
Le refroidissement de tube se faisant en priorité à l'extérieur les couches externes se refroidissent rapidement et le matériau se fige dans sa phase amorphe, pour les couches intérieures le refroidissement se fait lentement ce qui donne le temps à la phase cristalline pour se constituer. la comparaison des microstructures des tubes  $\varnothing 90\text{mm}$  et  $\varnothing 125\text{mm}$  montre que l'augmentation de l'épaisseur de tube a une influence sur la microstructure car plus l'épaisseur augmente la taille de la zone plus la zone cristalline sont plus devient remarquable et plus développée.

## Discussion des résultats

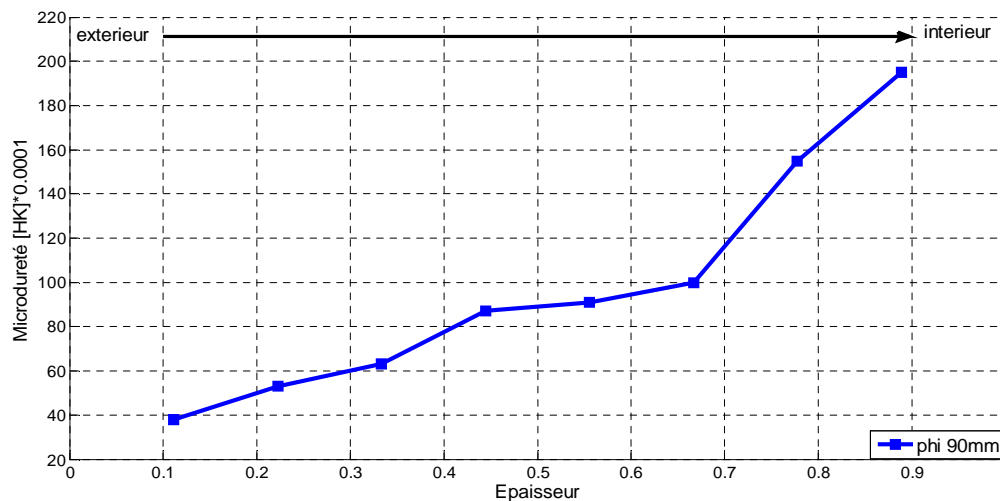
### II.2. Résultats de la micro-dureté.

Pour mettre en évidence la variation des propriétés micromécanique on a fait appel à l'essai de micro-dureté knoop (Hk). Les résultats sont représentés sous forme de courbes obtenues à l'aide de logiciel de calcul Matlab.

Les deux courbes des figures 45-a) et 45-b) montrent le même profil de variation de la micro-dureté dans l'épaisseur des deux tubes de diamètres 90mm et 125mm ; les micro-duretés augmentent de l'extérieur vers l'intérieur pour chaque tube respectivement.



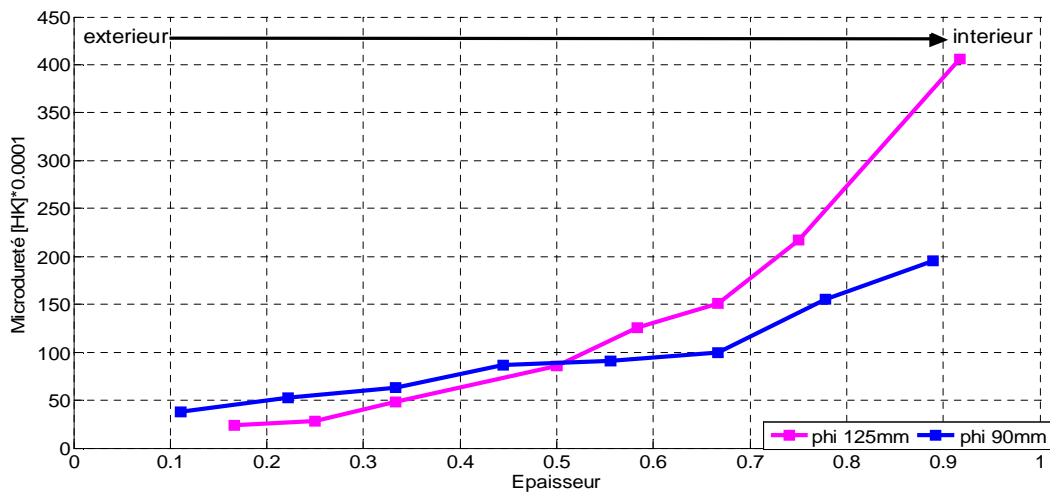
**Fig.45-a)** :Evolution de la microdureté dans l'épaisseur de tube de diamètre 125mm.



**Fig.45-b)** :Evolution de la micro-dureté dans l'épaisseur de tubes de diamètres 90mm.

## Discussion des résultats

L'évolution de la micro-dureté des deux échantillons se fait en deux paliers, le premier allant de la paroi externe jusqu' à 55% d'épaisseur les deux tubes .Au-delà nous remarquons une augmentation importante des valeurs pour le tube Ø125mm. Nous déduisons que dans les mêmes conditions de refroidissement, plus le diamètre du tube est grand plus la partie de son épaisseur qui se cristallise est importante.



**Fig.46** : Evolution de la micro-dureté dans l'épaisseur des deux tubes de diamètres 90mm et 125 mm.

Ce qui nous laisse penser que l'épaisseur du tube a une influence sur la variation de la résistance à la déformation plastique microscopique (la micro dureté), ainsi sur les propriétés physiques donc variations de la microstructure. De ce fait une distribution des phases :

Une phase riche en lamelles cristallines rigide qui augmente de l'extérieur vers l'intérieur du tube, la phase amorphe étant moins rigide que la phase cristalline et aussi développe une résistance à la déformation plastique moins que celle de la phase cristalline.

## Discussion des résultats

### II.3. Résultats des contraintes résiduelles.

A première vue, sur les figures 47-a) et 47-b), nous remarquons que les déformations résiduelles des anneaux issus des deux tubes ne sont pas uniformes. Mais

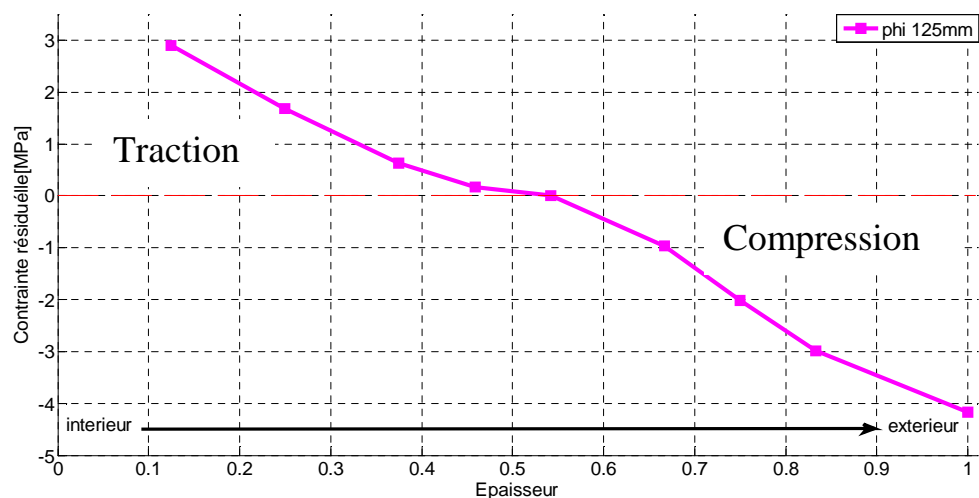


**Fig 47-a) :** éprouvettes extraies de tube de diamètres 125 mm



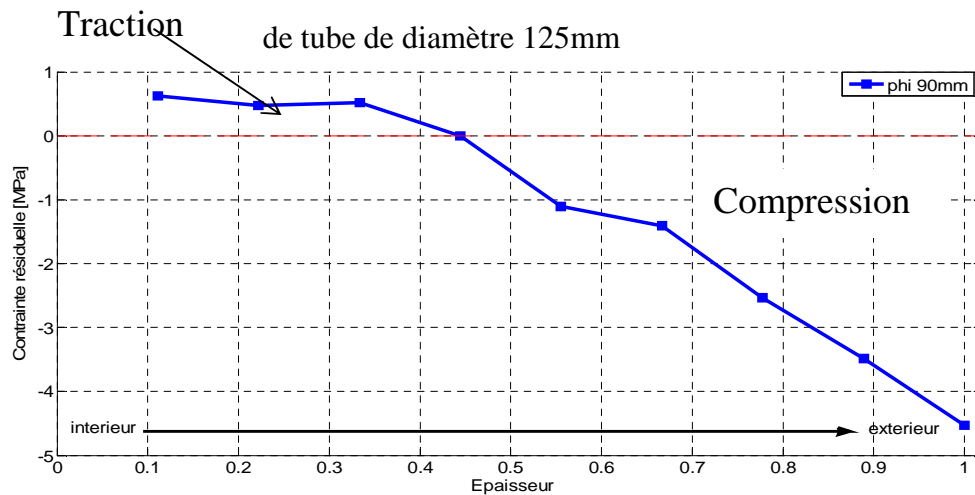
**Fig 47-b) :** éprouvettes extraies de tube de diamètres 90 mm

On observe que les déformations des anneaux du tube 125 mm sont nettement plus prononcées que celles du tube  $\varnothing 90$  mm. Ces déformations en fonction de l'épaisseur de tube sont représentées sur les figures quantifiées et représenté dans les figures Fig.48-a) Fig.48-b)



**Fig.48-a):** la distribution des contraintes dans l'épaisseur

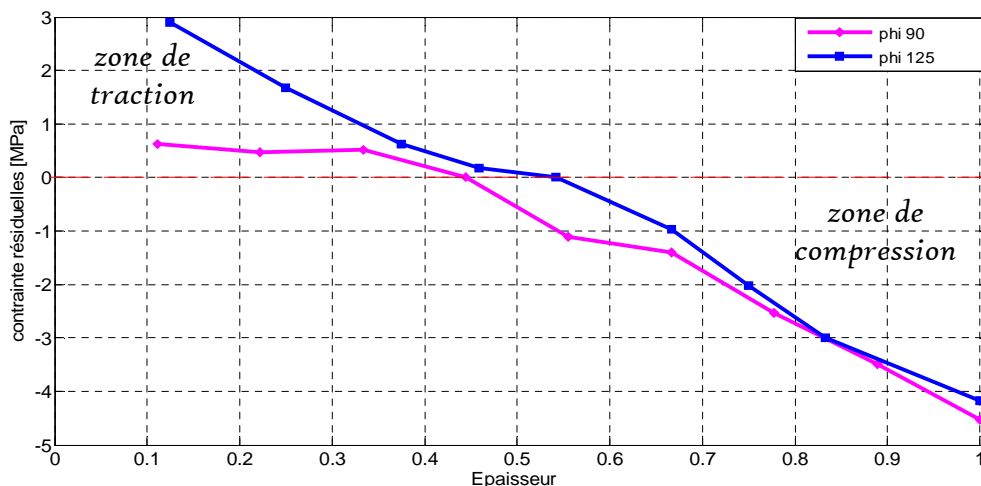
## Discussion des résultats



**Fig.48-b):** la distribution des contraintes résiduelles dans l'épaisseur de tube de 90mm en PE100.

les courbes ont une même allure, en partant de l'intérieur vers l'extérieur elles sont de compression, au delà de 0MPa les contraintes générales sont de traction au dessous.

la superposition des deux courbes montrés sur la figure 52-a) et 52-b) Comparant les résultats des tubes de diamètre de 125mm, 90mm et d'épaisseur 12mm, 9mm respectivement, mettent en évidence les variations du profil des contraintes résiduelles dans les deux tubes étudiés dans le cadres de ce travail.



**Fig .49** évolution des contraintes résiduelles pour les deux tube de diametres 90mm et 125mm

Nous remarquons que les contraintes de traction passent de **0.62 MPa** dans le tube de 9 mm d'épaisseur à **2.90 MPa** pour le tube de 12 mm d'épaisseur de paroi soit

## *Discussion des résultats*

---

une différence de **2.28 MPa**. Pour les contraintes de compression à 9mm d'épaisseur de paroi du tube la contrainte maximale calculé est de **4.53 MPa** contre **4.17 MPa** à 12 mm d'épaisseur soit une différence de **0.36 MPa**. Nous constatons que en considérant leurs dimensions respectives que l'augmentation des dimension du tubes en passant de 9 mm d'épaisseur à 12 mm, engendrent une augmentation des contraintes résiduelles de traction et tassement des contraintes résiduelles de compression.

Le tableau suivant résume la distribution des contraintes résiduelles dans les deux tubes considérés.

		Contraintes [MPa]	Distribution des contraintes dans l'épaisseurs [%]
Diamètre 90mm	Contraintes de traction	0,62	44.44
	Contraintes de compression	-4,53	55.56
Diametre 125mm	Contraintes de traction	2 ,90	54.17
	Contraintes de compression	-4,17	45.83

**Tableau 6:** comparaison de distribution des contraintes résiduelles des deux tube d'épaisseur 12mm et 9mm

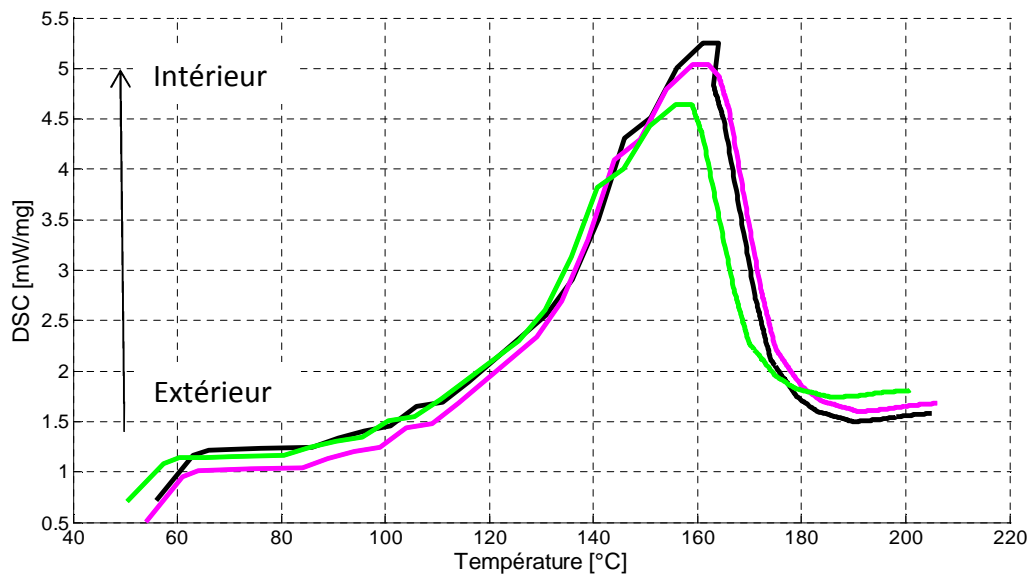
Dans ce tableau nous remarquons que la zone des contraintes résiduelles de traction, occupent **44.44 %** des 9 mm d'épaisseur pour le premier tube contre **54.17 %** des 12 mm d'épaisseur du deuxième tube. Quant aux contraintes résiduelles de compression **55.56 %** de l'épaisseur du tube de 90mm de diamètre est occupé par des contraintes de compression, alors que **45.83%** des 12 mm du tube à 125 mm de diamètre sont occupés par des contraintes de compression. ce qui indique que plus le diamètre d'un tube de PEHD augmente plus les contraintes résiduelles de traction en surface externe augmentent

### *II.4. Résultats de la DSC.*

## Discussion des résultats

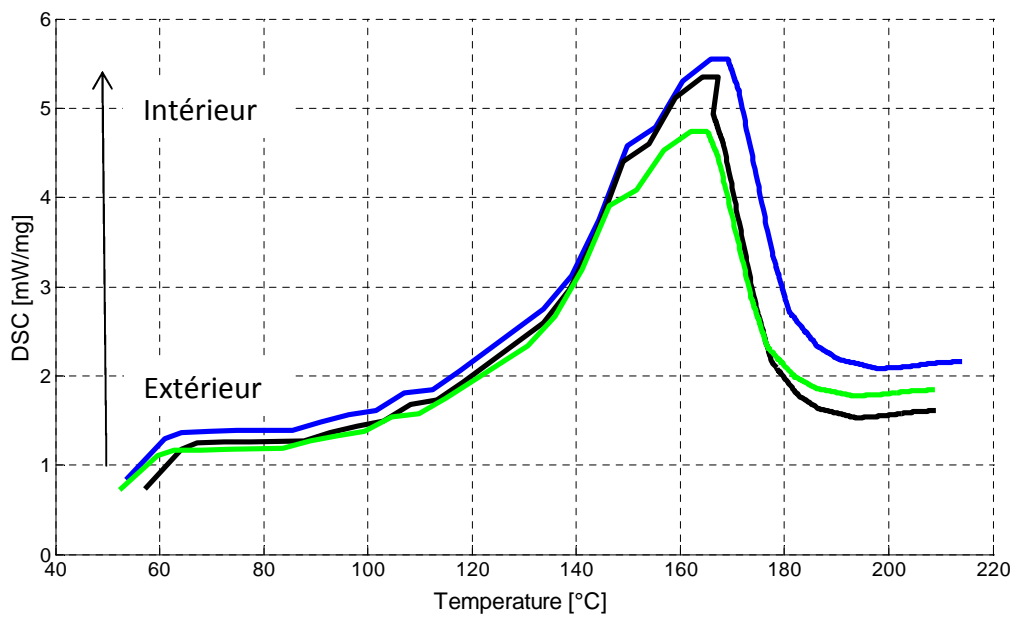
Les résultats de DSC obtenus sont représentés sous la forme de thermogramme, à partir de ces derniers nous pouvons déterminer le pic endothermique ainsi l'évolution de taux de cristallinité du matériau.

Les figures **50-a)** et **50-b)** ci-dessous montrent l'évolution des pics de fusion des échantillons prélevés des deux tubes en fonction de la température de chauffe, nous remarquons que le pic de fusion augmente en allant des couches externes vers les couches internes pour les deux tubes.



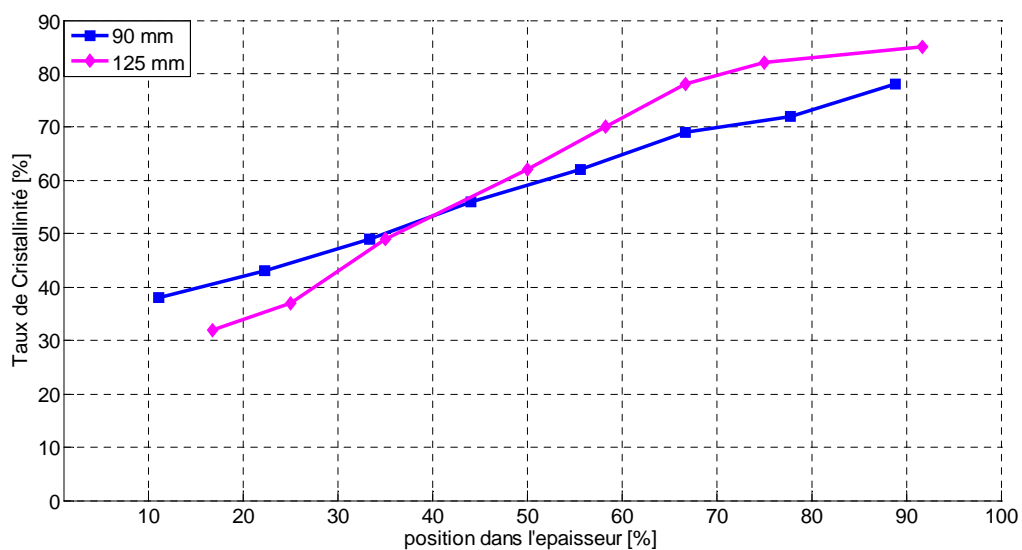
**Fig.50-a)** :Endothermes de fusion des échantillons prélevés de tube de diamètre 90mm

## Discussion des résultats



**Fig.50-b)** : Endothermes de fusion des échantillons prélevés de tube de diamètre 125mm

Pour vérifier l'influence de l'épaisseur du tube nous avons calculé l'aire pour chaque endotherme afin d'obtenir le taux de cristallinités, ce qui montre les deux courbe de la figure51.



**Fig.51** l'évolution du taux de cristallinité dans d'épaisseur des tubes en PE100 de diamètre 125mm et 90mm

## *Discussion des résultats*

---

Sur cette figure nous relevons de la courbe du tube de 90 mm présente une augmentation du taux de cristallinité, de **38%** dans la couche externe à **78%** dans la couche interne. Pour le tube de 125 mm de diamètre en partant de l'extérieure vers l'intérieure le taux de cristallinité passe de **32%** à **85 %**. Autrement dit et en ne considérant que le cas étudié : deux tube en PEHD d'épaisseur respective 9mm et 12 mm, le taux de cristallinité dans les couches externe est inférieur de **6 %** dans le tube de 12mm comparé à celui de 9mm, cette tendance change à partir de **40%** des 9mm et 12mm d'épaisseurs considérées pour montrer un taux de cristallinité supérieur de **7%** en faveur du tube de 12mm d'épaisseur.

D'après les résultats obtenue des différent essais et analyse réalisés sur les deux tubes en PEHD de diamètre nominal de 90mm et 125mm respectivement, nous déduisons que le profil des contraintes résiduelles ainsi que leurs quantités, les propriétés micro-structurelles et mécanique changent en fonction des dimensions du tube en PEHD.

## Conclusion générale

---

Ce mémoire nous a permis de manipuler, de dépouiller les résultats obtenus grâce à trois techniques d'investigation qui sont :

- microscopie à balayage.
- la micro-dureté.
- la DSC

Ces essais ont été pratiqué sur des échantillons provenant de deux tubes en PEHD de diamètres Ø90mm et Ø 125mm. Ces résultats ont montré que ce matériau est sensible à l'épaisseur de la paroi du tube puisque le taux de cristallinité est plus important en surface intérieur pour le tube Ø125mm que pour le tube Ø90mm.

Une autre partie de notre mémoire a été consacré à l'étude de l'influence de l'épaisseur des tubes sur les contraintes résiduelles. Cette étude a montré, d'une part que pour chaque tube ; la face extérieure est le siège de contraintes résiduelles de compression et que la face intérieure est le siège des contraintes de traction et que d'autre part, les contraintes de traction sont plus importantes sur la face du tube Ø125mm.

Cette étude suggère que plus l'épaisseur du tube est importante plus les propriétés microstructurales, microdureté , ainsi que les contraintes résiduelles sont plus élevées

Comme perspective, à ce mémoire il sera intéressant d'étudier, quantitativement et sur une large gamme de tubes, le taux de variation de ces distributions, afin de proposer un modèle permettant de prévoir l'état des contraintes résiduelle et de microstructure en fonction de l'épaisseur du tube.

## Références bibliographiques

---

- [1] **Haudin J.M. G'sell C.** “Introduction à la mécanique des polymères, chapitre Structures et morphologie des polymères semi-cristallins”, Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Lorraine. pp 97-115. (1995).
- [2] **Nolwenn Doucet.** “Compaction à Grande Vitesse de poudres de polymères semi-cristallins : mécanismes de frittage et modélisation du procédé”. Thèse doctorat Laboratoire de recherche École doctorale matériaux de Lyon: MATEIS, INSA de Lyon 2012.
- [3] **Lefebvre X.** “Fissuration fragile lente du polyamide, Mécanismes et durée de vie en fatigue”. Thèse de doctorat de l'Ecole des Mines de Paris. (2002).
- [4] **Magill J.H.** “Sphérolites: A personalreview”. Journal of Materials Science, Vol 36.(2001). pp. 3143-3164.
- [5] **S. Humbert.** “Influence de la topologie moléculaire et de la microstructure sur les propriétés mécaniques des Polyéthylènes”. Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon. 2009.
- [6] **Jo Perez.** “Matériaux non cristallins et science du désordre”, Lausanne, PPUR, coll. sciences appliquées INSA Lyon , 2001(ISBN 978-2-88074-485-4.p. 201.
- [7] **PARENT.O.** “Etude expérimentale et calculs des contraintes résiduelles dans des tubes extrudé en polyéthylène”, école des mines PARIS.décembre 2002.
- [8] **Matthieu ZINET.** “Modélisation de la cristallisation des polymères dans les procédés de plasturgie : quantification des effets thermiques et rhéologiques”. Thèse de doctorat. L'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, Laboratoire de recherche Centre de Thermique de Lyon (CETHIL) – UMR 5008 INSA de Lyon - Bâtiment Sadi Carnot, 9 rue de la Physique 69621 Villeurbanne CEDEX, France. 2010.
- [9] **Aurélien.** “Etude expérimentale et modélisation thermomécanique de l'étape de calibration dans les procédé d'extrusion de tubes en polyamide”, Ecole des mines de paris, p.364, 2005.
- [10]**Cédric Lusseau.** “Conception des pièces en plastique pour éviter les défauts géométriques”, Science de l'ingénieur, 2014.
- [11] **M. Olivier.**Thèse Doctorat de l'école des Mines de Paris Analyse expérimentale et simulation thermomécanique du soudage bout à bout des tubes de polyéthylène. Sciences Fondamentales et Appliquées DE PARIS pp.364.2006.

## Références bibliographiques

---

- [12] **LABED Abdellatif**. “Caractérisation Morphologique et Mécanique du Polyéthylène Semi Cristallin Extrudé”, mémoire de magister université Badji Mokhtar Annaba, 2012.
- [13] **Rault J**. “Les polymères solides”, CEPADUES-EDITIONS.(2002), pp. 254.
- [14]**Ludovic DOUMINGE**. “Etude du comportement du polyéthylène haute densité sous irradiation ultraviolette ou sollicitation mécanique par spectroscopie de fluorescence”, Thèse de doctorat, université de la Rochelle. PARIS, 2010.
- [15]**David JAUFFRÈS**. “Polymères à hautes performances mécaniques élaborés par Compaction Grande Vitesse : mécanismes de frittage et relations procédé/microstructure/propriétés mécaniques”, Thèse de doctorat, université Lyon. PARIS .N° d’ordre 2007-ISAL-0095, 2007.
- [16] **N. Kiass**. “Nouvelle approche expérimentale de la variabilité des propriétés mécaniques des tubes HDPE-80”, Thèse de Doctorat, université Badji Mokhtar Annaba, 2005.
- [17] **D. SERSAB, ABERKANE.A**. “Evaluation des propriétés mécaniques et microstructurales dans l’épaisseur de tube en PEHD-PE100”, Laboratoire d’élaboration, caractérisation et modélisation des matériaux (LEC2M), université Mouloud MAMMARI, TIZI OUZOU.
- [18]**L. Alimi, W. Ghabeche, W. Chaoui et K. Chaoui**. “Étude des propriétés mécaniques a travers la paroi d’un tube PEHD-80 extrudé destiné a la distribution du gaz naturel”. EDP Sciences, 2012. DOI: 10.1051/mattech/201. Unité de Recherche en Technologies Industrielles URTI/CSC, BP 1037, Site Annaba 23000, Algérie. 2004.
- [19] **ALIMI. L**. “Comportement mécanique et rupture de PEHD sous environnement contrôlé”. Mémoire de magister, Université Badji Mokhtar ANNABA.2007.
- [20]**N. Kiass**. “Etude et analyse de l’effet des contraintes résiduelles, sur le comportement mécanique des tubes en polyéthylène de haute densité sous un chargement de traction monotone”. Mémoire de magistère, université Badji Mokhtar Annaba. 2001.
- [21]**J. Soucy**. “Potentiel d’utilisation des fibres de papier dans la conception decomposites bois polymères par une technologie d’extrusion”, Thèse de la maîtrise eningénierie. Janvier 2007.
- [22] **S. Puissant**. “Lignes d’extrusion de tubes - Étapes de fabrication”, Techniques de l’ingénieur. Référence AM3642.date publication 10 avril 2009.
- [23]**J. M. H. Ramirez**. “Les mécanismes de fatigue dans les fibres thermoplastiques”, Thèse de doctorat .Ecole des mines de paris.2004.

## Références bibliographiques

---

- [24] **G. W. Ehrenstein**, "Montagne, Matériaux polymères" .Edition HERMES Science. Paris. 2000.
- [25] **J.M.HAUDIN, A. PIANA, B. MONASSE et B. GOURDON**. "Etude des relations entre mise en forme, orientation et rétraction dans des films de polyéthylène basse densité réalisés par soufflage de gaine", Ann. Chim. Sci. Mat., vol. 25, pp 53-64. 2000.
- [26] **BOUREGHDA. H.** "Etude de l'influence de la mise en forme sur la cristallisation et les propriétés physiques de polymères", mémoire de magister, université Hadj Lakhdar, BAT NA.2009
- [27] **A. KHLIFA OUI, M. ANNABI** . Influence des conditions d'usinage et les contraintes résiduelles sur la loi de comportement du polyéthylène à haute densité .Mémoire de master II. Mouloud Mammeri TiziOuzou 2013.
- [28] **ALBERO. P** .Indentation" Vickers et Knoop des matériaux massif revêtus dureté ténacité et adhérence " thèse de doctorat université des sciences et technologie de Lille1.2003
- [29] Fiche technique , laboratoire de l'usine industrielle CHIALI de Sétif .