

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE**

**Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou
Faculté de Génie de la construction
Département de génie mécanique**



Mémoire

De fin d'études

**En vue de l'obtention du diplôme MASTER Professionnel En
Génie Mécanique**

Option : Fabrication Mécanique Et Productique

Thème

**Etude de l'effet de la triaxialité de contrainte
sur le comportement du PEHD en sollicitation
combinée**

Propose et dirigé par:

Mr. K.HACHOUR

Etudié par:

Mr. AOUIDAD Adel

Mr. FOUCHAL Malik

PROMOTION : 2016 / 2017

Remerciements

Nous tenant à remercier le directeur de cette thèse, Monsieur HACHOUR Kamel, enseignant à l'université Mouloud MAMMERI Tizi-Ouzou. On lui adressant notre profonde et sincère reconnaissance pour son suivi quotidien, son encouragement et son soutien continuel durant toute la période de la réalisation de ce travail.

Nous adressons nos vifs remerciements à Monsieur Saadi Djamal. Master à l'université Mouloud MAMMERI Tizi-Ouzou pour son aide judicieux.

Nous témoignons toute ma gratitude au responsable du labo RDM, de nous avoir chaleureusement accueilli dans son laboratoire. Il n'a ménagé ni son temps, ni ses conseils avisés pour permettre le déroulement et l'aboutissement de ce travail.

Que Samir, Sofiane et ami Ahcene trouve ici toute notre reconnaissance pour leurs suivis et leurs conseils Judicieux au niveau du hall de technologie à oued Aissi.

Notre reconnaissance va également vers toute nous familles, nous amis ainsi que toute personne participé de loin ou de près à l'aboutissement de ce travail.

Encore une fois Merci à vous tous.

Chapitre I

T_g : Température de transition vitreuse.

x_c : Taux de cristallite.

ρ : Fraction volumique total.

ρ_a : Fraction volumique amorphe.

ρ_c : Fraction volumique cristalline.

σ : La contrainte de traction.

M_{FR} : L'indice de fluidité à chaud (Mass Flow Rate).

F_{RR} : La largeur de la distribution des masses molaires.

F : La force de traction.

S_0 : La section initiale de l'éprouvette.

ϵ : La déformation longitudinale de l'éprouvette.

L_0 : La longueur initiale de l'éprouvette.

h : Hauteur de l'éprouvette.

ΔL : L'allongement de la longueur L lors de l'application de la charge (longueur finale - longueur initiale).

μ : Module de Coulomb ou deuxième coefficient de Lamé.

γ : L'angle de cisaillement.

E : Module de Young.

G : Module de glissement.

τ : Contrainte de cisaillement.

τ_e : Limite élastique en cisaillement du matériau.

Chapitre II

X_c : Le taux de cristallite.

ΔH : L'enthalpie de fusion mesurée.

ΔH₀ : L'enthalpie de fusion théorique du PEHD purement cristallin.

M : Masse volumique.

M_w : Masse molaire moyenne.

T_f : Température de fusion.

D : Diamètre de l'éprouvette.

r : Rayon de courbure de l'entaille.

l : Longueur de l'entaille.

d : Diamètre au fond de l'entaille.

L : Longueur de l'éprouvette.

θ : Angle de torsion.

n : Nombre de tour.

g : La valeur d'une graduation sur le cadran.

Chapitre III

σ_e : La limite élastique.

E : Le module de Young.

S_b : L'écoulement seuil bas.

S_h : L'écoulement seuil haut.

R : Rayon d'entaille.

τ_e : La limite élastique du matériau.

F : Charge appliqué.

S : Section de l'éprouvette.

ε : Allongement relatif.

l₀ : Longueur initiale.

ΔL : Allongement.

Sommaire

INTRODUCTION GENERALE.....	1
Chapitre I : Partie bibliographique	
I.1 Introduction.....	3
I.2 Définition des polymères	3
I.3 Synthèses et caractéristiques des polymères	3
I.3.1 Polymérisation en chaîne	4
I.3.2 La polymérisation par étape (polycondensation)	4
I.4 Les technique de la polymérisation par étapes (polycondensation)	5
I.4.1 La polycondensation en masse	5
I.4.2 La polycondensation en suspension et à l'état solide	5
I.4.3 La polycondensation en solution	5
I.4.4 La polymérisation inter facial	6
I.5 Types des polymères	6
I.5.1 Les homopolymères	6
I.5.2 Les copolymères.....	7
I.6 Classification des polymères organiques	7
I.6.1 Selon leurs origines.....	7
I.6.1.1 Polymères naturels	7
I.6.1.2 Polymères synthétiques.....	7
I.6.1.3 Polymères artificiels.....	8
I.6.2 Selon leurs structures (ou dimensionnalité).....	8
I.6.2.1 Les polymères linéaires (ou monodimensionnels).....	8
I.6.2.2 Les polymères réticulés (ou bidimensionnels).....	9
I.6.2.3 Les polymères ramifiées (ou tridimensionnels)	9
I.6.3 Selon leurs morphologies.....	10
I.6.3.1 Polymères amorphes	10
I.6.3.2 Polymères semi cristallin	10
I.6.4 Selon leurs domaines d'application	11
I.6.4.1 Les polymères de grande diffusion	11
I.6.4.2 Les polymères techniques	11

I.6.4.3 Les polymères spéciaux	11
I.6.5 Selon leurs comportements thermiques	12
I.6.5.1 Les thermoplastiques.....	12
I.6.5.2 Les thermodurcissables	13
I.6.5.3 Les élastomères	13
I.6.5.4 Les élastomères thermoplastiques.....	13
I.6.6 Selon l'importance économique.....	14
I.6.6.1 Les polymères de grande diffusion	14
I.6.6.2 Les polymères technique.....	14
I.7 Propriétés des polymères.....	14
I.7.1 Propriétés physiques.....	14
I.7.1.1 Les polymères techniques	14
I.7.1.2 Les polymères à usage	14
I.7.2 Propriétés mécaniques.....	15
I.7.3 Propriétés thermiques.....	15
I.7.3.1 Comportement et transition vitreuse	16
I.7.3.1.1 Etat vitreux	16
I.7.3.1.2 Zone de transition.....	17
I.7.3.1.3 Zone caoutchoutique	17
I.7.3.1.4 Zone fluide	17
I.7.4 Propriétés chimique des polymères.....	17
I.8 Transformation des polymères.....	18
I.8.1 Thermoplastique.....	18
I.8.2 Thermodurcissable	18
I.9 polyéthylène à haute densité (PEHD)	18
I.10 Historique.....	18
I.11 Formules et procédés de polymérisation.....	19
I.11.1 Le procédé de Ziegler.....	19
I.11.2 Les récent procédés en phase gazeuse et à lit fluidisé	19
I.12 Méthode de contrôle.....	20
I.12.1 Cristallinité.....	20
I.12.2 Masse molaire	20

I.13 Propriétés du PEHD	21
I.13.1 Paramètres structuraux	21
I.13.1.1 Structures chimiques et cristallinité	21
I.13.1.2 Masse molaire	22
I.13.1.3 Distribution des masses molaires	22
I.13.2 Propriétés mécaniques	23
I.13.2.1 Rigidité	23
I.13.2.2 Comportement au choc	23
I.13.2.3 Comportement au fluage	23
I.13.2.4 Résistance à la fissuration sous contrainte	23
I.13.2.5 Dureté	23
I.13.2.6 Résistance à l'abrasion	24
I.13.3 Propriétés thermiques	24
I.13.3.1 Température de fusion	24
I.13.3.2 Coefficient de dilatation linéique	24
I.13.4 Propriétés chimiques	24
I.13.4.1 Résistance au produit chimique	24
I.13.4.2 Vieillissement à la lumière	24
I.13.4.3 Comportement au feu	25
I.13.5 Propriétés électriques	25
I.13.5.1 Electricité statique	25
I.14 Mise en œuvre du PEHD	25
I.14.1 Injection	25
I.14.2 Extrusion-soufflage	26
I.14.3 Extrusion en continu	26
I.14.3.1 Extrusion de tubes	26
I.14.4 Moulage par rotation	27
I.14.5 Enduction	27
I.15 Les essais mécaniques	27
I.15.1 Les essais mécaniques uniaxiaux	28
I.15.1.1 Essai de traction uniaxial	28
I.15.1.1.1 Principe de l'essai de traction	28

I.15.1.1.2 Machine de l'essai de traction uni axial	29
I.15.1.1.3 Les éprouvettes	31
I.15.1.1.4 Repense du matériau en traction uni axial	31
I.15.1.2 Essai de compression uni axial	32
I.15.1.2.1 Principe de l'essai	32
I.15.1.2.2 Réalisation de l'essai	32
I.15.1.2.3 Eprouvette	33
I.15.1.3 Essai de flexion uni axial	34
I.15.1.3.1 Machine de l'essai de flexion	34
I.15.1.4 Essai de cisaillement uni axial	35
I.15.1.4.1 Principe de l'essai de cisaillement	35
I.15.1.5 Essai de torsion uni axial	36
I.15.1.5.1 Principe de l'essai de torsion	37
I.15.2 Les essais mécaniques multi axiaux	38
I.15.2.1 Essai de traction biaxiale	38
I.15.2.1.1 Principe de l'essai de traction biaxiale	38
I.15.2.1.2 Machine de l'essai de traction biaxiale	38
I.15.2.1.3 Dispositif de traction biaxiale	39
I.15.2.1.4 Eprouvettes de traction biaxiale	41
I.15.2.1.5 Forme de l'éprouvette	42
I.15.2.2 Essai de traction-cisaillement (Essai Arcan)	43
I.15.2.2.1 Principe de l'essai Arcan	43
I.15.2.2.2 Principe du montage Arcan	44
I.15.2.2.3 Principe du fonctionnement	45
I.15.2.3 Essai de traction-torsion	45
I.15.2.3.1 Principe de l'essai	46
I.15.2.4 Essai de traction-compression	46
I.15.2.4.1 Principe de l'essai	46
I.15.2.4.2 Machines d'essais	47
I.16 Conclusion	47

CHAPITRE II : Méthode expérimentale

II.1 Introduction.....	48
II.2 Matériaux	48
II.3 Géométrie des éprouvettes.....	49
II.4 Essai de traction-torsion.....	50
II.4.1 Description de la Machine d'essai	50
II.4.2 Dispositif de traction-torsion	51
II.4.2.1 Définition	51
II.4.2.2 Principaux éléments constitutifs	51
II.4.3 Principe du fonctionnement.....	52
II.5 Principe de l'essai	53
II.6 Lecture sur le cadran.....	53
II.7 Système de fixation par méplat.....	54
II.8 Conclusion	55

Chapitre III : Interprétation des résultats

III.1 Introduction	56
III.2 L'essai de traction-torsion	56
III.3 Résultats obtenus des essais de traction-torsion sur des éprouvettes axisymétriques	57
III.4 Effet du rayon d'entaille R sur le comportement des éprouvettes en traction-torsion	59
III.4.1 Résultats des essais	59
III.4.2 Interprétation des résultats des essais	61
III.5. Détermination de la limite élastique.....	62
III.6. Détermination du module Young	63
III.7. Effet de l'angle de torsion sur le comportement des éprouvettes axisymétriques	65
III.8. Conclusion	68
CONCLUSION GENERALE	69

Liste des figures

Chapitre I

Figure I.1: polymères linéaire.

Figure I.2 : polymère réticulé avec ponts disulfure reliant deux chaînes.

Figure I.3 : Homopolymère ramifié (a) et copolymère ramifié (b).

Figure I.4 : polymère amorphe.

Figure I.5: polymère semi-cristallisé.

Figure I.6: Différentes sollicitations mécaniques.

Figure I.7: Variation du module d'Young d'un polymère, en fonction de la température.

Figure II.8: polyaddition de PEHD.

Figure I.9 : Dispositif de traction uni axial.

Figure I.10 : Eprouvette de traction cylindrique et prismatique.

Figure I.11: Machine d'essai de traction uni axiale et ses équipements.

Figure I.12: éprouvettes de traction; a) plate; b) cylindrique.

Figure I.13: a) diagramme effort-allongement, b) le comportement de l'éprouvette pendant l'essai.

Figure I.14: Schématisation de l'éprouvette et du dispositif de compression.

Figure. I.15: Flexion simple (encastrement libre).

Figure I.16 : a) Schéma de principe de l'essai de cisaillement ; b) : Courbe de cisaillement pur

Figure I.17 : Essai de torsion.

Figure I.18 : Schéma de principe d'essai de torsion.

Figure. I.19 : Machine d'essai de traction bi axiale.

Figure I.22: Dispositif de traction biaxiale.

Figure I.23 : Dispositif en place sur la machine de traction.

Figure I.26: Exemple des éprouvettes cruciformes pour les essais de traction biaxiaux.

Figure I.27 : a - Eprouvette papillon en chargement biaxiale.

b - Etat de contrainte plane développé au centre de l'éprouvette.

Figure I.29 : Principe de fonctionnement du montage Arcan.

Figure I.30 : dispositif ARCAN modifié.

Figure I.32 : Eprouvette soumise en traction-torsion.

Figure I.33 : Eprouvette tubulaire sollicitée traction-torsion.

Figure I.34 : tube à parois minces sollicitée en traction-compression.

Chapitre II

Figure II.1 : Sens de prélèvement des éprouvettes d'un tube de PEHD.

Figure II.2 : Géométrie des éprouvettes sabliers.

Figure II.3 : Dispositif traction-torsion monté sur la machine de traction.

Figure II.4 : Schéma du dispositif traction-torsion.

Figure II.5 : Eprouvettes fixées sur les mors de la machine de traction.

Figure II.6 : Lecture sur le cadran.

Figure II.7 : méplat réalisé sur l'éprouvette.

Chapitre III

Figure III.1: comportement d'un PEHD en traction

Figure III.2 : Courbe de traction-torsion du PEHD avec différents rayons d'entaille et angle de torsion

Figure III.2 : Courbe force-déplacement obtenues par les essais de tractions-torsion sur des éprouvettes axisymétriques pour un angle de 0° .

Figure III.4 : Courbe force-déplacement obtenues par des essais de traction-torsion sur des éprouvettes axisymétriques pour un angle de 30°

Figure III.5 : Courbes force-déplacement obtenues par ces essais de traction-torsion sur des éprouvettes axisymétriques pour un angle de 45°

Figure III.6 : Effet du rayon d'entaille sur la limite élastique

Figure III.7 : La méthode de détermination de E

Figure III.8 : Effet de rayon d'entaille sur le module de Young

Figure III.9 : Courbe force-déplacement obtenus par des essais de traction-torsion sur des éprouvettes axisymétriques pour un rayon d'entaille 2mm

Figure III.10 : Courbe force-déplacement obtenus par des essais de traction-torsion sur des éprouvettes axisymétrique pour un rayon d'entaille 4mm

Figure III.11 : Courbe force-déplacement obtenus par des essais de traction-torsion sur des éprouvettes axisymétrique pour un rayon d'entaille 10mm

Figure III.12 : Effet de l'angle de torsion sur la limite élastique

Figure III.13 : Effet de l'angle de torsion sur le module d'élasticité

Chapitre I

Tableau I.1:Types d'homopolymères.

Tableau I.2: Mode de Copolymères.

Tableau I.3:Les domaines d'application des polymères.

Tableau I.4: Formes et dimensions normalises des éprouvettes de compression.

Tableau I.5 : Eprouvettes cruciformes de différents types.

Chapitre II

Tableau II.1 : Caractéristiques du PEHD étudié.

Tableau II.2 : Dimensions des éprouvettes axisymétriques (mm).

Tableau II.3 Différentes valeurs de g en fonction de θ .

Chapitre III

Tableau III.1 : Valeurs des angles de torsion.

Tableau.III.2 : Valeurs de la contrainte élastique.

Tableau III.3 : Valeurs du module de Young E .

Introduction générale

Introduction générale :

Les matériaux plastiques jouent un rôle très important dans notre vie quotidienne, leurs applications sont de plus en plus vastes. La demande mondiale de ces matières augmente d'une année à autre.

Le choix du polyéthylène à haut densité (PEHD) pour la fabrication des canalisations de distribution de l'eau comme alternative à l'acier ou à la fonte découle des nombreux avantages technico-économiques procurés par ce matériau. C'est un thermoplastique semi-cristallin qui présente de bonnes propriétés mécaniques sans cesse améliorées par le développement de nouveaux procédés de fabrication. Sa légèreté facilite les opérations de manutention et de mise en œuvre sur le terrain. C'est un matériau ayant une ténacité élevée qui répond aux exigences de produits devant résister à des conditions d'utilisation sévères (impact, fluage, fatigue...etc.). Il possède une bonne résistance à la corrosion, quelles que soient les conditions au sol, ce qui permet d'éviter les surcoûts dus à l'application d'une protection passive ou active. Il possède également l'avantage de pouvoir assembler les tubes par des techniques de fusion efficaces et faciles à mettre en œuvre. De plus, les systèmes en PEHD supportent les effets des mouvements du sol dus aux instabilités et aux grandes variations de température. Du fait aussi de leur bonne résistance à la fissuration, les canalisations en PEHD présentent un degré de fiabilité élevé dans des conditions d'utilisations normales. En plus de son utilisation dans le transport des fluides, le PEHD a su s'imposer ces dernières années, dans de nombreuses applications telles que l'automobile, l'aéronautique et le domaine médical. Cette diversité d'applications a fait du polyéthylène à haute densité (PEHD) un matériau qui reçoit une double attention depuis de nombreuses années. En effet, il est considéré comme un matériau 'modèle' pour l'étude scientifique du comportement mécanique de la classe des polymères semi-cristallins.

Dans ce travail, le comportement du polyéthylène à haute densité sera étudié par des essais de traction combiné par la torsion sur des éprouvettes entaillées. L'effet de rayon d'entaille et l'angle de torsion sur le comportement mécanique sera présenté.

Un intérêt particulier sera porté sur la limite élastique et le module d'élasticité pour chaque type d'essai et leur sensibilité au rayon de l'entaille à l'angle de torsion, sur la base des résultats obtenus.

Afin d'acquérir l'objectif, nous avons divisé notre mémoire en trois parties essentielles. Le premier chapitre est consacré pour des généralités sur les polymères semi-cristallins où la morphologie et la microstructure ainsi que les propriétés mécaniques et le comportement thermique sont décrits. L'étude expérimentale est ensuite, abordée dans le second chapitre où nous allons citer les différentes étapes de réalisation des éprouvettes axisymétrique usinées au niveau du Hall de Technologie (Oued-Aissi) et sur lesquelles nous effectuerons des essais de traction-torsion au niveau du laboratoire de RDM (faculté du génie de la construction, UMMTO) sur la machine universelle IBERTEST mode UIB/100 dont le dispositif traction torsion et monté sur la machine.

La présentation des résultats obtenus par ces essais et leurs interprétations sera abordée dans le troisième chapitre à partir desquelles nous déterminerons les caractéristique intrinsèques du matériau telles que : le module d'Young (E), la limite d'élasticité (σ_e).

Nous terminons ce travail par une conclusion générale.

Chapitre I

Partie bibliographique

I.1 Introduction :

Les polymères tant que matériaux sont connus depuis longtemps. L'homme a utilisé des polymères naturels comme matière première à partir de laquelle il fabriquait des produits dont il a besoin pour faciliter sa vie. Aujourd'hui, les polymères naturels qui comprennent des matériaux tels que le bois, le caoutchouc, le cuir et les résines végétales et la cellulose jouent un rôle important dans les processus biologiques et physiologiques des végétaux et des animaux. Les outils de la recherche scientifique moderne ont permis de déterminer la structure moléculaire de groupes de matériaux et de mettre au point de nombreux polymères synthétisés à partir de petites molécules organiques. Au cours de ces dernières années, les domaines d'utilisation des matériaux polymères se sont considérablement diversifiés. Certains sont utilisés dans des applications dentaires, médicales et l'équipement pharmaceutique. Et aussi dans les produits d'hygiène, alimentaires et les appareils électroménagers. Leur excellente isolation les rend bien adaptés aux applications électriques. En outre, ils ont un usage intensif comme matériaux d'emballage (Goblet, Sacher ...etc.), ils sont maintenant largement utilisés pour la fabrication des tubes pour le transport de fluides. Leurs propriétés mécaniques sont alors d'un extrême intérêt pour le concepteur. Par contre, leur production représente un immense tonnage au point d'être susceptibles de polluer l'environnement car ils proviennent généralement du pétrole ou du gaz.

Pour mettre en œuvre correctement ces matériaux, il est important de connaître leur mécanisme de réaction avec leurs avantages et leur inconvénient spécifique.

I.2 Définition des polymères :

Le mot polymère nous vient du grec. Les racines « poly et mers » signifient plusieurs parties. On appelle polymère une grande molécule constituée d'unités fondamentales appelées monomères (ou motifs monomères) reliées par des liaisons covalentes dont sa formule est symbolisée par celle de l'unité répétitive, mise entre parenthèses et accompagnée d'un indice n qui indique le nombre de monomères constituant chaque chaîne de polymères. Lorsque ce nombre n est inférieur à une dizaine, le polymère reçoit le nom d'oligomère.

Un monomère est un composé constitué de molécules simples pouvant réagir avec d'autres monomères pour donner un polymère.

Contrairement au polymère, un monomère a une faible masse moléculaire. Le terme macromolécule est souvent utilisé à la place de polymère. [1]

I.3 Synthèse et caractéristiques des polymères :

Bien qu'il existe de nombreuses variantes des réactions de synthèse des polymères, on peut les ramener à deux grandes catégories :

- Les réactions de polymérisation en chaîne.
- Les réactions de polycondensation.

I.3.1 Polymérisations en chaîne :

La caractéristique commune des réactions de polymérisation en chaîne, qui les distingue des polycondensations, est la formation de centres actifs (intermédiaires réactionnels) ne préexistent pas dans le monomère. Ces centres actifs ont une réactivité très différente de celle des monomères. Ils fixent en général de nombreuses molécules monomères, et la croissance du polymère s'effectue essentiellement par ces additions successives. La « chaîne cinétique » commence par l'élaboration du centre actif qui constitue le site d'amorçage, capable d'attaquer une première molécule de monomère.

L'ensemble de ces deux événements constitue la réaction d'amorçage proprement dite. La molécule formée reste porteuse d'un centre actif de même nature et est donc capable d'attaquer une nouvelle molécule de monomère, et ainsi de suite. La chaîne cinétique se poursuit donc par un grand nombre de réactions de cette nature, dites réactions de propagation. Elle se termine par la destruction du centre actif, dite réaction d'arrêt ou de terminaison. La chaîne cinétique peut aussi être coupée par quelques réactions de transfert, où l'extrémité active se transfère de la chaîne macromoléculaire en croissance à une autre molécule, dite agent de transfert, qui devient à son tour active.

Selon la nature du centre actif qui provoque l'addition des motifs successifs, on peut classer toute polymérisation en chaîne dans l'un des sous-groupes suivants :

- polymérisation radicalaire ;
- polymérisation anionique ;
- polymérisation cationique ;
- polymérisation par coordination (amorcée par des complexes des métaux de transition).

Dans le premier cas, le centre actif est un radical libre. Dans les trois derniers cas, l'extrémité active de la macromolécule peut être associée à un contre-ion ou bien à un complexe de coordination. C'est le dernier type de polymérisation qui, à présent, est le plus important sur le plan industriel. [2]

I.3.2 La polymérisation par étape (Polycondensation) :

Les réactions de polycondensation sont des réactions par étapes : la macromolécule est construite suite aux réactions successives entre les groupements terminaux de molécules monomères. La poursuite du processus jusqu'à l'obtention d'un polymère peut avoir lieu par ajouts progressifs d'autres molécules monomères ou par réaction entre oligomères. Une des particularités de la polycondensation est l'élimination, au cours de la réaction d'un tiers constituant.

Il s'agit le plus souvent de molécules d'eau ou d'alcool. Le nombre de groupes fonctionnels qui peuvent réagir pour donner le polycondensat est appelé fonctionnalité f.

Il est bien évident qu'avec des composés monofonctionnels, on ne peut pas obtenir de polymères, on obtient un composé normal. Pour que cela soit possible il faut que les monomères aient une fonctionnalité égale ou supérieure à 2. Lorsqu'un monomère ou un mélange de monomère possède une fonctionnalité moyenne égale à 2, on obtient des polymères linéaires thermoplastiques, fusibles et solubles dans les solvants organiques. Si la fonctionnalité moyenne est supérieure à 2, la polymérisation conduit à des structures d'abord ramifiées, puis réticulées, d'où la formation de réseaux tridimensionnels infinis. Chaque molécule de monomère de fonctionnalité supérieure à 2 génère un point de réticulation chimique reliant plusieurs chaînes de polymères entre elles. [2]

I.4 Les techniques de la polymérisation par étape (Polycondensation) :

Techniquement, les réactions de polymérisation peuvent être effectuées de différentes manières suivant la nature du monomère et l'utilisation qui doit être faite du polymère.

On distingue quatre techniques de polycondensation: La polycondensation en masse; la polycondensation en solution ; La polycondensation en suspension et à l'état solide ; la polycondensation inter faciale. [2]

I.4.1 La polycondensation en masse :

C'est la méthode la plus couramment employée. Les réactions sont généralement lentes à température ambiante, il est intéressant d'opérer à des températures suffisantes pour que les monomères et polymères soient fondus; dans ces conditions, le milieu réactionnel est toujours homogène et la polymérisation se trouve facile. Mais outre la dépense énergétique supplémentaire correspondante à ce chauffage ; il apparaît des risques de dégradation des produits. La polycondensation en masse présente l'avantage de conduire à un polymère sec directement utilisable, mais malheureusement l'opération est assez lente, elle nécessite une importante dépense d'énergie. [3]

I.4.2 La polycondensation en suspension et à l'état solide :

L'association de ces deux types de polycondensation a été utilisée dans la préparation de polyamides en deux étapes. Un di carboxylate de phényle est d'abord poly condensé avec une diamine en suspension dans un hydrocarbure aromatique. Le phénol et le polymère précipitent dans le dispersant qui doit dissoudre le di carboxylate de diphenyle sans gonfler le polyamide formé. Cette polycondensation en suspension donne un pré polymère (1000 à 4000) qui est ensuite pulvérisé et poly condensé à l'état solide. [3]

I.4.3 La polycondensation en solution :

Bien qu'il s'agisse d'une méthode très développée en laboratoire, son utilisation industrielle est limitée. Son importance relative devrait cependant croître compte tenu du développement des nouveaux polymères aromatiques à températures de transition (T_g) et (T_f) élevées. Le mélange solvant contient en général un composé inerte vis-à-vis des

réactifs et un agent gonflant du Polymère; un capteur de proton (pyridine, triméthylamine) est ajouté pour fixer le chlorure d'hydrogène formé. Le pouvoir solvant de ces composés organiques est fortement accru par l'introduction de sels minéraux tels que LiCl ou CaCl₂. [4]

I.4.4 La polymérisation inter faciale :

La polycondensation inter faciale est une méthode de polymérisation rapide et irréversible utilisée pour la préparation des polyuréthanes, polyamides et polyacrylates ester. Cette méthode met généralement en jeu des systèmes bi phasiques liquides constitués d'une phase aqueuse et une phase organique qui dissolvent sélectivement les deux monomères. Les monomères utilisés sont plus souvent très réactifs. [4]

I.5 Types des polymères :

Il existe deux types de polymères :

- les homopolymères.
- les copolymères.

I.5.1 Les homopolymères :

Les homopolymères sont des polymères qui ne possèdent qu'une seule unité. Nous citons comme exemple, le polyéthylène.

Il existe, au sein des homopolymères, différents type :

Les différents types d'homopolymères sont représentés dans le Tableau I.1. Notons que A représente l'unité de l'homopolymère. [5]

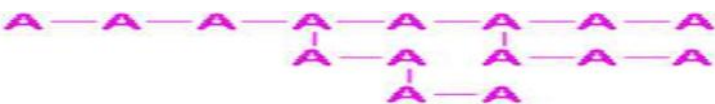
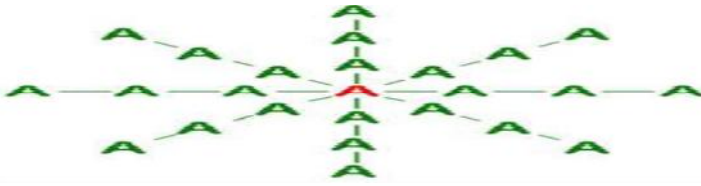
Types	Formes
Les homopolymères linéaires	
Les homopolymères branchés	
Les homopolymères étoilés	

Tableau I.1 : Types d'homopolymères.

I.5.2 Les copolymères :

Les copolymères sont des polymères qui possèdent plusieurs unités. Comme pour les homopolymères, les copolymères peuvent se classer dans différentes familles. On parle alors de modes de copolymères qui sont représentés ci-dessous dans le tableau I.2 : [1]

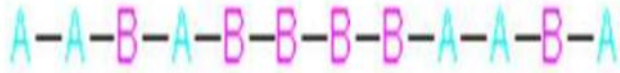
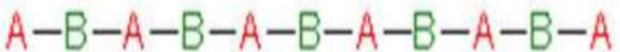
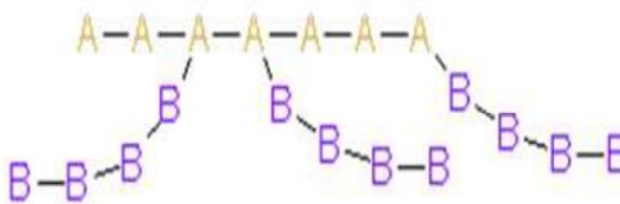
Mode	Forme
Le mode statique	
Le mode alterné	
Le mode séquencé	
Le mode greffé	

Tableau I.2 : Mode de Copolymères.

I.6 Classification des polymères organiques :

I.6.1 Selon leurs origines : On peut les classés en trois catégories :

I.6.1.1 Polymères naturels :

Sont issus des règnes végétal ou animal, leur importance est considérable. On peut cependant mentionner, dans cette catégorie, la famille des polysaccharides (cellulose, amidon...), celle des protéines (laine, soie....) caoutchouc naturel (poly isoprène – vulcanisation du latex de l'hévéa), Silicates, protéines. [6]

I.6.1.2 Polymères synthétiques :

Les molécules monomères qui permettent de les obtenir n'existent pas dans la nature. Cependant, on peut remarquer que les structures réalisées par synthèse sont souvent proches de celles des polymères naturels. [6]

Exemple sur les polymères synthétique :

Polyéthylène (PE), polyéthylène à basse densité (PEBD), polyéthylène à haute densité (PEHD), polyamide (PA), poly tétra fluoré éthylène (PTFE, " téflon "),

polyéthylène téréphtalate (PET), poly-méthacrylate de méthyle (PMMA), polycarbonate (PC), polystyrène (PS), polyuréthane (PU), poly diméthyle siloxanes (silicone). [6]

I.6.1.3 Polymères artificiels :

Dérivés des polymères naturels, nitrate et acétate de cellulose, Ébonite (caoutchouc fortement réticulé par le soufre).

I.6.2 Selon leur structure (ou dimensionnalité) :

Les polymères peuvent présenter des architectures extrêmement variables. Ils peuvent être linéaires, ramifiés ou réticulés. Le plus souvent, ils sont amorphes, parfois ils peuvent être, au moins partiellement, cristallisés. [5]

I.6.2.1 Les Polymères linéaires (ou monodimensionnels) :

Les polymères linéaires sont constitués de grandes chaînes de monomères reliés entre eux par des liaisons covalentes. Ces macromolécules sont liées entre elles par des liaisons secondaires qui assurent la stabilité du polymère. Ces liaisons secondaires sont des liaisons ou ponts hydrogène ou des liaisons de VanderWaals. Lorsque ces liaisons existent, le matériau devient rigide et présente un comportement de solide. Si la température s'élève, l'agitation moléculaire qui en résulte va rompre progressivement ces liaisons secondaires. Le matériau va pouvoir s'écouler sous son propre poids : il présente alors le comportement d'un liquide visqueux. La température à laquelle se produit cette évolution s'appelle la température de transition vitreuse.

La transition vitreuse correspond à l'apparition de mouvements de longs segments de chaîne et marque le passage de l'état vitreux à l'état caoutchouc. La (figure I.1) donne différents exemples de polymères linéaire. [5]

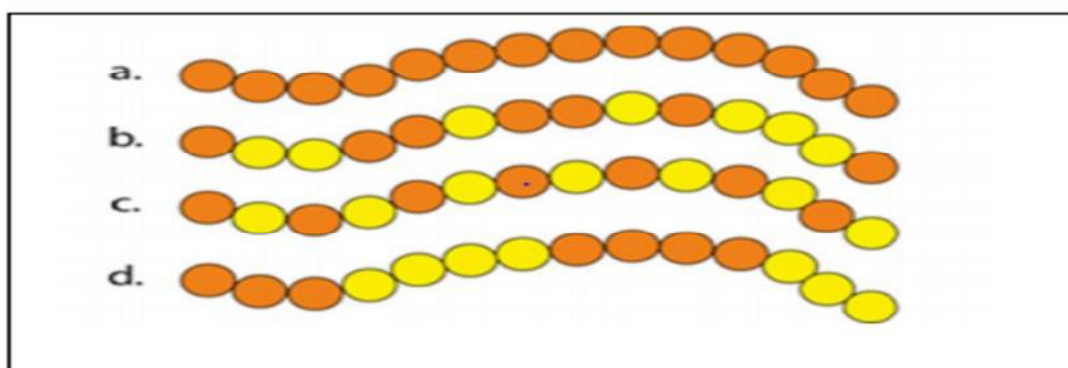


Figure I.1: polymères linéaire.

a) homopolymère, b) copolymère statistique c) copolymère alterné, d) copolymère séquencé.

Les propriétés mécaniques des copolymères varient en fonction du type et de la disposition des monomères.

Les rotations de la chaîne sont facilitées ou au contraire rendues plus difficiles en fonction de la nature, de la disposition et de l'encombrement de chacun des monomères.

I.6.2.2 Les Polymères réticulés (ou bidimensionnels) :

La réticulation correspond à la formation de liaisons chimiques suivant les différentes directions de l'espace au cours d'une polymérisation, d'une polycondensation ou d'une polyaddition, et qui conduit à la formation d'un réseau. [5]

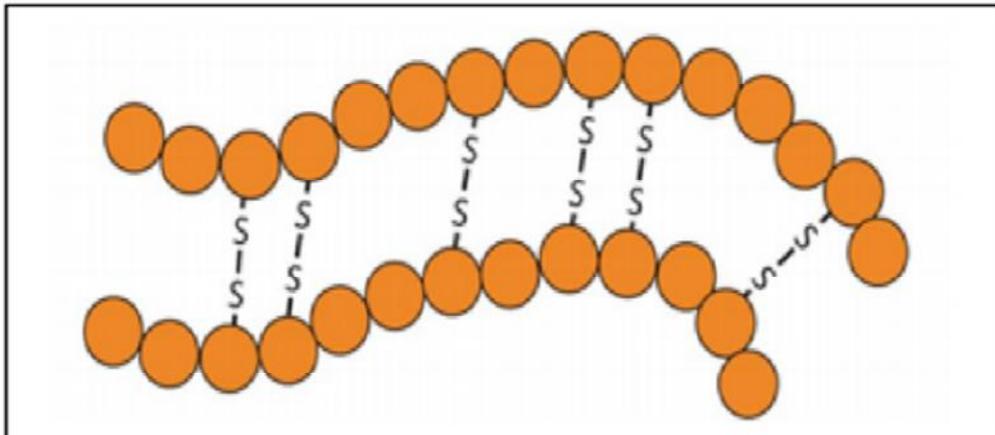


Figure I.2 : polymère réticulé avec ponts disulfure reliant deux chaînes.

I.2.2.3 Polymères ramifiées (ou tridimensionnels) :

Des chaînes homopolymères. Exemple : PS ou copolymères. Exemple: (PET) peuvent se greffer sur d'autres chaînes au cours de la polymérisation. Au-dessus de la température de transition vitreuse, ces matériaux présenteront un comportement visqueux plus marqué que les polymères linéaires. [5]

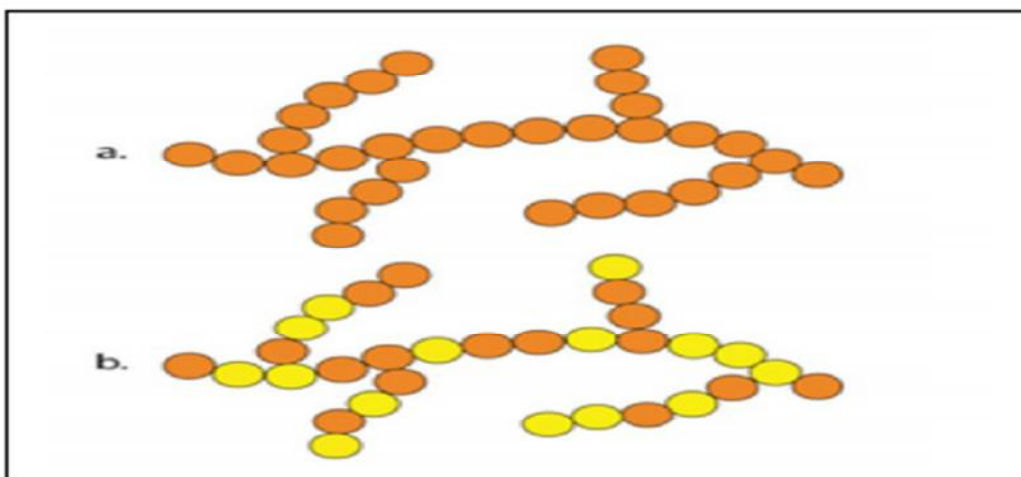


Figure I.3 : (a) Homopolymère ramifié ; (b) copolymère ramifié.

I.6.3 Selon leurs morphologies :

I.6.3.1 Polymères amorphes :

Les chaînes macromoléculaires peuvent être organisées de façon aléatoire dans l'espace, et constituent ainsi une phase amorphe. La phase amorphe est en théorie équivalente à un liquide « figé » sans ordre moléculaire à orientations macromoléculaires préférentielles. [7]

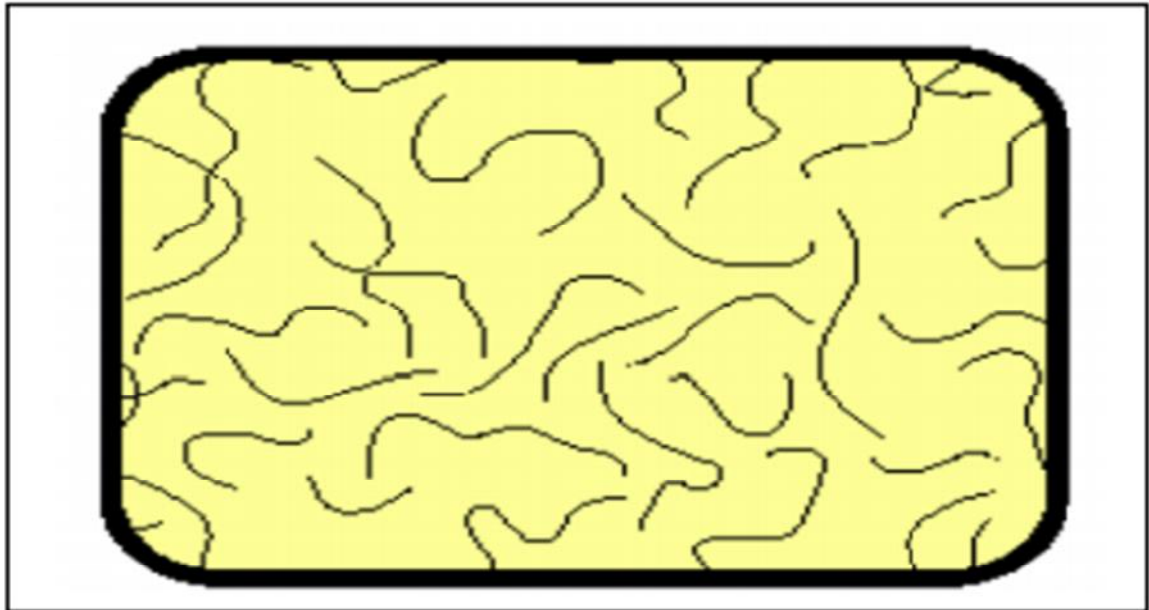


Figure I.4 : polymère amorphe.

I.6.3.2 Polymères semi-cristallins :

Ils sont constitués de phases cristallines et de phases amorphes du même polymère. Leur microstructure est souvent complexe et, en conséquence, la description de leurs propriétés mécaniques est généralement bonne. A titre d'exemple, la matière plastique des gobelets jetables est plus résistante à la déchirure dans la direction circonférentielle que dans la direction des génératrices, ce qui manifeste une anisotropie des propriétés mécaniques. [8]

Les matières semi-cristallines ont une structure moléculaire hautement ordonnée, avec des points de fusion très précis. Elles ne ramollissent pas à mesure que la température augmente, puis se transforment rapidement en un liquide à basse viscosité. Ces matières sont un flux anisotrope, se retirant moins dans la direction du flux que transversalement au flux. Elles ont une excellente résistance chimique. Les semi-cristallines renforcées ont des propriétés à haute-température bien meilleures, et conservent des niveaux de résistances et de rigidité au-delà de leur température de transition vitreuse (T_g). [7]

I.6.4. Selon leurs domaines d'application:

Il est difficile de proposer une classification exhaustive tant la variété des propriétés multiplie les applications des polymères, comme matériaux en particulier. Il est cependant possible de regrouper les polymères en trois grandes catégories : [6]

I.6.4.1. Les polymères de grande diffusion :

Encore appelés polymères de commodité, dont la production annuelle s'évalue par millions de tonnes, sont devenus d'un emploi quotidien pour tous.

Le polyéthylène, le polystyrène, le poly (chlorure de vinyle) et quelques autres sont à classer dans cette catégorie d'une importance économique considérable.

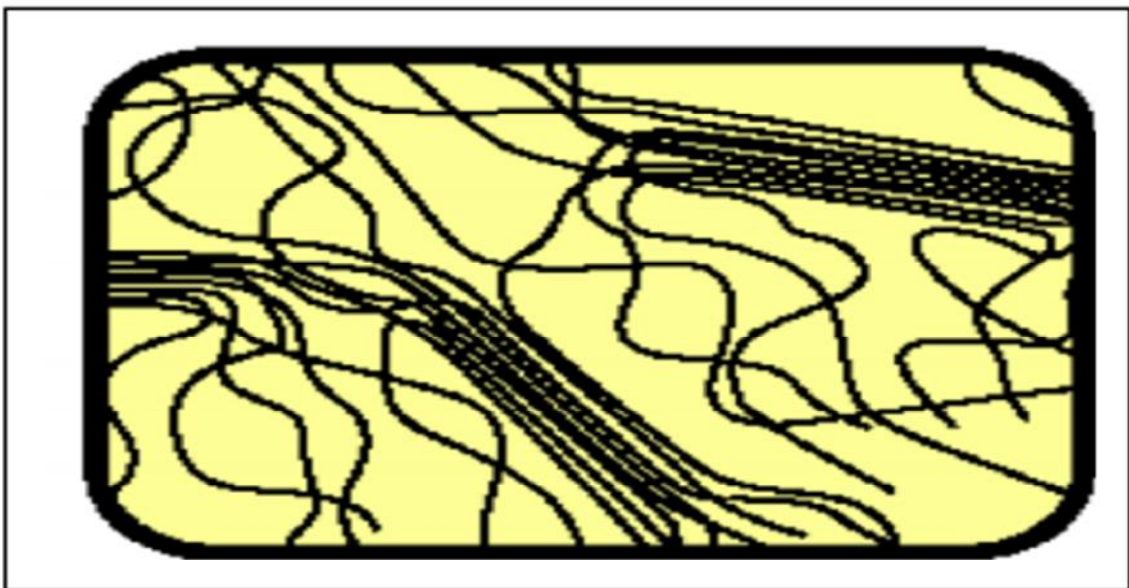


Figure I.5 : polymère semi-cristallisé.

I.6.4.2 Les polymères techniques :

Ils ont des caractéristiques qui leur permettent de se substituer, de plus en plus aux matériaux traditionnels (métaux, céramiques...) pour de nombreuses applications; les polyamides, les polyacétals.....etc, font partie de cette famille.

I.6.4.3 Les polymères spéciaux :

Ces polymères de fonction qui présentent généralement une propriété qui induit leur utilisation pour une application particulière. C'est dans cette catégorie que se trouvent les polymères conducteurs, photo actifs, thermostables, adhésifs....etc. Tous les spécialistes ne donnent pas la même définition à chacune de ces catégories même s'ils s'accordent sur les termes.

Le tableau ci-dessous nous montre quelque domaine d'utilisation suivie de quelque exemple:

Domaines	Exemples
Industrie de la construction	Les portes, conduites d'eau, peinture des murs revêtement du sol.
Industrie de l'emballage	Bouteilles, boîtes de yaourt, boîtes en lettres.
Médecine et santé	Poches de sang lentilles, verres de lunettes, les organes
Article ménagers	Poubelles, vaisselle, seaux.
Matériel électrique et électronique et les communications	Tension d'isolement, laveuses, ordinateurs, caméras, radio, télévision
Industrie automobile	Système vitre claire, Tapie, gainage de câble
Dans le domaine agricole	Colles, vermis, mousses
Le domaine chimique	Tuyauterie, cuves, revêtements

Tableau I.3 : Les domaines d'application des polymères.

I.6.5 Selon leurs comportements thermiques :

Les propriétés des polymères permettent des usages très variés. On peut ainsi les regrouper dans quatre familles : [6]

- Les thermoplastiques.
- Les thermodurcissables.
- Les élastomères.
- Les élastomères thermoplastiques

I.6.5.1 Les Thermoplastiques :

Un thermoplastique est un polymère linéaire ou ramifié pouvant être ramolli par chauffage et durci par refroidissement dans un intervalle de température spécifique. Ces polymères peuvent se cristalliser (thermoplastes amorphes ou thermoplastes semi-cristallins) comme le polyéthylène (PE), le poly (chlorure de vinyle) (PVC) ou le polystyrène (PS) sont mis en forme par diverses techniques comme l'injection, l'injection-soufflage, l'extrusion ou le roto moulage. Dans la majorité des cas, le polymère ayant la forme désirée récupère son état partiellement cristallin ou amorphe après refroidissement.

I.6.5.2 Les thermodurcissables :

Un thermodurcissable est un produit (poudre à mouler solide ou résine liquide) transformé irréversiblement par polymérisation en un réseau tridimensionnel infusible et insoluble que l'on qualifie de thermo durci. Il est souvent d'usage, dans l'industrie, d'employer abusivement le terme thermodurcissable pour désigner à la fois le système réactif initial, soluble et fusible et le produit final et infusible. Le réactif initial peut être composé d'un monomère ou d'un mélange de monomères (résines aminoplastes et phénoplastes, silicone,...) ou plus fréquemment d'un mélange de polymère linéaire de faible masse molaire et de monomère (résine époxy, résines polyesters insaturés,...). Dans tous les cas, la réticulation s'effectue sous l'action de la chaleur et/ou de catalyseurs.

Ces polymères amorphes ont une température de transition vitreuse élevée (80 °C à + de 150 °C) mais, du fait de la réticulation, ne présentent pas d'état caoutchoutique ni d'état liquide.

La mise en œuvre des thermodurcissables est donc moins aisée que celle des thermoplastiques car il faut impérativement effectuer la mise en forme en même temps que la réaction chimique de réticulation. Cependant, les thermodurcissables présentent une résistance mécanique, chimique et thermique plus élevées que les thermoplastiques.

I.6.5.3 Les élastomères :

Un élastomère est un polymère linéaire ou ramifié transformé par vulcanisation en un réseau tridimensionnel faiblement réticulé infusible et insoluble. Les élastomères se différencient des thermodurcissables par leur propriété d'élasticité caoutchoutique, c'est-à-dire la capacité à subir de très grandes déformations réversibles sous l'action de contraintes mécaniques. Ils peuvent atteindre de très grandes allongements (jusqu'à 500 %) tout en étant capables de retrouver leur géométrie initiale en restituant au milieu l'énergie qui leur a été fournie lors de la déformation.

I.6.5.4 Les élastomères thermoplastiques :

Un élastomère thermoplastique est un polymère linéaire ou ramifié présentant les propriétés d'élasticité caoutchoutique d'un élastomère et de facilité de mise en œuvre d'un thermoplastique. Les élastomères thermoplastiques sont souvent des copolymères à blocs (ou des mélanges d'homopolymères et /ou copolymère) dont la structure à l'état solide résulte toujours de l'association d'au moins deux phases distinctes non miscibles:

Une phase souple (température de transition vitreuse comprise entre 40 °C et 90°C) associée à une phase rigide (température de transition vitreuse ou température de fusion supérieure à 90 °C).

C'est donc un matériau multi phase ou la phase rigide est dispersée dans la phase souple. [10]

I.6.6 Selon l'importance économique:

Pour les polymères, comme pour tous produits industriels, il existe une corrélation entre le tonnage et le prix, ceci permet de distinguer trois grandes catégories de polymères commerciaux

I.6.6.1 Les polymères de grande diffusion :

Dont le volume des ventes et de production est élevé et dont le prix est faible.
Comme : PE, PP, PS, PVC.

Les polymères à hautes performances : dont le volume des ventes est le plus faible et les prix sont les plus élevés.

I.6.6.2 Les polymères techniques :

Dont le volume et le prix sont intermédiaires entre les deux catégories précédentes, comme : polyamides, Polyéthylène.

I.7 Propriétés des polymères :

Les propriétés des matériaux polymères sont beaucoup plus sensibles que celles des métaux aux influences extérieures telles que la température, la dureté, l'intensité de la contrainte appliquée, les radiations UV et les agents chimiques. Les caractéristiques de résistance peuvent différer seulement d'un ordre de grandeur. Hormis les paramètres spécifiques ou matériaux (masse molaire, taux de ramification, mobilité des chaînes, taux de réticulation,.....), et les conditions extérieures (humidité, agents chimiques, température, vitesse de sollicitation, type et intensité des contraintes appliquées). [10]

I.7.1 Propriétés physiques :

Si l'on considère l'usage des matériaux polymères, on distingue deux classes : les polymères techniques et les polymères à usage structural. [10]

I.7.1.1 Les polymères techniques :

Ils sont généralement produits en petites quantités pour leur propriété optique, électronique, physico-chimique, pharmaceutique, etc.

I.7.1.2 Les polymères à usage :

Structural sont formulés pour adapter leurs propriétés mécaniques à un usage donné. C'est essentiellement la rigidité et l'amortissement qui sont concernés. Bien sûr plusieurs propriétés peuvent être concernées simultanément, par exemple dans le cas des polymères transparents où de bonnes propriétés optiques et une moindre fragilité sont exigées. Les polymères sont de bon isolants électriques et des isolants thermiques de qualité moyenne tant qu'ils ne forment pas de mousse.

I.7.2 Propriétés mécaniques :

Les propriétés mécaniques décrivent leur comportement vis à vis des sollicitations mécaniques telles que pressions, étirements, torsions, frottements, chocs et effets de la pesanteur. Autrement dit, est-ce que la structure et la forme du polymère sont stables dans le temps?

Certains polymères seront appréciés pour leur bonne stabilité dimensionnelle (par exemple les polyesters aromatiques). D'autres, les élastomères, seront recherchés pour leur élasticité qui leur confère une excellente capacité d'absorption des chocs.

La figure I.6 présente les différentes sollicitations mécaniques. [10]

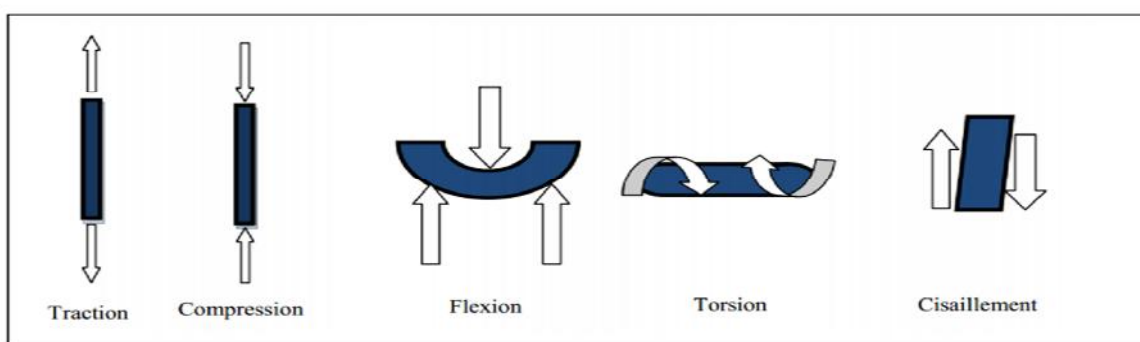


Figure I.6 : Différentes sollicitations mécaniques.

I.7.3. Propriétés thermiques :

Les propriétés mécaniques des polymères dépendent fortement de la température. À basse température, la plupart des polymères présentent un état vitreux : ils sont rigides. Lorsque la température augmente, ils passent par un état de transition : pour une plage de températures spécifique du polymère, les chaînes macromoléculaires glissent les unes par rapport aux autres et le polymère se ramollit.

Cette plage de températures est appelée température de transition vitreuse, notée T_g . À une température plus élevée, le polymère passe par un plateau caoutchoutique : son comportement est viscoélastique. À cet état, les forces de VanderWaals et la réticulation entre chaînes servent de force de rappel lorsque l'on déforme le matériau.

Enfin, lorsque l'on élève la température de polymères peu réticulés, on peut assister à une phase d'écoulement visqueux, correspondant au désenchevêtrement des chaînes. Ce dernier comportement est utilisé pour mettre en forme les matières plastiques.

Certains polymères présentent également un point de fusion, supérieur à T_v .

Les polymères étant utilisés la plupart du temps à température ambiante, on dit qu'ils sont élastomères si leur température de transition vitreuse est inférieure à la température ambiante (comportement caoutchoutique); et ils sont Plastomères (comportement rigide) dans l'autre cas.

La nature du polymère, sa masse moléculaire moyenne, son degré de polymérisation, sa structure influent énormément sur la largeur de ces différents domaines et sur leur seuil d'apparition en fonction du temps ou de la température. [10]

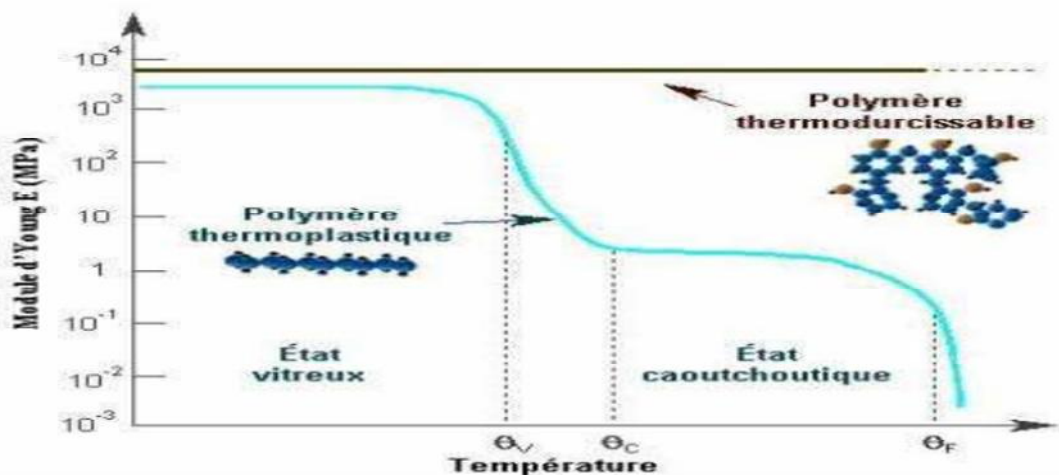


Figure I.7 : Variation du module d'Young d'un polymère, en fonction de la température.

I.7.3.1 Comportement et transition vitreuse :

I.7.3.1.1 Etat vitreux :

À l'état vitreux (basse température) les mouvements moléculaires accessibles au polymère ne peuvent pas amorcer le coopératif le long du squelette de la chaîne.

Les déformations accessibles sont donc faibles et le module de Young est élevé, la déformation élastique est contrôlée par le terme enthalpique de son énergie interne, comme pour les métaux. Pour vitreux qu'il soit, le polymère n'est pas figé. Il existe toujours des fluctuations temporelles et spatiales de conformation.

A fortes contraintes le processus de déformation plastique peut être activé à température dite température de transition ductile/ fragile, inférieure à la température de transition vitreuse. Le comportement apparent du polymère lorsqu'il est vitreux est viscoélastique, viscoplastique, avec une ductilité macroscopique plus ou moins développée en fonction de la température et de la vitesse. [10]

I.7.3.1.2 Zone de transition :

La zone de transition, associée à la relaxation vitreuse, ou zone de viscoélastique marque le moment où des changements de conformation globale, c'est-à-dire des mouvements coopératifs le long de squelette de la chaîne, deviennent possible. Le module de Young décroît donc rapidement et le comportement est très évolutif. [9]

I.3.3.1.3 Zone caoutchoutique :

Sur la zone caoutchoutique la température est suffisante pour que la chaîne balais spontanément toutes ses conformation possible en temps très court devant le temps représentatif de la sollicitation. Par contre, la température est trop faible pour autoriser le désenchevêtrement des chaînes à grande échelle. Macroscopiquement, les chaînes apparaissent donc souples, mais l'écoulement est interdit. Le matériau devient progressivement hyper-élastique, en fait, visco hyper élastique, s'il n'est pas réticulé. Les processus plastique cèdent le pas à l'élasticité entropique aux grandes déformations.

Le plateau caoutchoutique d'un semi cristallin est plus haut et plus long que celui d'un amorphe. Ces deux points expliquent qu'un semi cristallin, tel le PP ou le PE, peut être utilisé au-dessous de sa transition vitreuse il faut le réticulé, ce sont les élastomères.

Un polymère semi cristallin reste donc viscoplastique, avec un durcissement structurel et/ou endommagement, sur son plateau caoutchoutique. Il est aussi important de noter sur la Figure I.7 que le PC et PP ont des comportements macroscopiques très similaires, alors qu'ils sont le siège de processus très différents : amorphe vitreux pour l'un, semi cristallin pour l'autre. [9]

I.7.3.1.4 Zone fluide :

La zone fluide apparaît quand les enchevêtrements deviennent probables. Les chaînes apparaissent statistiquement indépendantes les unes des autres. La sollicitation pourra donc très facilement les déplacer les unes par rapport aux autres. Le comportement devient majoritairement visqueux, mais reste viscoplastique. [9]

I.7.4 Propriétés chimiques des polymères :

Le comportement chimique du matériau dépend en grande partie de la nature chimique de la partie polymère mais aussi de son accessibilité aux agents extérieurs. L'action des produits chimiques sur le matériau, puis du Comportement au feu qui est une attaque chimique à température élevée par l'air. Ce pendant des réactifs utilisés comme solvants peuvent être des agents d'attaque chimique les liaisons chimiques peuvent être dégradées chimiquement sous l'action des acides à température élevée. [8]

I.8 Transformation des polymères :

I.8.1 Thermoplastiques :

Ils sont transformés couramment par les procédés suivants : [6]

- Injection, injection-soufflage ;
- Extrusion;
- Calandrage;
- Thermoformage.

I.8.2 Thermodurcissables :

Les principaux procédés de transformation des thermodurcissables sont les suivants : [6]

- Compression ;
- Pultrusion ;
- Stratification ;
- Chaudronnerie.

I.9 Polyéthylène à haute densité (PEHD) :

Le polyéthylène à haute densité est un polymère thermoplastique de grande diffusion. Il fait partie de la famille des polyoléfinés, au même titre que les polyéthylènes basse ou moyenne densité, et le propylène. Les principales qualités du PEHD est la même résilience à basse température, résistance aux produits chimiques, faible sensibilité à l'eau, imperméabilité à la vapeur d'eau, excellentes propriétés électriques, en font un matériau de choix dans les applications les plus variées comme l'extrusion-soufflage de corps creux, l'injection d'articles les plus divers, l'extrusion de films, tubes et câbles pour ne citer que les plus importantes.

I.10 Historique :

Le polyéthylène à haute densité est obtenu par des procédés de polymérisation de l'éthylène à basse pression, seul ou avec des comonomères. Les premières unités de production datent du milieu des années cinquante. La première fut construite en 1955 par la société Phillips au Texas. Ce fut ensuite Hoechst qui démarra la première unité selon le procédé Ziegler en 1956.

Dans les années soixante, des améliorations furent apportées au procédé Ziegler par l'utilisation de catalyseurs super actifs permettant de supprimer la coûteuse opération d'élimination des résidus catalytiques. Les développements les plus récents proviennent des procédés de polymérisation en phase gazeuse : BASF construisit sa première unité en 1964 ; Union Carbide a définitivement amélioré le procédé en phase gazeuse et l'a

industrialisé dans les années quatre-vingt et, aujourd'hui, de nombreux licenciés utilisent cette technologie.

I.11 Formule et procédé de polymérisation :

Le procédé d'obtention du PEHD est fondé sur un processus élémentaire de polyaddition. Le produit chimique de base, l'éthylène, est constitué de molécules $H_2C = CH_2$ possédant une double liaison carbone-carbone. La polymérisation est effectuée sous basse pression dans un réacteur contenant un catalyseur, initialement de l'oxyde de molybdène dans le procédé standard qui est basé sur l'emploi d'un catalyseur à l'oxyde de molybdène, est maintenant à notre connaissance, totalement abandonné, puis plus récemment de types chrome/silice, Ziegler- Natta (prix Nobel 1963) ou metallocènes. [11]

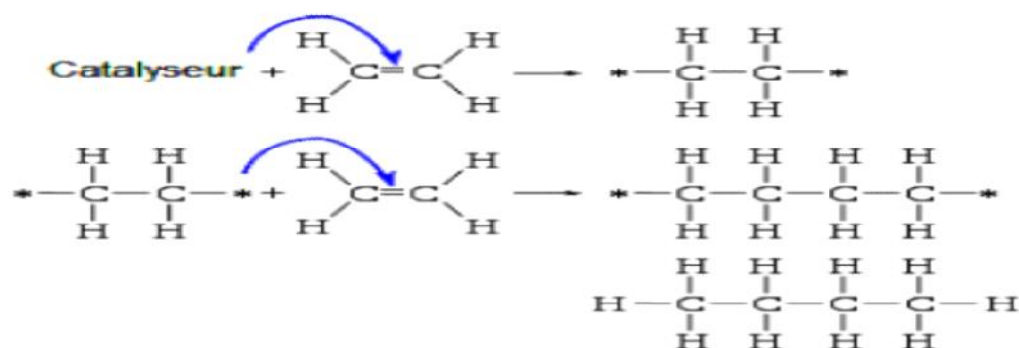


Figure I.8 : polyaddition de PEHD.

I.11.1 Le procédé Ziegler :

Est fondé sur l'emploi d'un catalyseur à base de tétrachlorure de titane associé à un composé organométallique : un chlorure d'alkyl-aluminium. Les premières unités de polymérisation en solution ont peu à peu laissé la place à d'autres fonctionnant en suspension dans un hydrocarbure du type hexane. Les températures de réaction sont généralement légèrement inférieures à 100° C et la pression est de quelques MPa. Le degré de copolymérisation dépend des proportions relatives d'éthylène et de Co monomères dans le milieu réactionnel. La masse molaire est contrôlée par un agent de transfert qui est l'hydrogène. [11]

I.11.2 Les récents procédés en phase gazeuse et à lit fluidisé :

Basés sur des catalyseurs Phillips ou Ziegler[11], sont les plus intéressants car, d'une part, ils ne nécessitent plus l'emploi de grandes quantités de solvant et, d'autre part, la capacité des réacteurs est beaucoup plus importante. En outre, ils permettent d'obtenir dans le même réacteur les autres polyéthylènes linéaires moyenne densité et basse densité. La taille des installations de polymérisation en phase gazeuse en lit fluidisé est limitée par l'évacuation de la chaleur de réaction. [12]

I.12 Méthode de contrôle :

Les paramètres structuraux des polyéthylènes à hauts densité sont mesurés par des techniques de laboratoire plus ou moins sophistiquées.

I.12.1 Cristallinité :

Le taux de cristallinité peut être mesuré par analyse thermique différentielle, diffraction des rayons X, spectroscopie infrarouge. Les contrôles de routine porteront essentiellement sur la mesure de la masse volumique standard (MVS). L'échantillon est une pastille de polyéthylène moulée dans des conditions rigoureuses de pression (510N/cm²), de température et de programme de refroidissement (14°C/min). La mesure est faite à l'aide d'une balance hydrostatique selon la norme ISO 1183. Une autre méthode permet de vérifier la cristallinité c'est celle appelé méthode volumétrique qui est basée sur l'hypothèse d'additivité des fractions volumiques de la phase amorphe ρ_a et de la phase cristalline ρ_c . Elle permet la détermination de X_c à partir de la valeur expérimentale de la masse volumique : [13]

$$X_c = (\rho - \rho_a) / (\rho_c - \rho_a)$$

I.12.2 Masse molaire :

La masse molaire peut être mesurée par chromatographie d'exclusion stérique (ancienne GPC) ou par détermination de la viscosité intrinsèque en solution. Dans la pratique, la masse molaire moyenne est estimée d'après l'indice de fluidité à chaud ou M_{FR} (Mass Flow Rate) anciennement. La mesure consiste à déterminer la masse de polyéthylène fondu qui s'écoule pendant 10 min à 190° C à travers une filière normalisée sous l'action d'un piston lesté d'une masse. L'indice de fluidité selon la norme ISO 1133 est mesuré sous une charge :

- de 2,16 kg pour les résines de faible masse molaire ;
- de 5 kg pour les résines de masse molaire moyenne ;
- de 21,6 kg pour les résines de masse molaire élevée.

Une valeur indicative de la largeur de la distribution des masses molaires (permettant de comparer différents grades) peut être donnée par le rapport F_{RR} (Flow Rate Ratio) ou par des mesures rhéologiques :

$$F_{RR} = M_{FR\ 190 \div 21.6} / M_{FR\ 190 \div 2.16}$$

I.13 Propriétés du PEHD :

Les propriétés d'un objet en polyéthylène haute densité dépendent :

- De ses paramètres structuraux : cristallinité, masse volumique et distribution des masses molaires ;
- De la conception de la pièce ;
- Des conditions de mise en œuvre ;
- De paramètres d'utilisation comme le type et la durée des contraintes, la température.

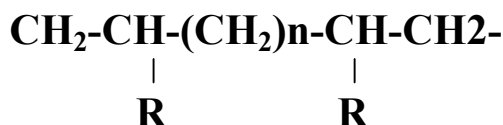
I.13.1 Paramètres structuraux :

I.13.1.1 Structure chimique et cristallinité :

La polymérisation de l'éthylène seul, selon un procédé à basse pression, conduit au polyéthylène **homopolymère** :



La polymérisation de l'éthylène en présence d'une oléfine Co monomères (propylène, butène-1, hexène-1, octène-1) produit un copolymère.



Avec $n = 0, 1, 3, 5$. selon que le comonomères utilisé est du propylène, du butène, de l'hexène ou de l'octène. Le nombre de branchements R dans le copolymère est proportionnel à la teneur en comonomères incorporé. Il faut signaler que, même en l'absence de tout comonomères, le PEHD homopolymère peut contenir 1 à 2 branchements courts ($-\text{CH}_3$) pour mille atomes de carbone de la chaîne principale. Ces branchements correspondent à des **accidents de polymérisation**.

Le PEHD est un polymère semi-cristallin. L'introduction de branchements courts dans la chaîne carbonée, favorisant l'encombrement stérique, abaisse la masse volumique du PEHD et sa cristallinité.

En fonction du taux de comonomères incorporé, la masse volumique des polyéthylènes haute densité peut varier de 940 kg/m^3 à plus de 965 kg/m^3 . Lors de la cristallisation du polymère fondu, les chaînes se replient dans des plans pour former des cristallites. Entre ces cristallites, le polymère bien moins ordonné constitue la phase amorphe. Les cristallites s'organisent dans une superstructure.

➤ **La masse molaire est plus basse :**

La masse volumique d'un PEHD homopolymère d'indice de fluidité de 5 g/10 min (à 190° C sous une charge de 2,16 kg) est d'environ 965 kg/m³. Celle d'un homopolymère d'indice de fluidité de 2 g/10 min (à 190 °C sous une charge de 21,6 kg) est inférieure à 954 kg/m³

➤ **La vitesse de refroidissement est plus lente :**

Par exemple, en fonction du temps de refroidissement, la masse volumique d'une résine d'indice de fluidité sous 2,16 kg égal à 5 g/10 min peut varier de 955 kg/m³ (refroidissement rapide) à 967 kg/m³ (refroidissement lent). [14]

I.13.1.2 Masse molaire :

Lorsque la longueur de la chaîne hydrocarbonée augmente, la masse molaire augmente: Le polymère est plus visqueux à l'état fondu donc plus difficile à mettre en œuvre, mais ses propriétés mécaniques sont meilleures à l'état solide. La longueur des chaînes est généralement comprise entre 2 000 et 50 000 unités monomères. Dans la pratique, la masse molaire du polymère déterminera le compromis entre les propriétés de l'objet fini et la facilité de mise en œuvre. [14]

I.13.1.3 Distribution des masses molaires :

Le polyéthylène à haute densité est constitué de macromolécules de longueurs différentes donc de masses molaires différentes. La largeur de la distribution des masses molaires appelée indice de poly molarité (**I_w**) ou de poly dispersité peut être définie comme le rapport de la masse molaire moyenne en poids à la masse molaire moyenne en nombre, dans la pratique, on utilisera un PE-HD ayant une distribution étroite de masses molaires pour :

- le moulage par injection, afin que les pièces aient un minimum de distorsion et de tensions internes, préjudiciables à la résistance au choc et à la résistance à la fissuration sous contrainte ;
- le moulage par rotation ;
- enduction.

Au contraire, une distribution plus large de masses molaires sera appréciée pour l'extrusion soufflage de corps creux, l'extrusion de films et de tuyaux, ainsi que pour le gainage des câbles. En effet, quand la distribution des masses molaires est plus large :

- la mise en œuvre est plus facile ;
- les extrudats ont meilleur aspect ;
- l'étirement à l'état fondu est amélioré ; mais les tensions internes sont plus élevées. [14]

I.13.2 Propriétés mécaniques :**I.14.2.1 Rigidité :**

La rigidité d'une pièce en polyéthylène haute densité est d'autant plus élevée que la cristallinité du polymère est importante ; dans une moindre mesure, elle baisse quand la masse molaire augmente. [14]

I.13.2.2 Comportement au choc :

La résistance au choc varie en sens inverse de la rigidité. La résistance au choc d'une pièce en polyéthylène haute densité est d'autant meilleure que :

- Sa masse molaire est plus élevée (mais sa transformation est plus difficile) ;
- Sa cristallinité est plus faible (mais sa rigidité également) ;
- La température est plus élevée (mais la rigidité décroît fortement avec la température)
- La distribution des masses molaires est plus étroite (pour les pièces injectées), les tensions internes étant plus faibles. L'excellent comportement au choc à froid du polyéthylène haute densité est lié à sa température de transition vitreuse de l'ordre de -110°C . [14]

I.13.2.3 Comportement au fluage :

Le fluage caractérise l'évolution au cours du temps de ϵ par (allongement, fléchissement, écrasement) d'une pièce soumise à une charge constante : c'est une manifestation de la viscoélasticité des plastiques. Il faut tenir compte de cette propriété pour le dimensionnement de pièces soumises à des contraintes de longue durée. Le comportement au fluage peut être évalué au cours d'essais mécaniques simples de traction mono axiale ou de flexion; il est d'autant meilleur que la masse molaire est importante. [15]

I.13.2.4 Résistance à la fissuration sous contrainte :

Les pièces en polyéthylène haute densité soumises à des contraintes internes ou externes dans un milieu liquide polaire peuvent se fissurer. Ce phénomène apparaît au cours du temps d'autant plus vite que la température est plus élevée.

Les milieux les plus agressifs sont surtout les agents tensioactifs (détergents, émulsionnants, alcools, huiles de silicone, etc.). La résistance à la fissuration sous contrainte du polyéthylène à haute densité est relativement modérée. Elle augmente quand la masse molaire augmente et quand la cristallinité diminue. [15]

I.13.2.5 Dureté :

Le polyéthylène à haute densité a une dureté relativement faible. Elle varie relativement peu d'une résine à l'autre et augmente avec la cristallinité. [15]

I.13.2.6 Résistance à l'abrasion :

La surface par affinité du polyéthylène à haute densité lui assure un faible coefficient de friction. Sa résistance à l'abrasion augmente avec la masse molaire et la cristallinité; elle est remarquable pour le PEHD de masse molaire très élevée. [15]

I.13.3 Propriétés thermiques :**II.5.3.1 Température de fusion :**

La température de fusion (comprise entre 125 et 135° C) et l'enthalpie de fusion du polyéthylène à haute densité sont mesurées par analyse thermique différentielle: la température de fusion correspond à l'abscisse du sommet du pic de fusion, l'enthalpie est obtenue par intégration de la surface du pic (NFT51-223).

Ces caractéristiques ainsi que le point de ramollissement Vicat sont d'autant plus élevés que le taux de cristallinité est plus élevé; de plus, la température de fusion dépend aussi de la structure moléculaire induite par le procédé de polymérisation. [14]

I.13.3.2 Coefficient de dilatation linéique:

Il se situe entre 1,2 et $1,8 \times 10^{-4}$ K⁻¹ à 23° C.

I.13.4. Propriétés chimiques :**I.13.4.1 Résistance aux produits chimiques :**

Le polyéthylène à haute densité, par sa nature paraffinique non polaire, résiste bien aux acides forts non oxydants et aux bases fortes. Cette bonne résistance chimique est exploitée pour le transport des matières dangereuses dans des fûts extrudés-soufflés en polyéthylène à haute densité de masse molaire élevée. La résistance chimique augmente avec le taux de cristallinité et, dans une moindre mesure, avec la masse molaire; elle diminue fortement quand la température augmente. En revanche, le PEHD gonfle légèrement dans les solvants aliphatiques et davantage dans les solvants aromatiques dans lesquels il se dissout partiellement à haute température. Il est attaqué par les substances très oxydantes telles que les halogènes et les acides minéraux oxydants concentrés (acides nitrique et perchlorique, oléums...). [14]

I.13.4.2 Vieillissement à la lumière :

Le polyéthylène à haute densité est sensible au rayonnement solaire, plus particulièrement dans le domaine ultraviolet (UV). Après une exposition prolongée, le vieillissement se traduit par une baisse de la résistance au choc et de l'allongement à la rupture ; la teinte peut être altérée. Notons que les effets du vieillissement sur les propriétés mécaniques sont moins sensibles dans le cas d'objets à parois épaisses. Une stabilisation bien étudiée en fonction de la durée d'exposition des objets et de l'intensité du

rayonnement permet, par incorporation d'agents anti-UV dans le polymère, d'obtenir une importante amélioration de sa résistance à la lumière. L'addition de noir de carbone bien dispersé est encore plus efficace et permet d'allonger la durée de vie du PEHD. [15]

I.13.4.3 Comportement au feu :

Le polyéthylène à haute densité s'enflamme vers 340° C en présence d'une flamme. Sa température d'auto-ignition est d'environ 350° C. La combustion s'entretient d'elle-même si la concentration en oxygène de l'air ambiant est supérieure à 17 %. En plus du dioxyde de carbone et de l'eau, le polyéthylène à haute densité dégage, dans des conditions de combustion incomplète, de l'oxyde de carbone, des hydrocarbures aliphatiques ou aromatiques et différents produits oxygénés. Le polyéthylène à haute densité est généralement classé M4 à l'essai selon la norme NF P 92-501. L'addition d'agents ignifugeants et de charges inertes améliore ce classement. [15]

I.13.5 Propriétés électriques :

Le polyéthylène à haute densité présente d'excellentes propriétés électriques quelles que soient sa masse molaire et sa cristallinité, en font d'un matériau de choix en isolation électrique.

I.13.5.1 Électricité statique :

Le polyéthylène à haute densité a une excellente résistance électrique et un caractère hydrophobe marqué. Il a, de ce fait, tendance à accumuler des charges électriques en surface, et les pièces ainsi chargées risquent d'attirer les poussières. Une formulation adaptée, à base de composés hygroscopiques qui migrent lentement en surface, permet de diminuer cette attraction. Pour obtenir un caractère conducteur permanent, l'incorporation de 10 à 15% de noir de carbone (pigment conducteur) est indispensable; les caractéristiques mécaniques en sont toutefois altérées. Le polyéthylène haut densité est un thermoplastique et il en adopte les techniques de mise en œuvre, lesquelles sont largement décrites dans le présent traité. [15]

I.14 Mise en œuvre du PEHD :

I.14.1 Injection :

On peut distinguer :

- L'injection simple ;

- L'injection bi matière produisant des pièces dont la peau donne l'aspect et les caractéristiques, et le cœur est fait de matière allégée ou recyclée ;

- La co-injection de gaz dans le PEHD, qui présente un certain nombre D'avantages :

-Pièces creuses plus légères, retrait moins important, meilleur aspect de surface, moindre distorsion, tensions internes diminuées, force de fermeture réduite et refroidissement plus court, mais aussi des inconvénients :

-Impossibilité d'utiliser un moule multi empreinte, trou à boucher dans la pièce au niveau du point d'injection du gaz.

En général, les températures d'injection du polyéthylène à haute densité varient entre 200 à 280° C et le retrait, de l'ordre de 1,5 à 3 %, qui s'opère essentiellement pendant la phase de cristallisation du polymère, dépend des conditions de mise en œuvre (températures de la matière et du moule, vitesse d'injection, pression et temps de maintien en pression), des caractéristiques du polymère (fluidité à chaud) et de l'épaisseur de la pièce.

L'injection représentait 22 % de la consommation de polyéthylène à haute densité. Ce marché est largement dominé par les polymères issus des procédés Ziegler.

I.14.2 Extrusion-soufflage :

L'extrusion-soufflage représentait 45,6 % de la consommation de polyéthylène à haute densité. Cette technique permet d'obtenir, en grandes séries, à coût intéressant, les corps creux les plus divers dont le volume peut aller de quelques millilitres (flacons pharmaceutiques) à plusieurs mètres cubes (réservoirs à mazout, fosses septiques). Les critères suivants sont pris en compte pour le choix du polymère: aspect, rigidité, résistance au choc, résistance au fluage, imperméabilité, compatibilité avec le contenu, résistance à la fissuration sous contrainte et au vieillissement. Pour obtenir les propriétés recherchées pour un poids minimal, les résines utilisées doivent avoir une masse molaire et un taux de cristallinité élevés. Un compromis entre la masse molaire et la cadence de production peut être envisagé. Étant donné la diversité des corps creux qui peuvent être obtenus par extrusion soufflage, la gamme de PEHD utilisable est très étendue. Ce marché est largement dominé par les polymères issus d'un procédé Phillips. [15]

I.14.3 Extrusion en continu :

I.14.3.1. Extrusion de tubes:

Ce procédé de mise en œuvre en continu permet de transformer les poudres et granulés en tubes ou gaines, profilés, films ou plaques dont la longueur n'est pas limitée. On introduit la matière dans un cylindre chauffant à l'intérieur duquel une vis sans fin la pousse. En avançant, la matière fond, se comprime, puis passe à travers une filière dont la forme est celle du produit à fabriquer.

Celui-ci est ensuite éventuellement traité pour acquérir certaines propriétés, puis refroidir. Ensuite ils ont plusieurs machines conjointement, on réalise des produits constitués de différentes matières sous forme de couche. Cette co-extrusion permet de combiner les propriétés de plusieurs matériaux. L'extrusion est également employée pour le revêtement des fils et câbles électriques. L'extrusion est un procédé de fabrication à haute cadence, peu coûteux et qui permet d'obtenir des formes très diverses. Les schémas

ci-après montrent les principales phases par lesquelles passe le produit. Au fil des années, l'amélioration constante des propriétés des résines PEHD a permis :

- Pour des exigences données, de diminuer l'épaisseur des tubes ;
- Pour des dimensions données, d'augmenter les performances de ceux-ci ;
- De réaliser des tubes PE de grand diamètre (jusqu'à 1 200 mm).

I.14.4 Moulage par rotation :

Son principe est simple : il consiste à faire tourner, dans deux plans perpendiculaires, un moule chaud rempli de poudre de polyéthylène. Après fusion, le moule est refroidi pour permettre le démoulage de l'objet. Les poudres utilisées sont issues du broyage mécanique de granulés. Une répartition granulométrique étroite est nécessaire pour assurer aux objets transformés le niveau de qualité optimal. Le roto moulage est particulièrement bien adapté à la production de pièces creuses, ouvertes ou fermées, de grand volume, ou bien de pièces plus petites mais dont les séries ne peuvent justifier l'investissement d'un moule d'extrusion soufflage. Les applications sont assez nombreuses dans les domaines les plus variés : fosses septiques, cuves à engrais, conteneurs à produits chimiques, poubelles, bateaux, articles de signalisation routière (par exemple délinéateurs), réservoirs à carburants, etc.

I.14.5 Enduction :

Pour l'enduction de tissus divers, cols de chemise par exemple, on utilise des poudres issues du broyage du polyéthylène à haute densité. Les produits utilisés ont en général une fluidité élevée.

I.15 Les essais mécaniques :

Les propriétés mécaniques des métaux et alliages sont d'un grand intérêt puisqu'elles conditionnent, non seulement les problèmes de mise en forme des matériaux, mais également leur comportement en service dans des applications industrielles extrêmement diversifiées. Le choix du matériau d'une pièce industrielle dépendra de ses propriétés mécaniques telles que : la résistance, la dureté, la ductilité...etc. Il est donc nécessaire de mesurer ces grandeurs physiques par des essais mécaniques.

Les essais mécaniques sont des expériences dont le but est de caractériser les matériaux et de déterminer les lois qui décrivent leur comportement dans des conditions données. Une loi de comportement est une relation qui relie les contraintes aux déformations et à d'autres paramètres qui influent sur le comportement de ces matériaux.

Cependant, la déformation d'une pièce dépend de la géométrie de celle-ci, et de la manière dont sont exercés les efforts extérieurs sur cette pièce, d'où la nécessité de normaliser les essais. Les normes définissent donc :

La forme de la pièce d'essai dont on teste le matériau, on parle alors d'éprouvette normalisée.

- Comment sont exercés les efforts sur l'éprouvette, on parle alors d'essai normalisé.

Les essais mécaniques normalisés se divisent en deux catégories :

- Les essais mécaniques unis axiaux.
- Les essais mécaniques multiaxiaux.

I.15.1 Les essais mécaniques unis axiaux:

Les essais mécaniques unis axiaux les plus classiques sont ceux de traction, de compression, de torsion et de flexion. La sollicitation est alors appliquée au matériau jusqu'à sa rupture ou jusqu'à une déformation suffisamment grande. [16]

I.15.1.1 Essai de traction uni axiale:

Parmi tous les essais mécaniques, l'essai de traction est certainement l'essai le plus fondamental. Il sert à déterminer les principales caractéristiques mécaniques telles que le module d'élasticité, le coefficient de Poisson, la limite d'élasticité, la résistance à la rupture, l'allongement à la rupture et le coefficient de striction. Son exécution est facile et les résultats obtenus servent à dimensionner toutes sortes des pièces allant d'un pignon microscopique jusqu'à la structure métallique d'un grand hall. Dans la recherche, on l'applique pour la caractérisation de nouveaux matériaux et dans l'industrie pour les contrôles périodiques servant à surveiller la qualité des alliages, des polymères et des céramiques.

I.15.1.1.1 principe de l'essai de traction :

L'éprouvette est solidement attachée dans les mâchoires de deux pièces (les mors), l'un fixé sur le bâti de la machine, l'autre sur une traverse mobile.

Cette dernière sert à tirer sur l'échantillon à l'aide d'une force. On mesure simultanément cette force et l'allongement de l'échantillon.

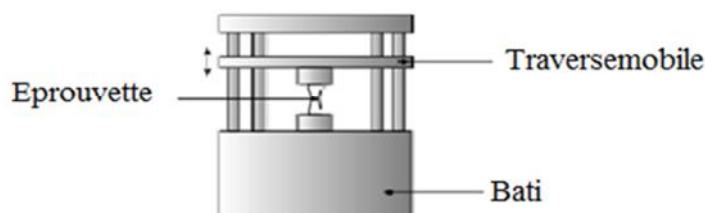


Figure I.9 : Dispositif de traction uni axial.

Les valeurs mesurées directement lors de cet essai sont la force F et l'allongement ΔL , à travers lesquels on calcule la contrainte σ et la déformation ε . La contrainte σ , rapportée dans un diagramme de traction, est la force divisée par la section initiale de l'éprouvette ; c'est la contrainte nominale.

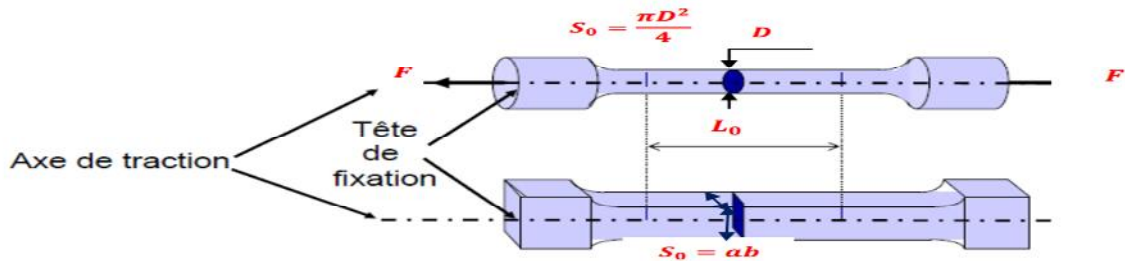


Figure I.10 : Epreuve de traction cylindrique et prismatique.

$$\sigma = F/S_0$$

avec:

σ : La contrainte de traction (MPa) ;

F : La force de traction (N) ;

S_0 : La section initiale de l'éprouvette (mm²)

De même, la déformation ε se réfère à la longueur utile initiale L_0 de la partie (déformation nominale).

$$\varepsilon = \Delta L/L_0$$

Avec:

ε : La déformation longitudinale de l'éprouvette ;

L_0 : La longueur initiale de l'éprouvette (mm);

ΔL : L'allongement de la longueur L lors de l'application de la charge (longueur finale - longueur initiale) (mm).

I.15.1.1.2 Machine de l'essai de traction uni axial :

Une machine de traction moderne dispose d'un entraînement électrique réglable pour effectuer des essais simples ou cycliques à vitesse contrôlée. Elle doit être équipée de capteurs de force et d'allongement, ainsi que d'un système de démarrage. Grâce aux micro-ordinateurs, le contrôle de l'essai et l'acquisition des données sont devenus très simples. Des capteurs combinés avec des cartes d'acquisition de données, gérés par des logiciels hautement polyvalents, permettent de contrôler des machines pouvant développer des forces de 100 kN. Le dispositif de démarrage est composé d'une paire de mordaches ou

d'un autre système de fixation adapté à la forme de l'éprouvette (par. Ex. pour éprouvette avec tête filetée ou tête à épaulement).

Afin d'éviter tous moments de flexion, il est important que les fixations soient bien orientées et alignées suivant l'axe de traction. Ceci n'est pas toujours facile à réaliser, mais est particulièrement critique lorsqu'on doit mesurer des matériaux Fragiles, tels que les céramiques, qui ne peuvent pas s'adapter. De même toute composante de torsion est à éviter. L'effort est exercé par l'entraînement soit mécanique soit hydraulique sur l'un des mors de fixations.

Un système de réglage assure une vitesse de déformation constante. Ce système permet également d'effectuer des cycles de déformation (p.ex. : vitesse d'accroissement constante, cycles sinusoïdaux, etc.) ou d'imposer la contrainte au lieu de la déformation.

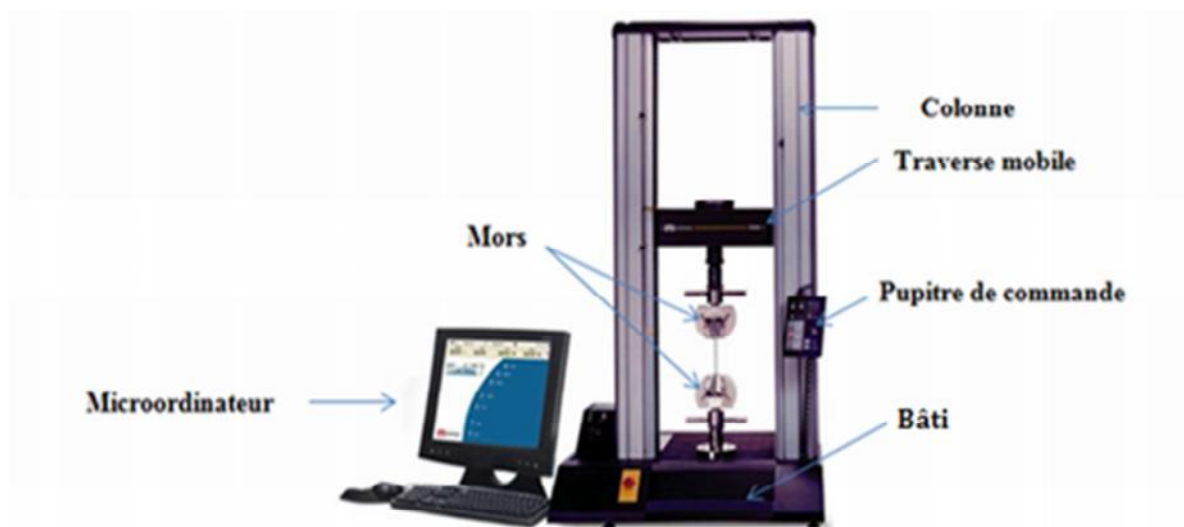


Figure I.11 : Machine d'essai de traction uni axiale et ses équipements.

Bien que les machines de traction soient rigides, il ne suffit normalement pas de prendre le déplacement de la traverse comme mesure pour l'allongement. Notamment pour des éprouvettes courtes, l'allongement élastique du bâti de la machine et des dispositifs d'amarrage n'est d'habitude pas négligeable par rapport à celui de l'échantillon. Il est en tout cas préférable de fixer un extensomètre aux extrémités de la longueur de mesure et d'utiliser ce signal pour tracer les courbes. Ce signal est indispensable pour régler le déplacement de la traverse lorsqu'on veut effectuer un essai de traction à vitesse de déformation constante, ce qui est le mode d'essai préféré. Comme alternative, on peut régler le déplacement de la traverse de façon à ce que la contrainte de traction ou de compression augmente selon une fonction du temps prédéfinie (fatigue oligocyclique à amplitude de contrainte Constante). Un troisième mode de réglage, enfin, constitue le

contrôle direct de la vitesse de la traverse. Ce mode s'applique lorsqu'on veut uniquement déterminer la résistance à la traction sans fixation d'un extensomètre.

I.15.1.1.3 Les éprouvettes :

Les éprouvettes de traction adoptent deux géométries : cylindrique ou plate. La section doit être constante sur une longueur suffisante pour obtenir un état de contrainte homogène pendant l'essai.

Aux deux extrémités sont usinées des têtes d'amarrage avec des rayons de courbures suffisamment grands pour éviter des concentrations de contraintes excessives. Dans le cas des éprouvettes plates, le centrage de l'éprouvette peut devenir problématique si des trous calibrés ne sont pas percés dans les têtes.

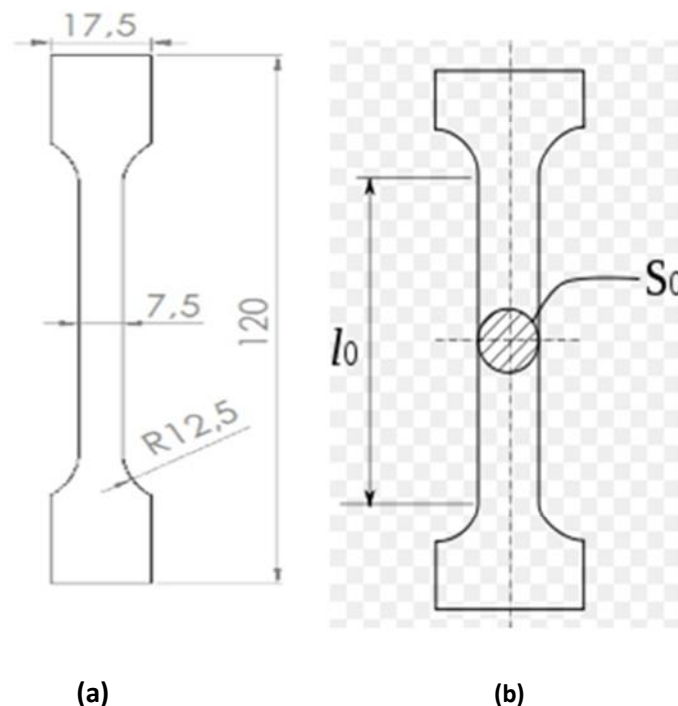


Figure. I.12: Eprouvettes de traction; a) plate; b) cylindrique.

I.15.1.1.4 Repense du matériau en traction uni axial :

On sollicite une éprouvette en traction uniaxiale jusqu'à la rupture pour déterminer ses caractéristiques mécaniques. On obtient un diagramme effort-déformation.

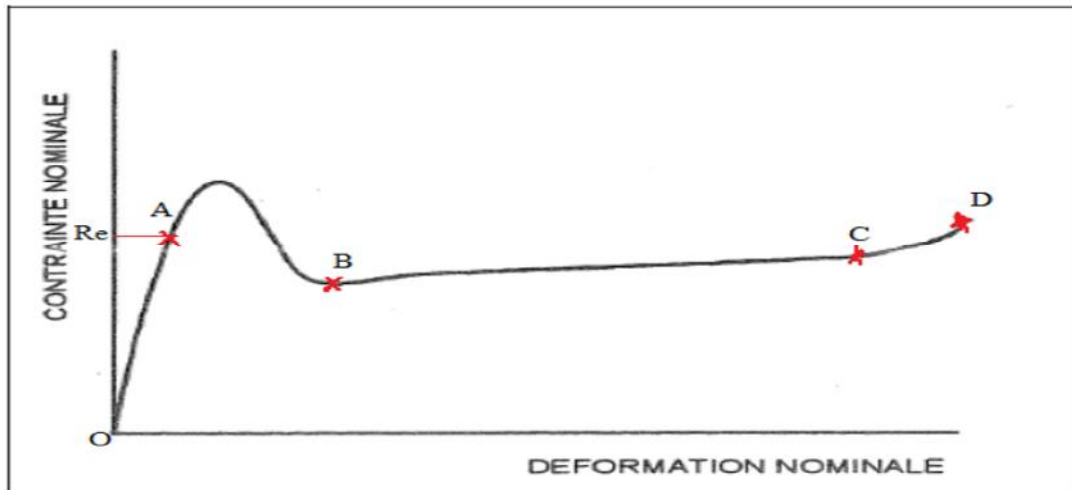


Figure I.13 : Diagramme Effort-Allongement du comportement de l'éprouvette pendant l'essai.

Cette courbe contient diverses régions :

Zone OA : La déformation est élastique ou réversible (zone parfois linéaire).

Zone AB : Nous entrons dans le domaine de la déformation plastique irréversible. Aucune augmentation réelle de la contrainte appliquée, le matériau continue à se déformer.

Zone BC : La contrainte appliquée participe à augmenter la déformation plastique jusqu'à une valeur maximale dite contrainte maximale avant rupture.

Zone CD : La déformation conduit progressivement à la rupture pour un allongement maximum en D. On parle de contrainte à la rupture R_r (σ_r).

- Tous ces domaines sont variables selon les matériaux et leurs modes d'élaboration.

I.15.1.2 Essai de compression uni axiale :

I.15.1.2.1 Principe de l'essai :

Détermination de la contrainte limite en compression pour les matériaux fragiles.

Construction de la courbe de compression.

Tracer le schéma de l'éprouvette avant et après déformation ou rupture.

I.15.1.2.2 Réalisation de l'essai :

L'essai de compression est l'un des essais les plus faciles à réaliser : il consiste à soumettre une éprouvette de forme cylindrique ou prismatique, placée entre les plateaux d'une presse, à deux forces axiales égales et directement opposées, qui tendent à la comprimer (figure I.14).

Si le matériau étudié est ductile, la rupture ne peut être atteinte avec ce test. L'essai de compression est surtout utilisé pour déterminer la contrainte de rupture des matériaux fragiles (céramiques, verres, pierres, fonte,...). Les machines utilisées pour l'essai de compression sont similaires à celles utilisées pour les essais de traction ; souvent la même machine peut être employée pour effectuer les deux essais.

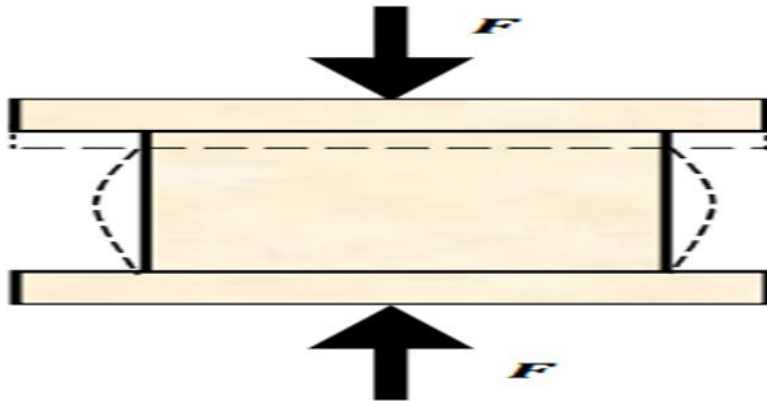


Figure I.14 : Schématisation de l'éprouvette de compression.

Bien que les essais de compression soient simples et faciles à réaliser, ils sont rarement effectués en comparaison des essais de traction. Cela peut être expliqué de la manière suivante : En ce qui concerne les matériaux ductiles, les deux essais (traction et compression) fournissent presque les mêmes valeurs pour le module de Young, la limite d'élasticité et la limite d'écoulement:

De plus, il est impossible d'obtenir la résistance ultime pour ces matériaux, puisque l'éprouvette ne se détruit guère, mais elle s'élargit avec l'accroissement de la force de compression tout en prenant la forme d'un tonneau.

Il est de même des propriétés de ductilité qui ne peuvent pas être obtenues pour les matériaux ductiles. De sorte que l'essai de compression est, souvent, réalisé sur les matériaux fragiles pour lesquels la résistance à la compression est beaucoup plus importante que la résistance à la traction. [17]

I.15.1.2.3 Epreuve :

L'éprouvette doit être constituée d'un cylindre droit, d'un prisme droit ou d'un tube droit. Les extrémités des éprouvettes doivent être parallèles et perpendiculaires à la direction de l'application de l'effort. Sauf spécification contraire, la hauteur des éprouvettes, en fonction des dimensions de leur section droite, doit être égale à h . Dans le cas où un flambage de l'éprouvette se produit au cours de l'essai, le rapport d'effilement doit être réduit ce qui conduit à des éprouvettes de hauteur h_1 .

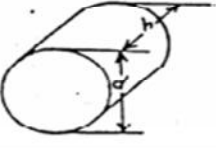
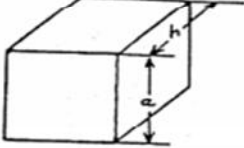
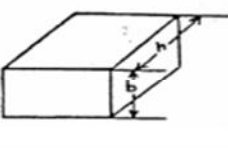
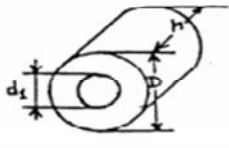
Cylindrique	Prisme carré	Prisme rectangulaire	Tube cylindrique
			
$h = 2,5 \cdot d$	$h = 2,9 \cdot a$	$h = 2,9 \cdot b$	$h = 2,5 \sqrt{D^4 + d^2}$
$h_1 = 1,5 \cdot d$	$h_1 = 1,74 \cdot a$	$h_1 = 1,74 \cdot b$	$h_1 = 1,5 \sqrt{D^4 + d^2}$

Tableau I.4 : Formes et dimensions normalisées des éprouvettes de compression.

I.15.1.3 Essai de flexion uni axiale :

On dit qu'une pièce subit l'effet de flexion si elle est chargée à une force et présente des fibres tendues et des fibres comprimées. [17]

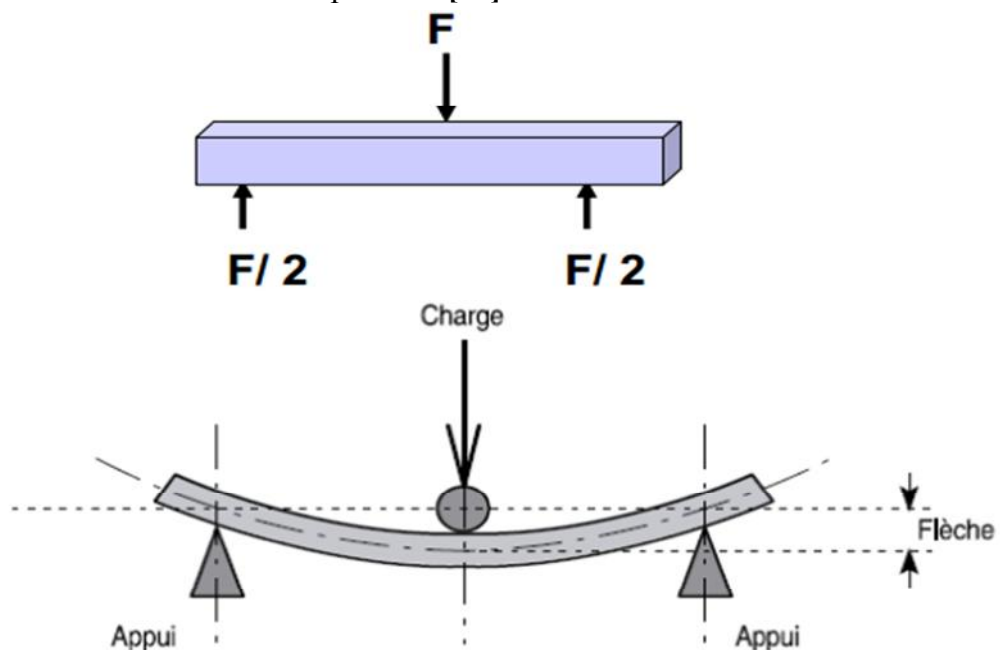


Figure I.15 : Flexion simple (encastrement libre).

I.15.1.3.1. Machine de l'essai de flexion :

La machine d'essai assurant une vitesse de chargement constante : 2mm/min et qui permet de mesurer la charge exercée avec une précision de 1% au moins.

La machine d'essai est une machine universelle, elle est constituée d'un bâti rigide qui comprend une traverse fixe à laquelle est fixée la base du montage de flexion sur laquelle repose l'éprouvette.

La partie du complément du montage qui va appuyer sur l'éprouvette est fixée à une traverse mobile.

I.15.1.4 Essai de cisaillement uniaxial (Arcan):

I.15.1.4. 1 Principe de l'essai :

Lors de l'essai de cisaillement pur, les sections infiniment voisines ab et $a'b'$ glissent en bloc l'une par rapport à l'autre.

Donc on peut admettre que dans cette section cisailée, la condition de cisaillement pur est approximativement remplie. Si on note par l'angle de cisaillement m à m' , avec m la position initiale du point appartenant à la section cisailée et m' sa position finale ou position après déformation (Figure I.16. a).

Si on relève la courbe représentant T/S en fonction de l'angle, on obtient un diagramme d'allure semblable à celle de la traction pure (Figure. I.16. b).

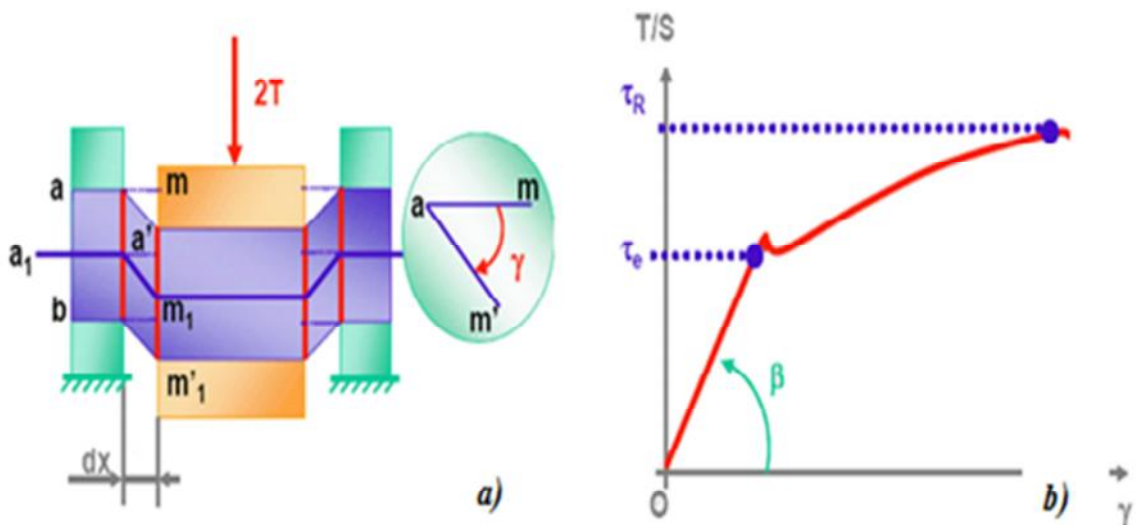


Figure I.16 : a : Schéma de principe de l'essai de cisaillement ; b : Courbe de cisaillement pur.

On remarque en particulier que le début de la courbe est rectiligne, ce qui traduit le fait que les efforts et les déformations sont directement proportionnels dans le domaine élastique. Au-delà là de τ_e (limite élastique en cisaillement du matériau), la relation contrainte déformation n'est plus linéaire ni réversible. Pour $T/S > \tau_e$, lorsqu'on abaisse progressivement la valeur de T jusqu'à zéro, on décrit une droite parallèle à celle du premier domaine élastique (domaine pour lequel $0 \leq T/S \leq \tau_e$. à $T=0$, une déformation résiduelle subsiste.

On remarque ainsi deux domaines de comportement :

- Le domaine élastique linéaire défini par $0 \leq T/S \leq \tau_e$
- Le domaine plastique défini par $T/S > \tau_e$

Dans le domaine élastique, on relie la contrainte de cisaillement $\tau = T/S$ à l'angle de cisaillement γ par :

$$\tau = \mu \gamma = G \gamma$$

$$\mu = G = E / 2(1 + \nu)$$

Avec :

μ : Module de Coulomb ou deuxième coefficient de Lamé (GPa) ;

γ : L'angle de cisaillement (rad) ;

G : Module de glissement (GPa) ;

E : Module de Young (GPa).

I.15.1.5. Essai de torsion uniaxial :

La torsion est un mode de charge telle que dans les sections droites de la barre, seul apparaît un moment de torsion. Les autres facteurs de forces (moment fléchissant, force normale et effort tranchant) sont nuls. [17]

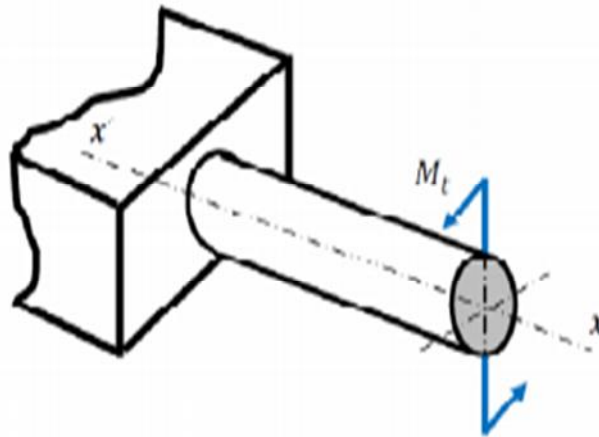


Figure I.17: Essai de torsion.

I.15.1.5.1. Principe de l'essai de torsion :

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

Le dispositif expérimental peut être schématisé de la manière suivante:

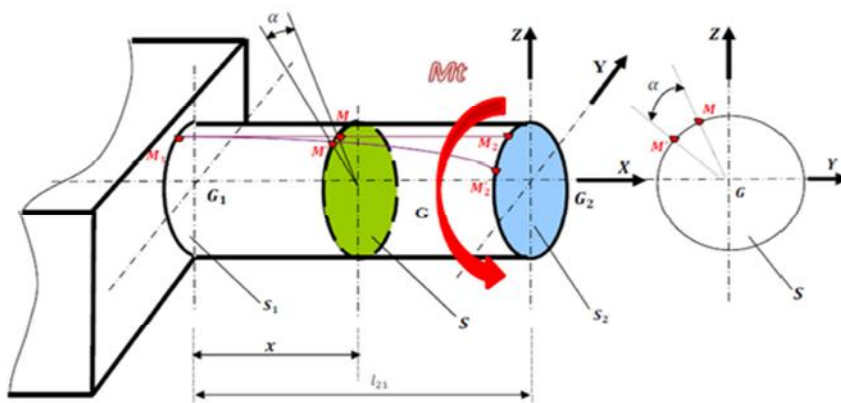


Figure I.18 : Schéma de principe d'essai de torsion.

I.15.2 Les essais mécaniques multiaxiaux :

Les essais multiaxiaux apportent une information précieuse pour tester les modèles de déformation, mais ils sont malheureusement peu pratiqués en raison des difficultés expérimentales. Les essais possibles, classiquement, sont les essais de traction (ou compression) - torsion, les essais de traction biaxiale. L'essai de traction cisaillement est le plus riche pour tester les aspects d'anisotropie. Nous présenterons ici les essais de traction biaxiale et les essais de traction - torsion.

Les essais multiaxiaux peuvent être effectués suivant deux modes :

En phase ou hors phase, selon que l'éprouvette subit simultanément ou non les différentes sollicitations. Les déplacements et les forces appliquées peuvent être enregistrées de la même façon que dans le cas des essais de traction uniaxiale.

Ces essais sont utilisés soit dans des conditions quasi statiques soit dans le cadre d'essais de fatigue multiaxiale.

I.15.2.1. Essai de traction bi axiale :

L'analyse du comportement de structures sous un chargement bi-axial est une étude complexe dans laquelle interviennent beaucoup de paramètres qui viennent complexifier considérablement l'étude par rapport au chargement uni axial.

En effet, pour créer un état de contrainte bi axiale dans une éprouvette il est impossible d'utiliser une éprouvette de forme constante où les contraintes sont connues avec une bonne précision sur la totalité de l'éprouvette.

De plus il est aussi difficile de garantir que la rupture de l'éprouvette sera due à un effort bi-axial et non à une singularité géométrique qui générerait une concentration de contraintes local et favoriserait la rupture à cet endroit. [18]

I.15.2.1.1 Principe de l'essai de traction biaxial :

Les essais de traction bi axiale consistent à exercer une contrainte dans deux directions perpendiculaires sur une même éprouvette. Ceci impose d'utiliser des éprouvettes cruciformes. Pour réaliser des états de contrainte uniformes, il faut que les bras de la croix aient des rigidités transversales assez faibles. Les directions principales des contraintes sont fixées et on peut effectuer des chargements dans l'espace de contraintes.

I.15.2.1.2 Machine de traction biaxiale :

La machine d'essais de traction biaxial (machine d'essais-traction en croix) est conçue pour l'essai mono-axe ou bi-axe sur tôles, élastomères, plastiques et composants jusqu'à une force d'essais maximale de 50 KN.

Quatre Servo-vérins jusqu'à 50 KN, dont deux sont disposés horizontalement et les deux autres verticalement, sont montés dans un support d'essais vertical. Grâce à leur

conception, ces machines d'essais permettent également de réaliser des essais de traction mono-axe ou essais de compression en utilisant des accessoires appropriés.

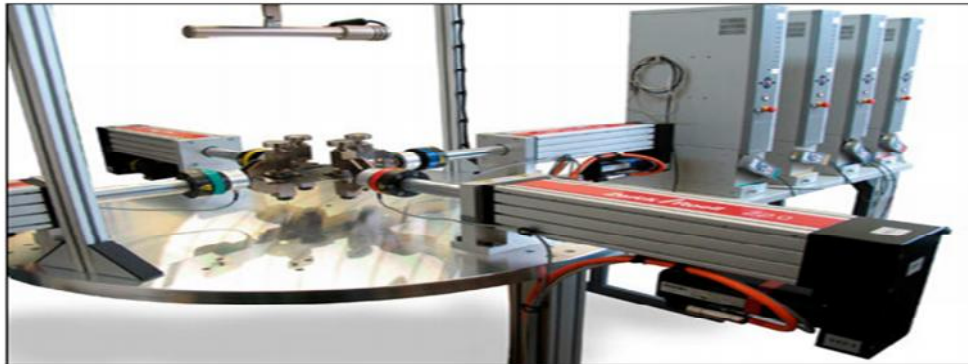


Figure I.19 : Machine d'essai de traction biaxiale .

I.15.2.1.3 Dispositif de traction biaxiale :

Il existe un grand nombre de machines pour réaliser des essais de traction bi axiale, dont les avantages et les inconvénients sont liés à chaque type de réalisation. Le dispositif le plus simple dans son concept est un dispositif à 4 vérins ou actionneurs. Dans ce dispositif le système de chargement est hydraulique, avec une capacité de 100 kN. Le champ de déformation de l'éprouvette est déterminé par corrélation d'images numériques. Un système de type pantographe reliant les mors opposés est associés au dispositif, de sorte que les actionneurs ont des déplacements opposés deux à deux. Le suivi de la déformation se fait par mesure optique.

Le système développé par l'IFW Darmstadt et la société INSTRON se compose d'un support de grande rigidité et intègre quatre actionneur servo hydrauliques avec une force maximale de 250 kN (figure I.19). Le dispositif proposé par Bhatnaga retal. L'utilisation d'une machine classique de traction pour une direction de chargement et de vérins hydrauliques pour l'autre direction. Le principal inconvénient des dispositifs précédents est la nécessité de concevoir une machine spécifique, et donc leur coût élevé, incluant les vérins hydrauliques et la réalisation d'importants ensembles mécaniques.

On peut citer deux dispositifs cinématiques simples, qui permettent de transformer un déplacement dans une seule direction en un système de deux déplacements orthogonaux.

Makinde et Ferron ont conçu un dispositif permettant, à l'aide d'un système de biellettes, de convertir le déplacement vertical obtenu en compression avec une machine d'essais conventionnelle en déplacements horizontaux dans deux directions perpendiculaires, conduisant à un allongement biaxiale de l'éprouvette (figure I.22).

Un autre dispositif développé à l'Institut Fraunhofer en Allemagne assure également la transformation d'un mouvement vertical en mouvements horizontaux dans deux directions perpendiculaires (figure I.23).

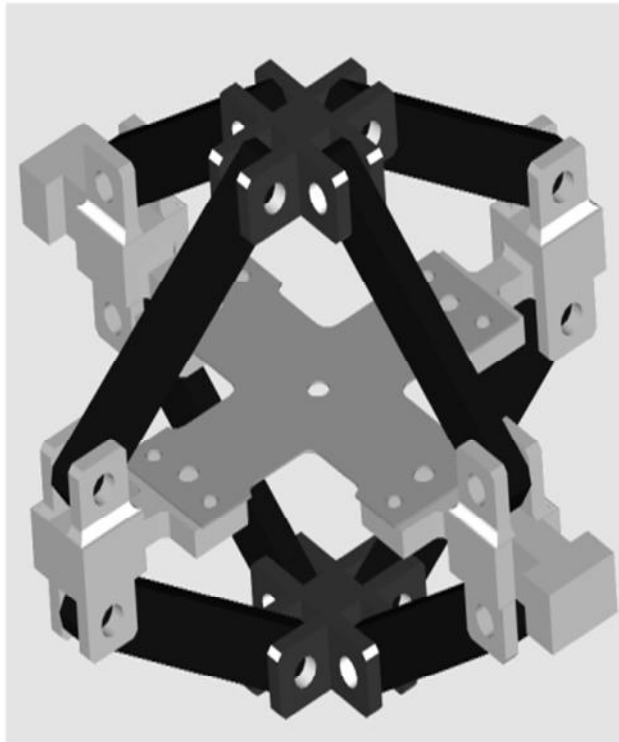


Figure I.22: Dispositif de traction biaxiale.

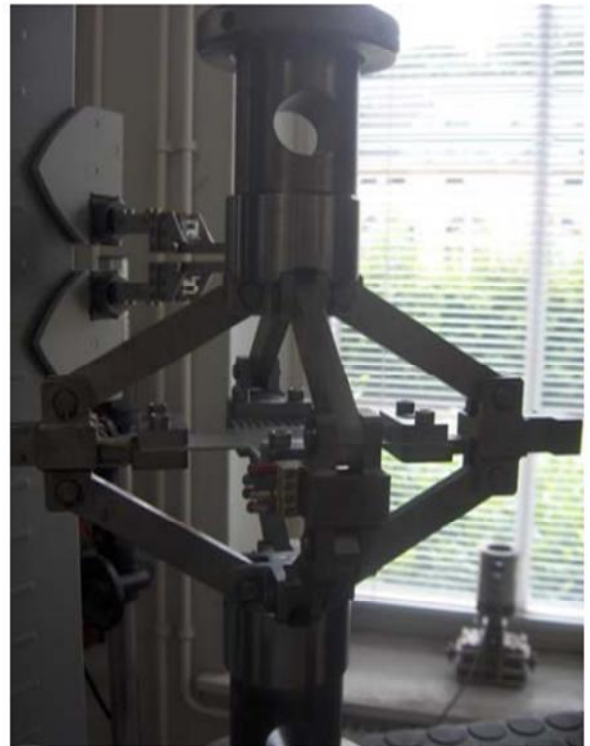


Figure I.23 Dispositif en place sur la machine de traction.

I.15.2.1.4 Epreuve de traction biaxiale :

L'un des aspects les plus délicats de l'essai biaxial avec une éprouvette en croix est la conception de l'éprouvette, qui pose des problèmes difficiles à résoudre. Dans le cas de la recherche d'une identification directe du comportement, il est difficile de créer un champ de déformations homogènes dans la partie utile de l'éprouvette à cause de la rigidité des bras de liaison vers les mors de l'éprouvette.

I.15.2.1.5 Forme de l'éprouvette:

Les éprouvettes utilisées dans les essais de traction biaxiale sont des éprouvettes cruciformes. Plusieurs types sont utilisés par les scientifiques

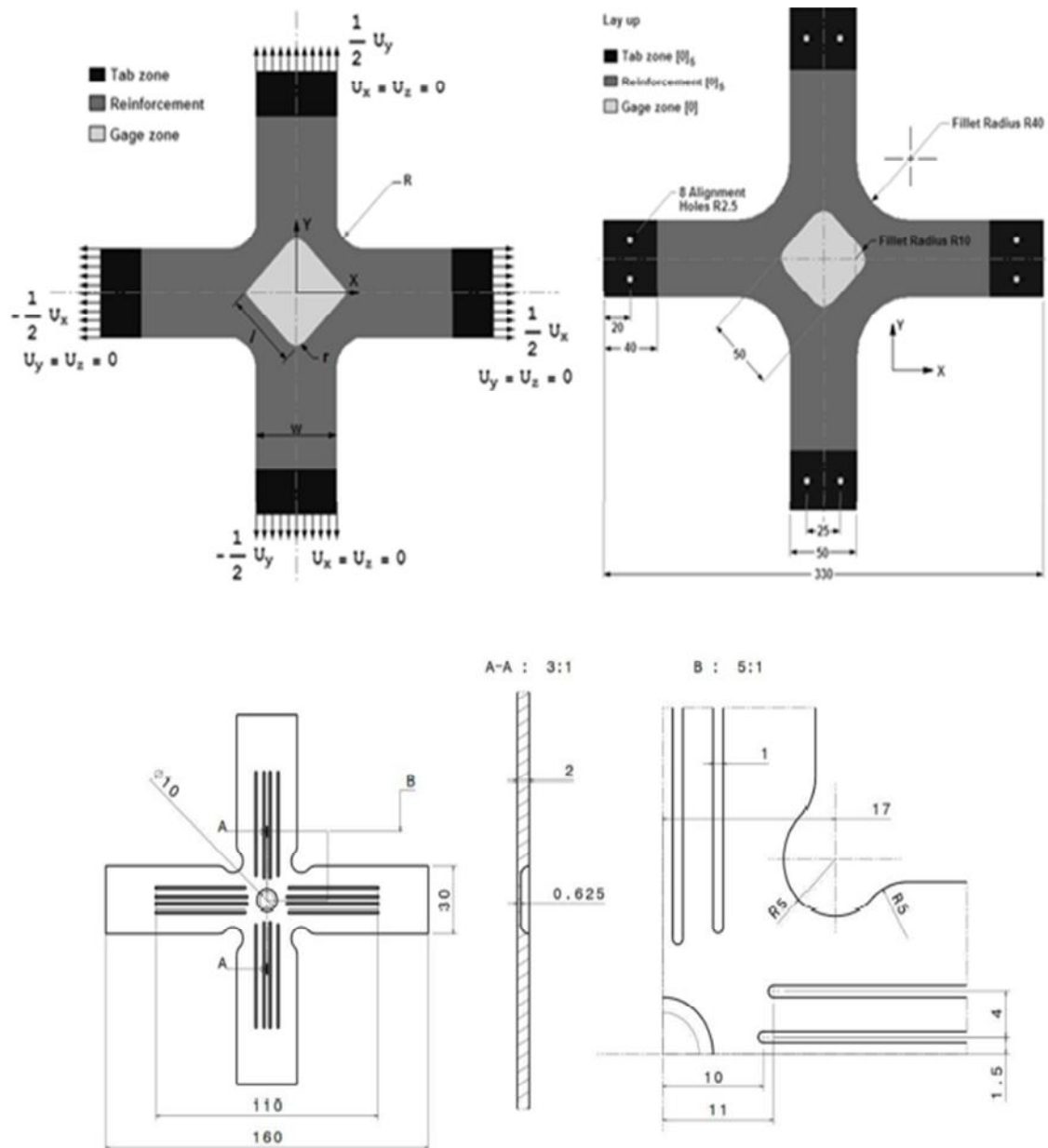


Figure I.26: Exemple des éprouvettes cruciformes pour les essais de traction biaxiale.

Exemple d'éprouvettes cruciformes de différents types :

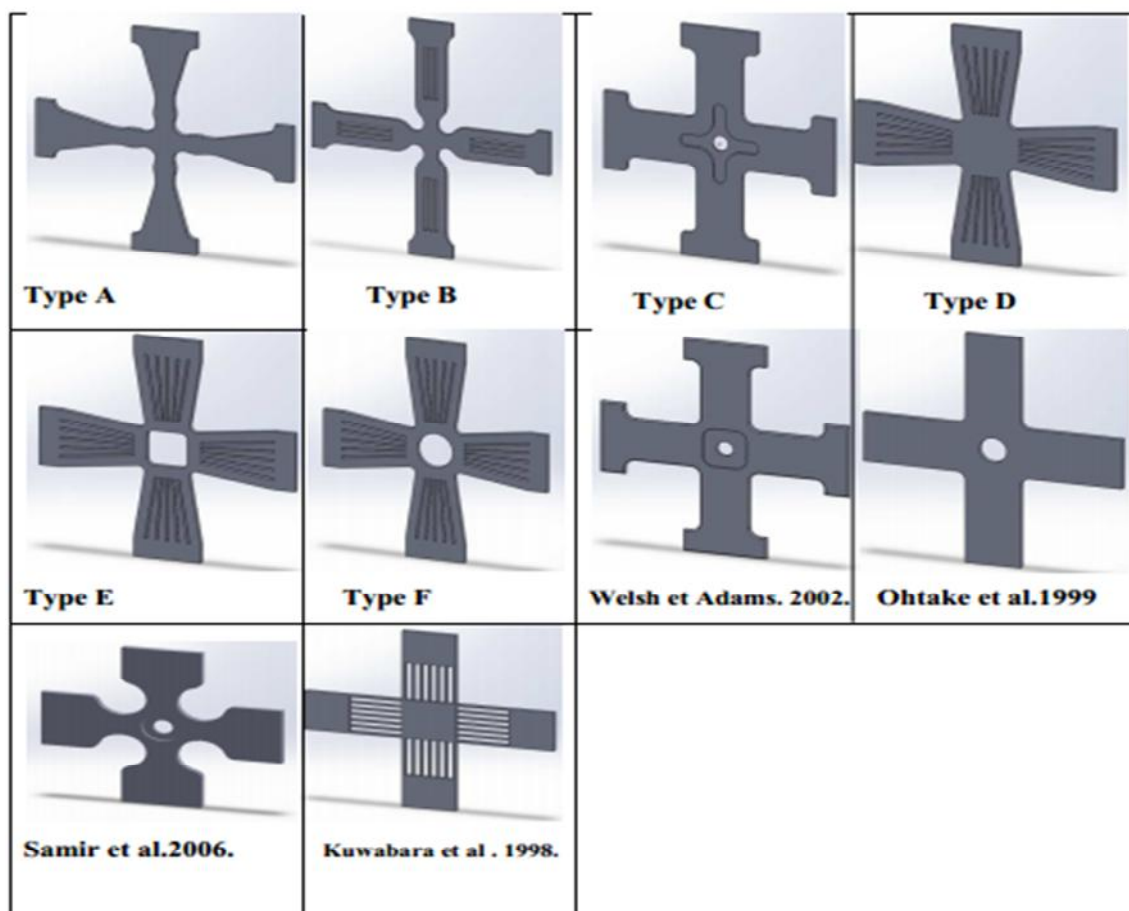


Tableau I.5 : Epreuves cruciformes de différents types [8]

I.15.2.2 Essai de traction-cisaillement Essai arcan :

L'essai Arcan a été développé pour l'étude et la caractérisation du comportement et l'endommagement des matériaux composites. Elle est également utilisée pour étudier d'autres problèmes tels que l'ouverture et la propagation des fissures. Cette procédure expérimentale permet de combiner et de contrôler parfaitement des sollicitations de traction perpendiculaire et de cisaillement transverse dans une éprouvette. [19]

I.15.2.2.1 Principe de l'essai Arcan :

Deux supports angulaires sont liés à deux embases au milieu desquelles se trouve l'échantillon à tester. L'orientation de ses deux secteurs par rapport à l'axe de chargement

d'une machine d'essai uni axiale définit exactement la répartition de (traction perpendiculaire/cisaillement transverse) dans l'axe du chargement.

La variation de cette orientation permet d'obtenir plusieurs combinaisons de sollicitation.

➤ **Eprouvette papillon :**

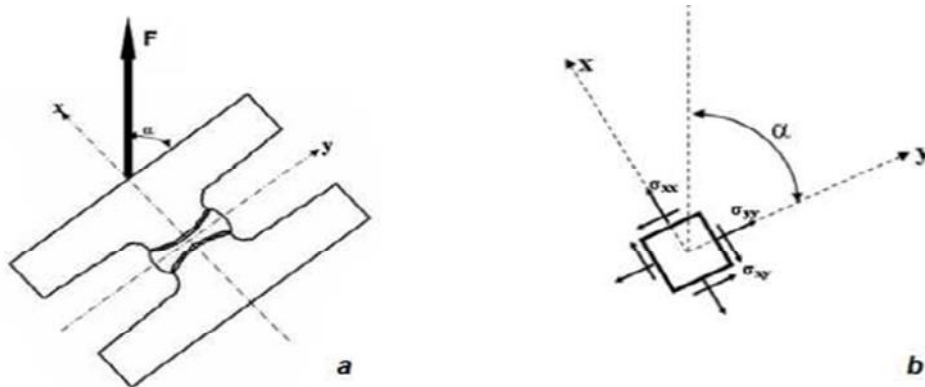


Figure I.27 : a - Epreuve papillon en chargement biaxiale.

b - Etat de contrainte plane développé au centre de l'éprouvette.

I.15.1.2.2.3 Principe de fonctionnement :

Le dispositif Arcan modifié, qui va nous permettre de faire la caractérisation d'un matériau, se compose de deux parties identiques, celles-ci vont se placer sur les mors inférieur et supérieur de la machine de traction, à l'aide de deux disques identiques ainsi que de deux plaques d'acier semi-circulaires, ayant le même axe et pouvant tourner autour de celui-ci, afin d'obtenir l'angle de sollicitation souhaité.

L'état de contrainte de traction pure (figure I.29.A), cisaillement pur (Figure I.29.B) et traction-cisaillement (figure I.29.C) est alors obtenue par la relation des deux plaques. La variation de l'angle de chargement choisi pour notre dispositif est de 15° , ce qui nous permet d'obtenir les caractéristiques mécaniques en traction-cisaillement ou en compression cisaillement à $\alpha=45^\circ$.

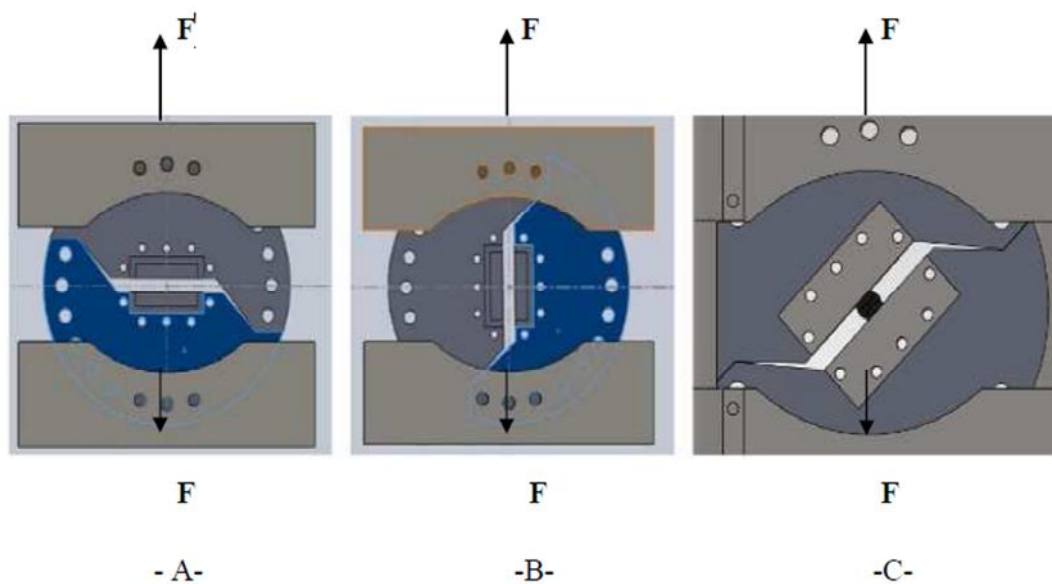


Figure I. 29 : Principe de fonctionnement du montage Arcan.

Dans ce sens, un dispositif ARCAN a été réalisé dans notre laboratoire et qui permet de faire des essais de traction-compression combinée au cisaillement (figure I.30).

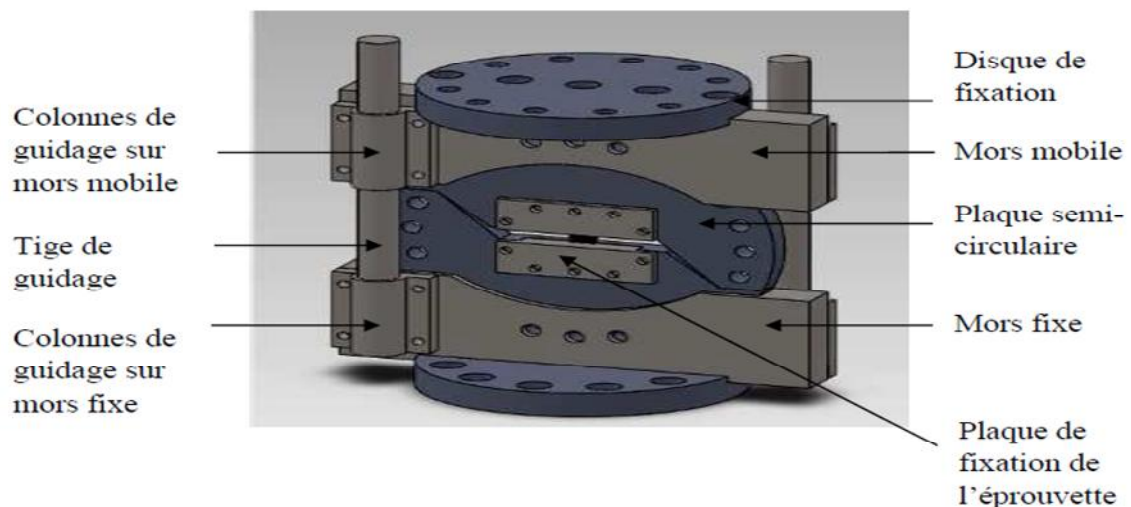


Figure I.30: Dispositif ARCAN modifié.

Le montage arcan nous permet d'analyser le comportement des matériaux semi-cristallins. Parmi les nombreux bancs d'essais qui peuvent induire des états de contraintes planes dans les matériaux, notre choix c'est porté, sur les différents avantages qu'il présente, sur le montage ARCAN.

Qui nous permet à la fois de réaliser des essais de tractions, de compressions, de cisaillements, de sollicitations Combinées de traction-cisaillement et de compression-cisaillement pour différents angles de chargement et ceci sur le même type d'éprouvettes : éprouvette papillon.

I.15.2.3 Essai de traction-torsion biaxiale :

Ce type d'essai permet d'étudier les trajets de chargement avec modification des directions principales des contraintes. La machine utilisée est constituée d'un vérin linéaire et d'un vérin torique avec dispositif de découplage. La figure (I.31) présente un dispositif de Traction-Torsion et un exemple de chemin mécanique dans l'espace des contraintes pouvant être appliquées sur éprouvette. [20]

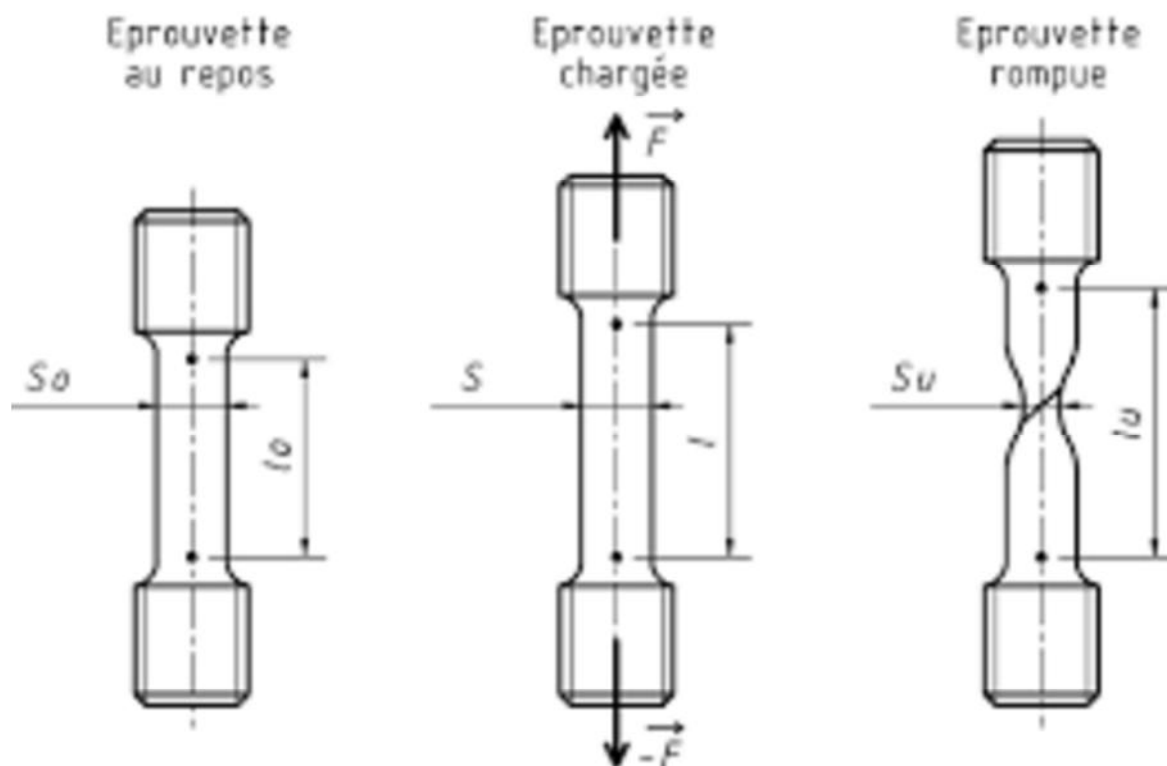


Figure I.31 : Epreuve soumise en traction-torsion.

I.15.2.3.1.Principe de l'essai :

Pour déterminer la loi de comportement en contraintes biaxiale, l'essai le plus utilisé consiste à solliciter un tube mince à la fois en torsion (figure I.32). Ce type d'essai permet d'étudier les trajets de chargement avec des modifications des directions principales des contraintes de découplages.



Figure I.32 : Epreuve tubulaire sollicitée traction-torsion.

I.15.2.4 Essai de traction-compression : [19]

I.15.2.4.1 Principe de l'essai :

L'essai mécanique bi axiale le plus classique et qui donne meilleurs résultats et qui engendre une bonne approximation, un état de contrainte plane homogène, consiste à solliciter un tube à parois minces à la fois à la traction et compression interne (Figure. I.33). Le tube doit être relativement long pour éviter les efforts d'extrémités et les attaches particulièrement soignées pour éviter toute concentration de contraintes.

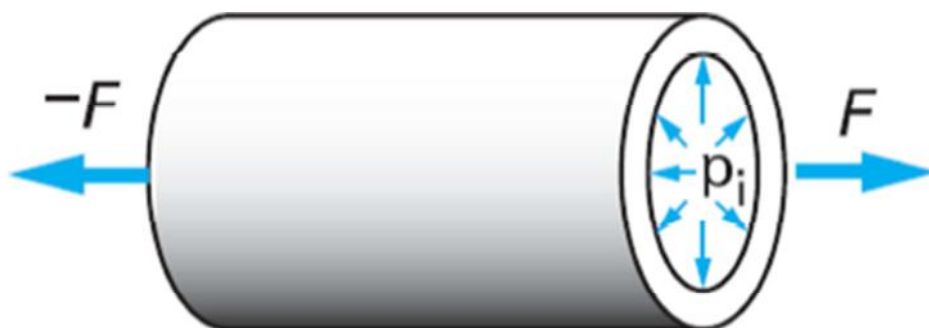


Figure I.33: Tube à parois minces sollicité en traction-compression.

I.15.2.4.2 Machines d'essai :

Le dispositif de traction biaxial est constitué d'un ensemble articulé, sans forme propre en l'absence d'éprouvette.

La mise en place de l'éprouvette nécessite l'utilisation d'un dispositif annexe qui sert d'appui pour les mors de fixation de l'éprouvette. Il est important que le serrage soit le même sur les quatre bras de l'éprouvette.

I.16 Conclusion:

Dans ce chapitre, nous avons fait une synthèse bibliographique associée aux généralités sur les polymères en générale et en particulier sur le, PEHD, ainsi ces matériaux sont classés comme des matériaux complexes dans leur structures en comparaison aux matériaux métalliques.

Nous sommes intéressés aussi au comportement mécanique de ces derniers, c'est pour cela que nous avons cités et expliquer les différents types d'essais mécaniques uni et multiaxiaux, afin de définir leurs différentes caractéristiques mécaniques.

CHAPITRE II

Méthode expérimentale

II.1 Introduction:

On présente dans ce chapitre le matériau de l'étude, la géométrie de l'éprouvette d'essai, ainsi que les procédés de réalisation de ces éprouvettes et les solutions prises pour prohiber tout glissement des éprouvettes durant les essais.

On présentera ensuite, la machine de traction utilisée et le dispositif permettant d'effectuer une sollicitation combinée en traction-torsion.

II.2 Matériau:

Le PEHD de l'étude a été fabriqué dans un premier temps sous forme de granulé, importé par l'entreprise CHIALI de Sidi Belabes (Algérie). Il a été ensuite extrudé afin de fabriquer des tubes de différents diamètres. Les conditions d'extrusion sont déterminées afin de garantir un refroidissement le plus homogène possible dans les tubes. Le tableau II.1 résume les principales caractéristiques physiques de ce matériau.

Les polyéthylènes (polymères semi-cristallins) cristallisent en lamelles, organisées elles-mêmes en structure sphérolitique. La température de fusion, notée T_f , correspond à la fusion des cristallites (phase ordonnée). Elle correspond à la température de mise en œuvre de ces polymères. Elle a été déterminée par analyse enthalpique différentielle (DSC), au refroidissement, entre -55°C et 160°C , à la vitesse de refroidissement de $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$. Elle correspond à la valeur maximale du pic de la courbe et elle est à 128.98°C [23].

Le taux de cristallinité X_c est déterminé par la relation suivante:

$$X_c = \Delta H / \Delta H_0$$

Où $\Delta H = 213.87 \text{ J/g}$ est l'enthalpie de fusion mesurée.

ΔH_0 = l'enthalpie de fusion théorique du PEHD purement cristallin.

Masse volumique	930 Kg/m^3
Masse molaire moyenne M_w	$310\,000 (\text{g/mole})$
Taux de cristallisation de fusion T_f	74%
Température de fusion T_f	128.8°C
Indice de fluidité	$0.2-1; 4 \text{ g/10 (min)}$
Noir de carbone	2-2.5%

Tableau II.1 : Caractéristiques du PEHD étudié.

II.3 Géométrie des éprouvettes :

Les éprouvettes ont été prélevées sous forme de parallélépipèdes dans la zone du cœur d'un même tube de diamètre intérieur et extérieur respectivement égale à 214 et 250 mm dans le sens axial pour avoir une certaine homogénéité (Figure II.1), ensuite usinées sous la forme <<sablier>> avec différents rayons de courbure des entailles. Ces éprouvettes sont appelées éprouvettes axisymétriques entaillées(AE) (Figure II.2). Les dimensions de ces éprouvettes sont donnée par le tableau II.2. La géométrie sablier permet de localiser la striction dans la zone de diamètre minimal, et d'étudier l'effet des triaxialités de contraintes sur le comportement du matériau. Ainsi, le rayon de courbure important limite les effets de triaxialité des contraintes. [23]

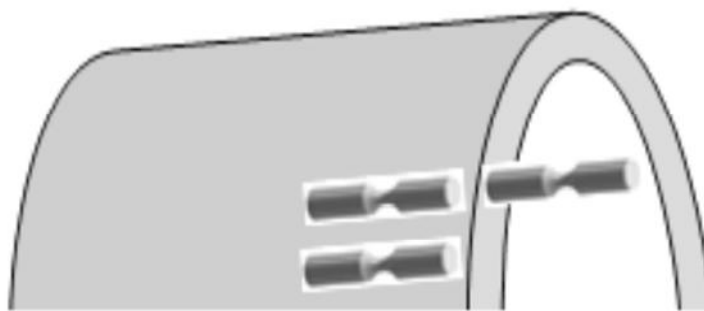


Figure II.1 : Sens de prélèvement des éprouvettes d'un tube de PEHD.

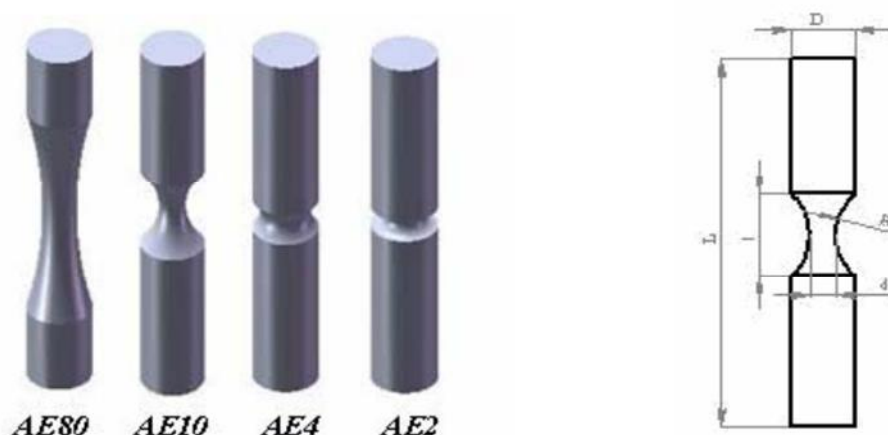


Figure II.2 : Géométrie des éprouvettes sabliers. [23]

D: diamètre de l'éprouvette, **r:** rayon de courbure de l'entaille, **l:** longueur de l'entaille,
d: diamètre au fond de l'entaille, **L:** longueur de l'éprouvette.

	D	L	D	R	I
AE80	10	66	5	80	39.69
AE10	10	66	5	10	13.23
AE4	10	66	5	4	7.42
AE2	10	66	5	2	3.87

Tableau II.2 : Dimensions des éprouvettes axisymétriques (mm). [23]

II.4 Essai de traction-torsion :

II.4.1 Description de la Machine d'essai :

Les essais sont menés sur la machine de traction IBERTEST mode UIB.100/w qui se trouve au niveau du laboratoire de RDM de génie mécanique faculté de Génie de la construction de l'UMMTO (figure II.3).

C'est une machine universelle, dont la capacité de chargement est de 100KN. Elle permet d'exécuter des différent essais, telle que la traction, compression,...etc.

L'installation de cette machine est composée essentiellement de eux parties :

- Bâti d'essai.
- Système de contrôle et d'acquisition des données.



Figure II.3 : Dispositif traction-torsion monté sur la machine de traction.

II.4.2 Dispositif de traction-torsion :

II.4.2.1 Définition :

C'est un appareil d'essai qui sert essentiellement à faire des essais mécaniques biaxiaux de traction combinée à la torsion sur des éprouvettes cylindriques pour la caractérisation du polyéthylène à haute densité (PEHD), qui est adaptable sur la machine de traction IBERTEST. [22]

Ce dispositif présente un système de sollicitation par roue tangente et vis sans fin, pour assurer le couple de torsion appliqué à l'éprouvette.

II.4.2.2 Principaux éléments constitutifs :

Le dispositif traction-torsion est constitué essentiellement d'une plaque inférieure, d'une pièce rotative (partie supérieure), d'un axe principale de rotation, d'une roue tangente, d'une vis sans fin, d'une manivelle, de deux supports, d'un cadran gradué en degrés, et de quatre coussinets pour le guidage en rotation (deux pour le guidage de la vis sans fin et deux pour le guidage de la roue tangente), d'un écrou de réglage SKF, d'une vis de blocage, du cadran. [22]

Le déplacement vertical est assuré grâce à la partie supérieure de la machine de traction. Qui se déplace verticalement à l'aide des quatre colonnes de guidage. La rotation est assurée par le système roue tangente et vis sans fin en exerçant un effort manuel sur la manivelle où sera transmis à l'éprouvette sous forme d'un moment de torsion, grâce à un cadran gradué on peut varier l'angle de rotation lors de l'essai.

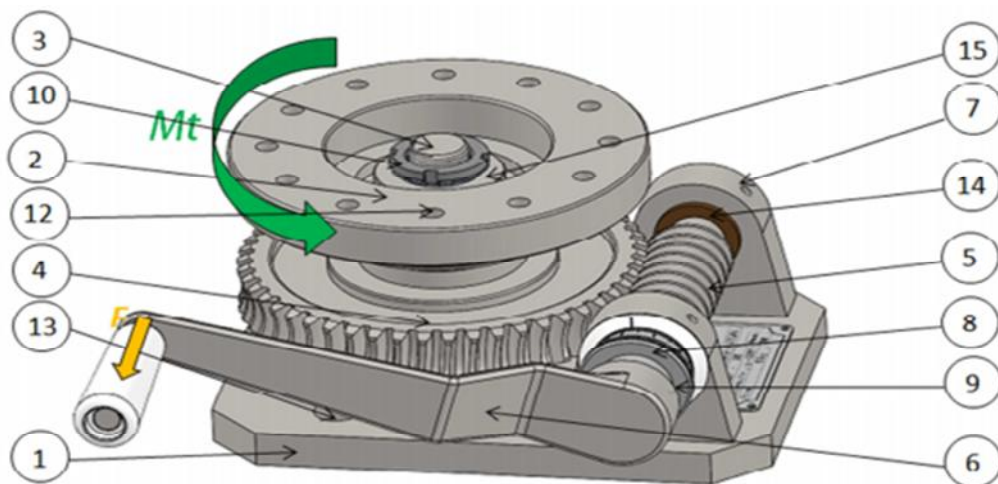


Figure II.4 : Schéma du dispositif traction-torsion. [22]

Les différents constituants du dispositif sont montrés dans la figure II.4 : [22]

- 1 : Plaque inférieure ;
- 2 : Pièce rotative (partie supérieure) ;
- 3 : Axe principale de rotation ;
- 4 : Roue tangente ;
- 5 : Vis sans fin ;
- 6 : Manivelle ;
- 7 : Support de la vis sans fin ;
- 8 : Cadran gradué ;
- 9 : Vis de blocage du cadran ;
- 10 : Erou de réglage SKF ;
- 11 : Vis de fixation des supports ;
- 12 : Trous tarauder en M10 ;
- 13 : Passages de vis CHc M10 ;
- 14 : bague en bronze ;
- 15 : Rondelle d'appuis.

La mise en place des essais est effectuée selon les étapes suivantes :

- Mise en marche de la machine de traction ;
- Réglage de la machine selon le matériau à testé ;
- Réglage du cadran du dispositif traction-torsion à zéro ;
- Serrage de l'éprouvette par les mors de la machine ;
- Réglage de l'angle de torsion, puis démarrage de l'essai.

II.4.3 Principe du fonctionnement :

L'éprouvette soumise à l'essai de traction-torsion est fixée dans les deux mors de la machine par ces extrémités. L'effort de traction est transmis directement à l'éprouvette lors de l'essai par la machine traction-compression. La plaque inférieure **(1)** est la partie fixe du dispositif, elle contient 12 passages de vis CHc M10 disposés d'une manière circulaire par rapport à l'axe principal de rotation, pour la fixation sur le bâti de la machine. La pièce rotative **(2)** représente la partie mobile du dispositif, elle assure la rotation sur l'axe **(3)** à l'aide de deux bagues en bronze, elle est solidaire avec la roue tangente **(4)**, le mors inférieur de la machine de traction-compression est fixé avec cette pièce à l'aide de 12 vis CHc M10 disposées sur sa circonférence.

La vis sans fin **(5)** est montée sur deux supports **(7)** est guidée en rotation à l'aide de deux bagues en bronze, elle reçoit le mouvement à partir d'un effort manuel appliqué par l'opérateur sur la manivelle **(6)** qui sera transmis à la pièce rotative à l'aide du système roue tangente et vis sans fin, la rotation de la pièce **(2)** et le mors inférieur permet de charger l'éprouvette par un moment de torsion. Lors de l'essai on fixe des valeurs d'angle

de rotation grâce à un cadran gradué (8), l'angle θ lu sur le cadran correspond à r/θ_0 , avec θ_0 l'angle réel lu sur l'éprouvette et r le rapport de cette transmission. [22]

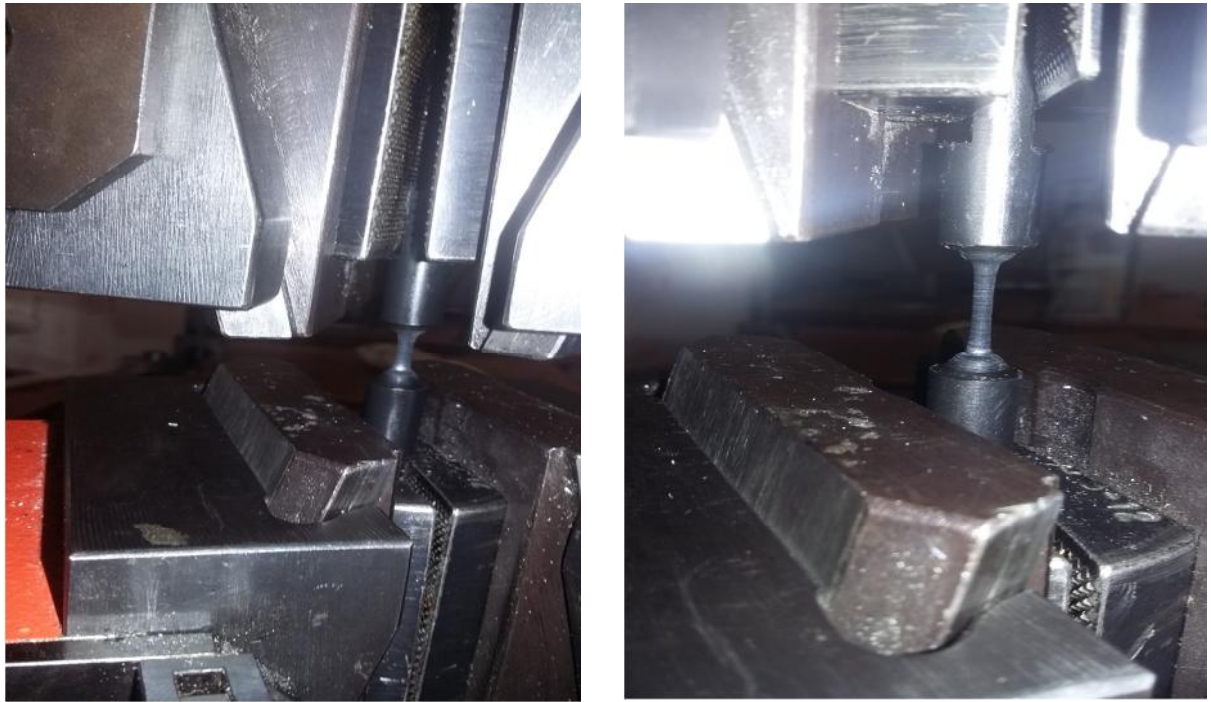


Figure II.5 : Epreuves fixées sur les morts de la machine de traction.

II.5 Principe de l'essai :

Pour chaque essai on effectue trois tests pour vérifier la reproductibilité des résultats. Ces essais consistent à appliquer un moment de torsion à l'éprouvette autour de son axe de symétrie, suivi d'une traction le long du même axe.

Le moment de torsion est contrôlé par l'angle de rotation θ de l'extrémité inférieure de l'éprouvette, On a opter donc pour un intervalle d'angle de 0° à 45° avec un pas de 15° .

Enfin, on effectue des tractions axiales à vitesse constante de 2m/min en faisons varier l'angle de torsion selon les valeurs citées en dessus pour toute nos éprouvettes de différents rayon de courbure (Tableau II.3).

II.6 Lecture sur le cadran :

On prend θ l'angle de torsion réel de l'éprouvette.

Pour calculer le nombre de tours n correspond à l'angle θ de torsion, on utilise la formule :

$$n = \theta / g$$

$g : 0,072$ qui est la valeur d'une graduation sur le cadran.

Le réglage des angles de torsion θ pour tous les essais est donné par le tableau suivant :

θ°	0°	15°	30°	45°
n(tours)	0	2trs+8 g	4trs+16 g	6trs+25g

Tableaux II.3 : Différentes valeurs de g en fonction θ .

Figure II.6 : Lecture sur le cadran.

II.7 Système de fixation par méplat :

Au cours des essais préliminaires, on a constaté des glissements de l'éprouvette dans les mors de fixation. Nous avons remarqués aussi que le glissement tangentiel, lors de l'application de la torsion est plus apparent que le glissement axial.

Afin d'y remédier on a opté pour une modification de nos éprouvette, et pour cela nous avons choisis de faire une conception d'un système de fixation par méplat.

L'opération de surfaçage à était réalisé au hall technologique de Oued-Aissi, sur une fraiseuse vertical à l'aide d'une fraise trois tailles de diamètre 12mm, sur une longueur $l=15\text{mm}$ et une passe $p=2\text{mm}$ pour chaque surfaçage.



Figure II.7 : méplat réalisé sur l'éprouvette.

II.8 Conclusion :

Dans ce chapitre, nous avons présenté le matériau d'étude le PEHD et ses propriétés, d'une part. De l'autre part, nous avons décrit comment obtenir les éprouvettes jusqu'à l'obtention des dimensions voulues. Nous avons aussi mentionné le processus suivi pour l'exécution des essais de traction combiné par la torsion. Par la suite la machine d'essai a été décrite et le dispositif de torsion a été présenté avec détail. Enfin, le déroulement de l'essai est présenté.

Chapitre III

Interprétation des résultats

III.1 Introduction :

Les essais uni axiaux, simples à réaliser, nécessitent des équipements d'expérimentation usuels tel que les machines d'essai. Par contre, pour le chargement multiaxiaux, l'expérimentateur doit utiliser des dispositifs supplémentaires afin d'assurer une variété de sollicitation combinées. C'est le cas de ce présent travail, où le dispositif traction-torsion, nous a permis d'effectuer des chargements bi axiaux en traction combiné par la torsion sur des éprouvettes axisymétriques. L'effet du rayon de courbures sur les caractéristiques mécaniques du PEHD, à savoir, le module de Young (E), la limite élastique (σ_e), et on détermine aussi le seuil d'écoulement bas (S_b) et le seuil d'écoulement haut (S_h) sont étudiés pour les différents angles de torsion à vitesse de chargement constante est présenté sous forme de courbes force-déplacement et tableaux indiquant les valeurs de la limite élastique et le module de Young.

De la même façon, l'effet de l'angle de torsion sur les propriétés des matériaux sont cités et montré.

III.2 L'essai de traction-torsion :

La description des caractéristiques mécaniques des PEHD a été largement traitée dans la littérature [24,25]. Par exemple, de nombreuses études se sont consacrées à la caractérisation complète de la courbe de traction uniaxiale et à l'explication détaillée de ses différentes caractéristiques [26]. D'après les résultats qu'on a obtenus à partir de l'essai de traction-torsion sur les éprouvettes axisymétriques en PEHD, une des caractéristiques les plus remarquables des thermoplastiques semi-cristallins est leur faculté à subir une grande déformation plastique avant la rupture à température ambiante.

Ce phénomène provient en partie du fait que leur température de transition vitreuse (100°C pour le PEHD) est située bien au-dessous de la température ambiante [24] contrairement aux polymères vitreux pour lesquels la déformation est localisée dans les bandes de cisaillement fines.

Pour les polymères semi-cristallins, la déformation plastique intervient de façon macroscopique et non homogène dans les tests de traction uniaxiale. La courbe contrainte-déformation obtenue des essais de traction uniaxiale est représentée sur la figure (III.1)

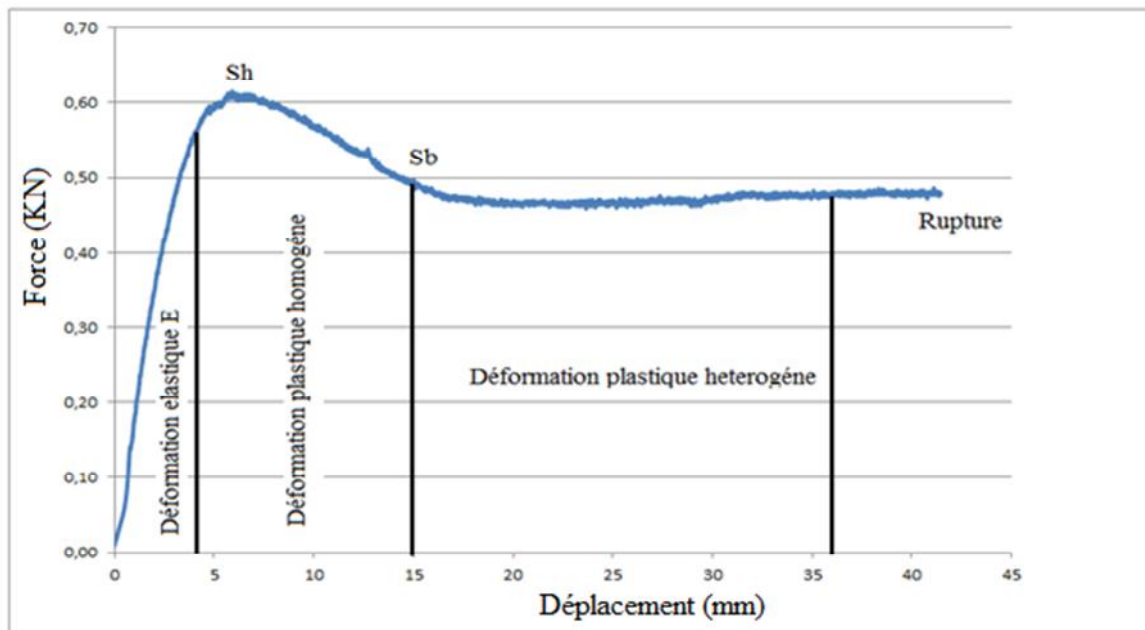


Figure III.1 : Comportement d'un PEHD en traction.

L'allure générale de la courbe force-déplacement correspond bien au comportement d'un matériau thermoplastique traitée dans la littérature [24,25]. Tel que c'est montré dans la figure (III.1), la courbe est décrite par une partie linéaire marquée par une proportionnalité entre force et déplacement il s'agit de la déformation élastique réversible du matériau due à la phase amorphe, du fait que le module de cette phase est beaucoup plus faible que celui de la phase cristalline [24].

Un seuil d'écoulement haut **Sh** qui correspond à l'apparition du phénomène de striction qui correspond à une déformation hétérogène du matériau qui s'amorce sur un défaut au niveau de l'éprouvette. Une réduction de section pouvant aller jusqu'à 1/3 au quel on atteint un maximum de charge. Un seuil d'écoulement bas **Sb** à charge quasiment constante. Puis un allongement pouvant atteindre 400% avant d'atteindre la rupture, la déformation redevient homogène grâce à un durcissement structural lié à l'orientation des chaînes macromoléculaires dans le sens de l'étirement et l'augmentation de la fraction fibrillaire du matériau [25-26].

III.3 Résultats obtenus des essais de traction-torsion sur des éprouvettes axisymétriques :

Après plusieurs essais de traction combinée par la torsion effectués sur des éprouvettes axisymétrique à différent rayon d'entaille $R=2$, $R=4$, $R=10$ et aussi avec différents angles (0° , 15° , 30° et 45°) avec une vitesse constante $V=2\text{mm/min}$, nous avons obtenu des courbes Force-déplacement. Les résultats sont tracés en courbe de Force-déplacement.

Des exemples de courbes pour des angles de torsion et des rayons sont tracés sur la figure III.2.

On remarque que l'allure générale de ces courbes est similaire à celle présentée dans le paragraphe III.2 montrant les différents stades du comportement des éprouvettes axisymétriques du PEHD en traction combinée à la torsion.

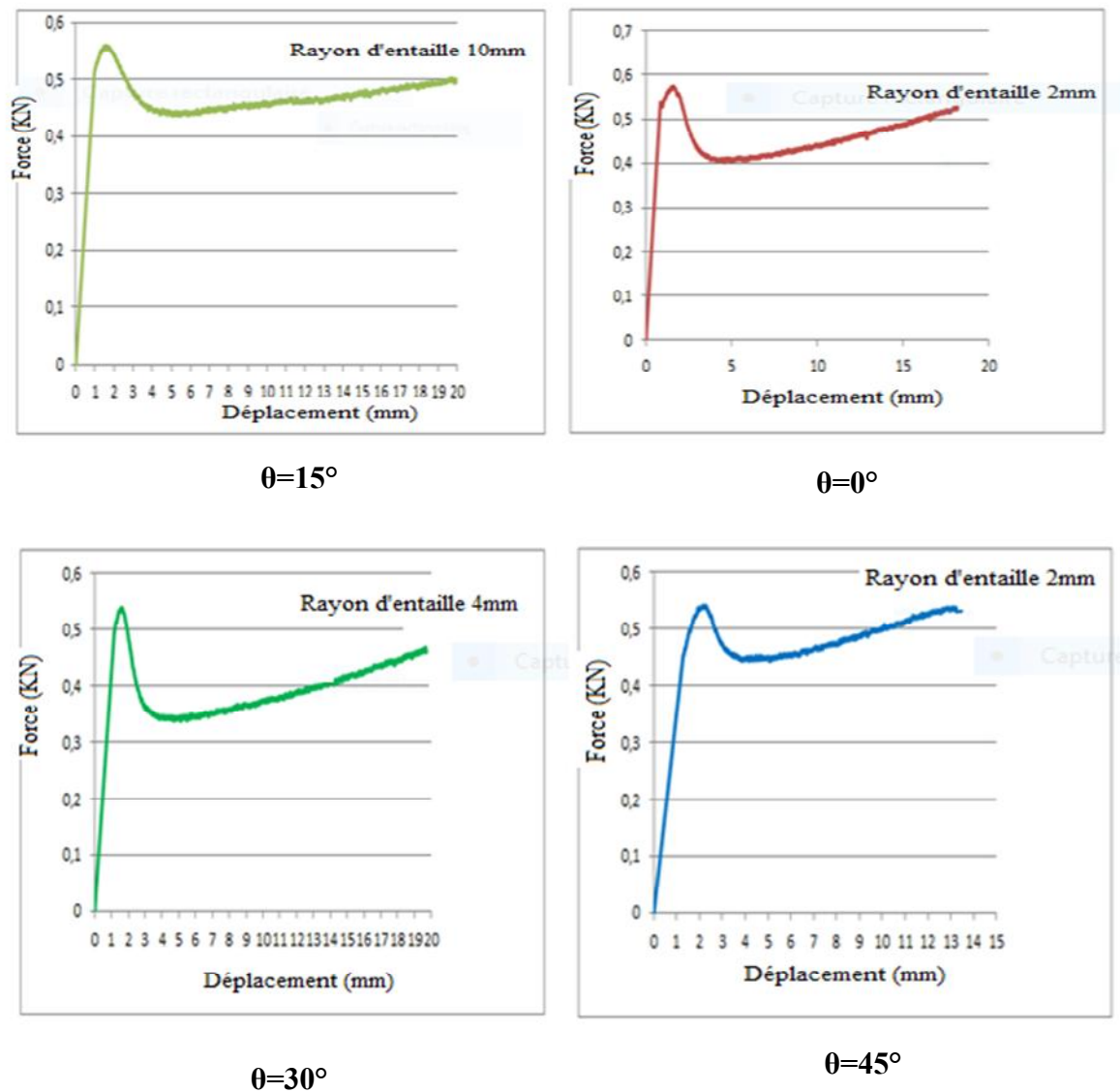


Figure III.2 : Courbe de traction-torsion du PEHD avec différents rayon d'entaille et angle de torsion.

III.4 Effet du rayon d'entaille R sur le comportement des éprouvettes en traction-torsion :

III.4.1 Résultats des essais :

Dans le but d'étudier l'effet du rayon d'entaille R sur la réponse mécanique des éprouvettes en biaxial, on a réalisé des essais de traction combinée à la torsion de l'éprouvette d'un angle θ , pour chaque valeur de cet angle, on a effectué des tractions à vitesse de chargement constante $V=2\text{mm/min}$, sur des éprouvettes axisymétrique de rayon d'entaille variable $R=2, 4$ et 10 mm . Les valeurs de l'angle θ utilisés sont données par le tableau III.1.

θ°	0°	15°	30°	45°
----------------	-----------	------------	------------	------------

Tableau III.1 : Valeurs des angles de torsion.

Les courbes force-déplacement obtenues pour les différents rayons R et pour chaque angle de torsion sont données dans les figures III.3, III.4, III.5 ; III.6.

La forme générale de ces courbes semblent homothétiques avec certaines imperfections dues principalement au matériaux, à la forme des éprouvettes et à l'essai lui-même.

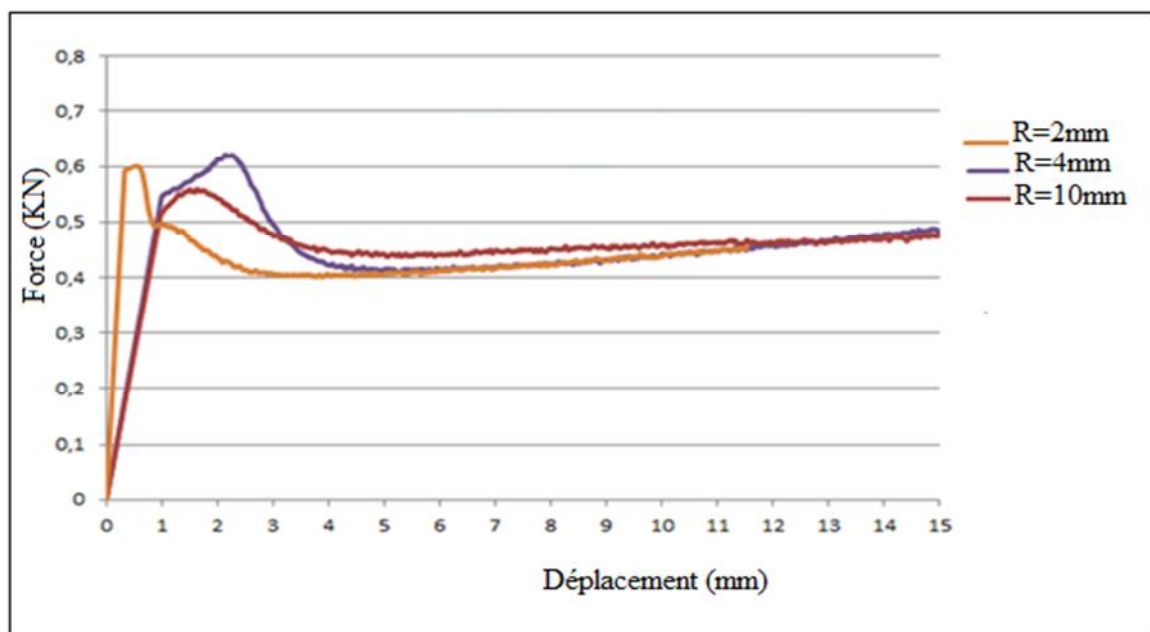


Figure III.3 : Courbe force-déplacement obtenues par ces essais de tractions-torsion sur des éprouvettes axisymétriques pour un angle de 0° .

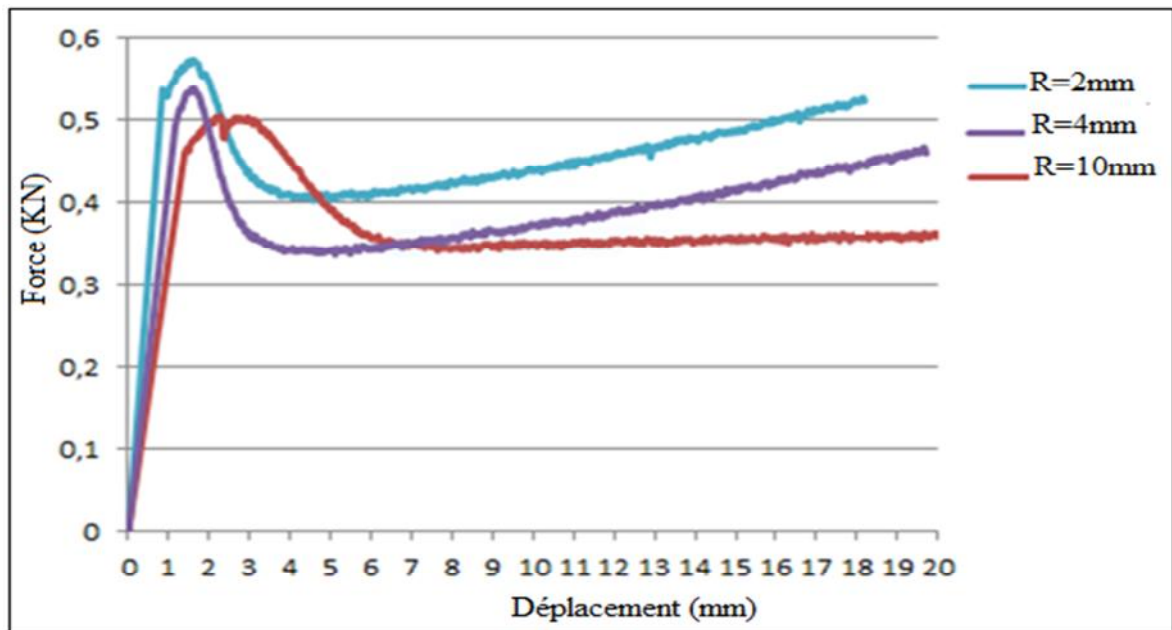


Figure III.4 : Courbe force-déplacement obtenue par des essais de traction-torsion sur des éprouvettes axisymétriques pour un angle de 15° .

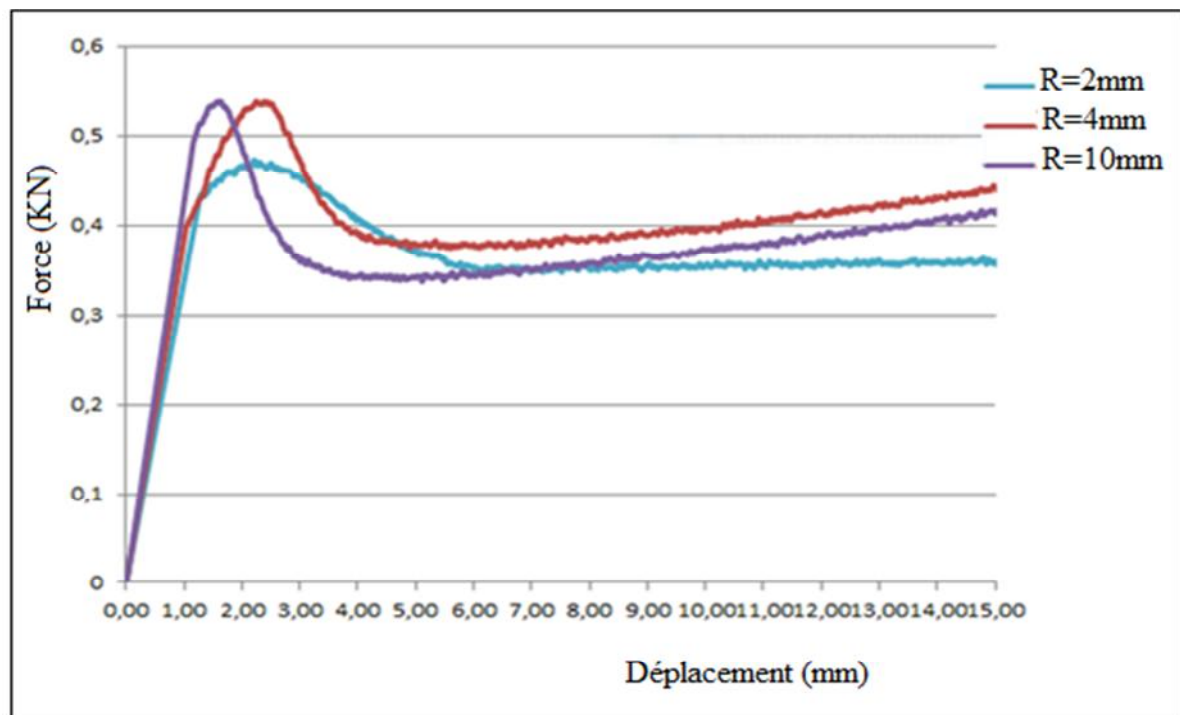


Figure III.5 : Courbe force-déplacement obtenue par ces essais de traction-torsion sur des éprouvettes axisymétriques pour un angle de 30° .

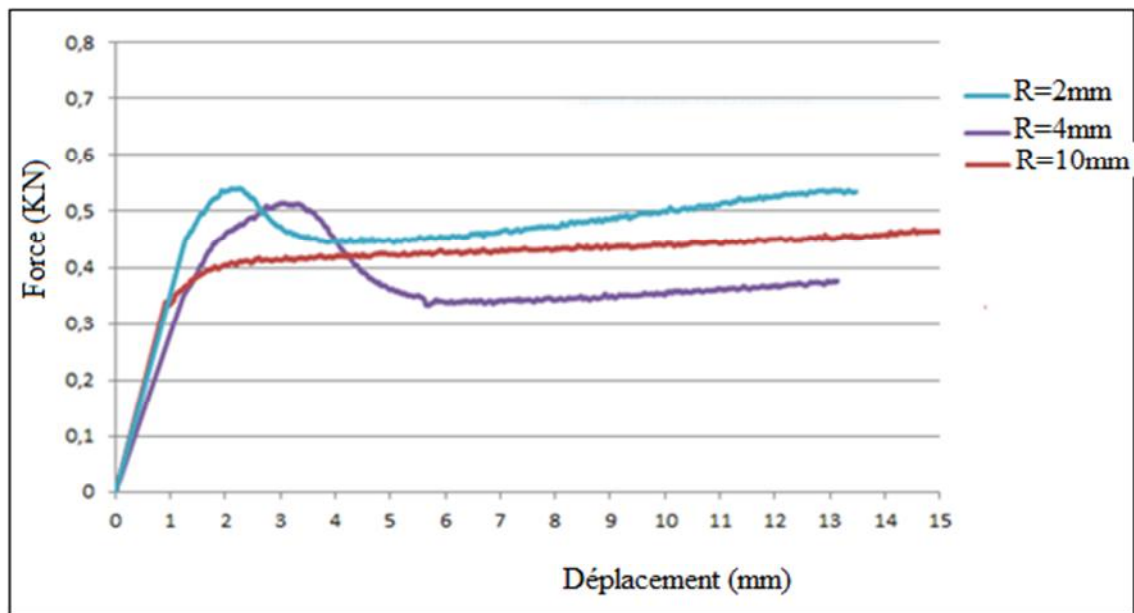


Figure III.6 : Courbes force-déplacement obtenues par ces essais de traction-torsion sur des éprouvettes axisymétriques pour un angle de 45°.

III.4.2 Interprétation des résultats des essais :

Afin de bien expliquer l'effet du rayon d'entaille sur le comportement mécanique en traction combinée à la torsion du PEHD, on présente tout d'abord les mécanismes régissant sur la déformation des matériaux pour les différents stades des courbes, en suite montrer l'effet du rayon sur le comportement de ce matériaux.

Le comportement élastique caractérisé par la contrainte limite d'élasticité et la déformation correspondante est due à la déformation des bandes de vanderwalls et le changement de conformation des chaines dans la phase amorphe.

A la limite de la déformation élastique, on remarque l'apparition d'un col au milieu de la partie active de l'éprouvette, et cette dernière entre dans une déformation plastique qui consiste en une interaction entre les régions lamellaire et des régions amorphe alternantes. Qui cela correspond à l'apparition du phénomène de striction qui est généré par une déformation hétérogène du matériau. A la fin de la déformation plastique le matériau entre dans une phase de durcissement jusqu'à la rupture.

Dans ce qui suit-on présentera l'influence du rayon d'entaille sur la limite élastique σ_e et l'effet du module de Young.

III.5. Détermination de la limite élastique :

Cette contrainte marque la fin du domaine élastique. Pour les valeurs supérieures à cette limite, le matériau ne se déforme plus élastiquement. Et cette contrainte limite d'élasticité σ_e ne peut être tirée directement de la courbe, car elle n'est pas évidente, comme pour les cas des métaux, ce qui rend difficile détermination. Pour la détermination de cette limite on utilise la tangente à l'origine ou la limite est prise à l'endroit de perte de linéarité. Sa valeur pour un essai de traction-torsion est la contrainte idéale tenant compte de la traction et la torsion donnée par l'équation (1).

Ou $\sigma = F/s$ (MPa) : Est la limite élastique du matériau.

Avec F : charge appliqué (N).

S : section de l'éprouvette (mm^2)

Les valeurs de la limite élastique calculées à partir des charges limites des courbes force-déplacement sont données par le tableau III.2.

$$\sigma_{ed} = \sqrt{(\sigma^2 + 4\tau^2)} \dots \dots \dots (1)$$

R (mm) / θ°	0°	15°	30°	45°
R=2	30MPa	27MPa	24MPa	22MPa
R=4	27MPa	25MPa	21MPa	17MPa
R=10	26MPa	23MPa	22MPa	16MPa

Tableau.III.2 : Valeurs de la contrainte élastique.

Sur la figure III.7 on présente l'effet du rayon sur la limite élastique pour différents rayon d'entaille. On ne constate que cette limite représentée par la pente des droites diminue avec l'augmentation du rayon d'entaille.

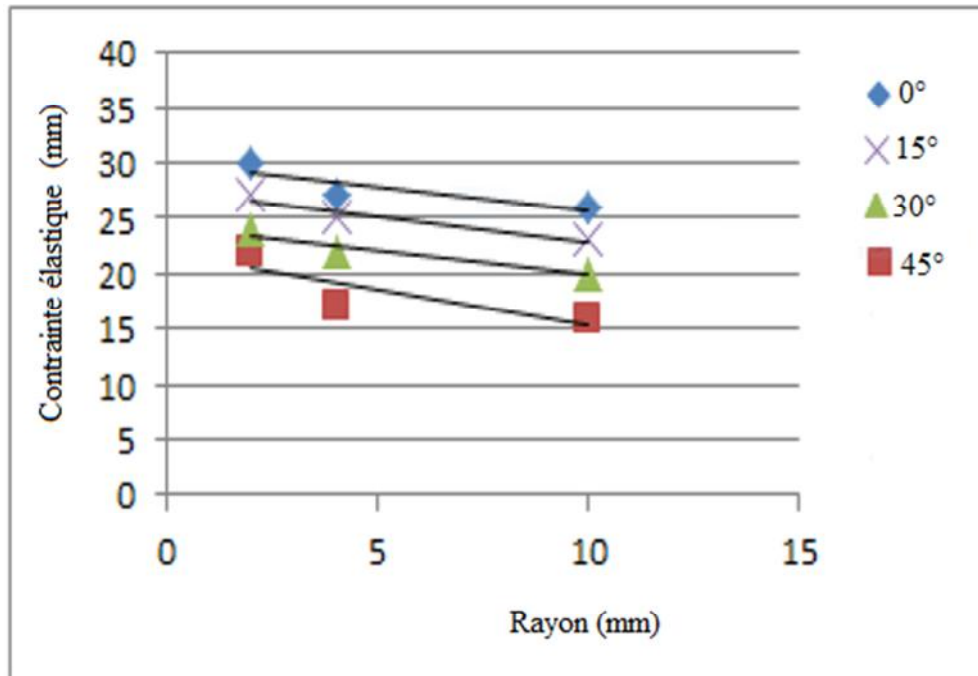


Figure III.7 : Effet du rayon d'entaille sur la limite élastique.

III.6 Détermination du module de Young :

Dans ce type de matériau contrairement aux matériaux, il est rarement possible de départager la partie linéaire et celle non linéaire, pour cela afin de déterminer et cerner le module de d'élasticité correspondant on peut appliquer la méthode :

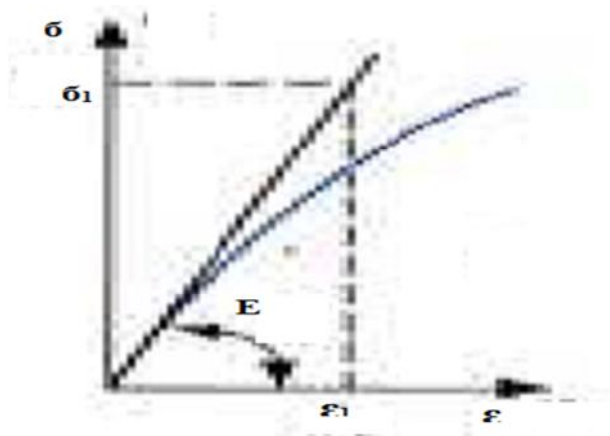


Figure III.8 : La méthode de détermination de E.

Dans ce travail nous avons déterminé le module d'élasticité E avec la méthode de la tangente à l'origine par la pente initiale des courbes, on parlera alors de module d'Young apparent qui est déterminé par la loi suivante :

$$E = \sigma / \varepsilon \text{ (MPa)}$$

Avec $\varepsilon = \Delta L / l_0$: allongement relatif.

Les valeurs calculées de ce module pour chaque angle et pour tous les angles de torsion sont données par le tableau III.3.

R(mm) \ θ°	0°	15°	30°	45°
R=2	115.111MPa	130.8MPa	185.65MPa	289.49MPa
R=4	294.762MPa	376.235MPa	426.245MPa	602.354MPa
R=10	333.333MPa	423.556MPa	503.08MPa	719.79MPa

Tableau III.3 : Valeurs du module de Young E.

La variation de ce module en fonction du rayon d'entaille est donnée dans la figure III.9 représentée par des droites avec des pentes sensiblement grandes.

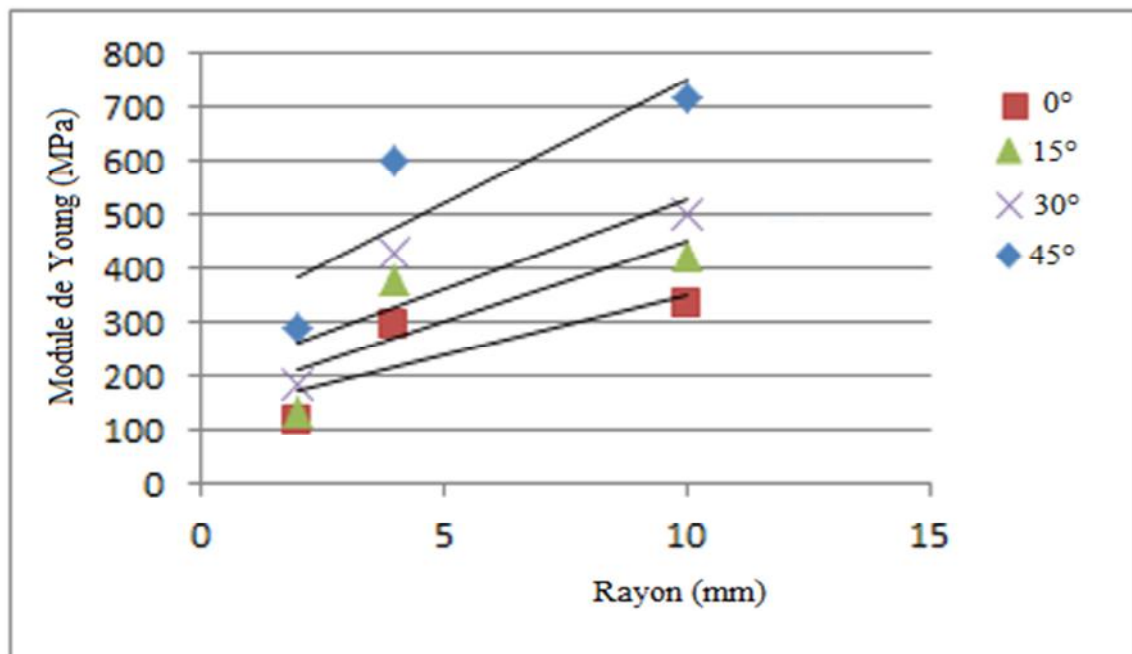


Figure III.9 : Effet du rayon d'entaille sur le module de Young.

III.7 Effet de l'angle de torsion sur le comportement des éprouvettes axisymétriques :

On a porté la réponse mécanique des éprouvettes en traction-torsion pour chaque rayon d'entaille et pour différents angles de torsion dans le même graphe afin de bien voir l'effet de l'angle de torsion sur le comportement de matériau (figure III.10 ; III.11 et III.12).

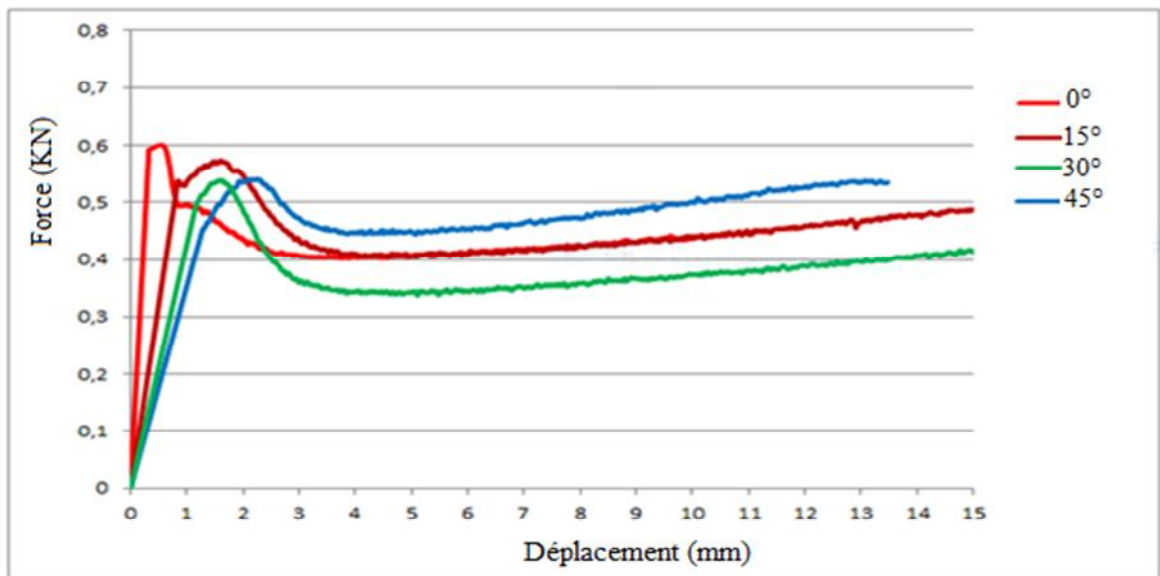


Figure III.10 : Courbe force-déplacement obtenus par des essais de traction-torsion sur des éprouvettes axisymétrique pour un rayon d'entaille 2mm.

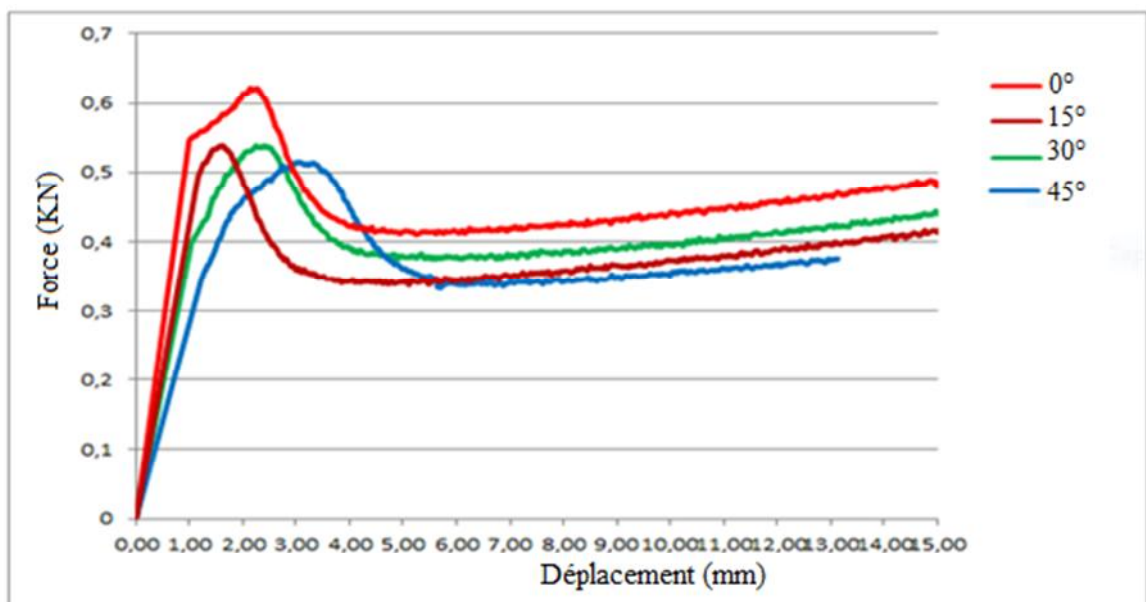


Figure III.11 : Courbe force-déplacement obtenus par des essais de traction-torsion sur des éprouvettes axisymétrique pour un rayon d'entaille 4mm.

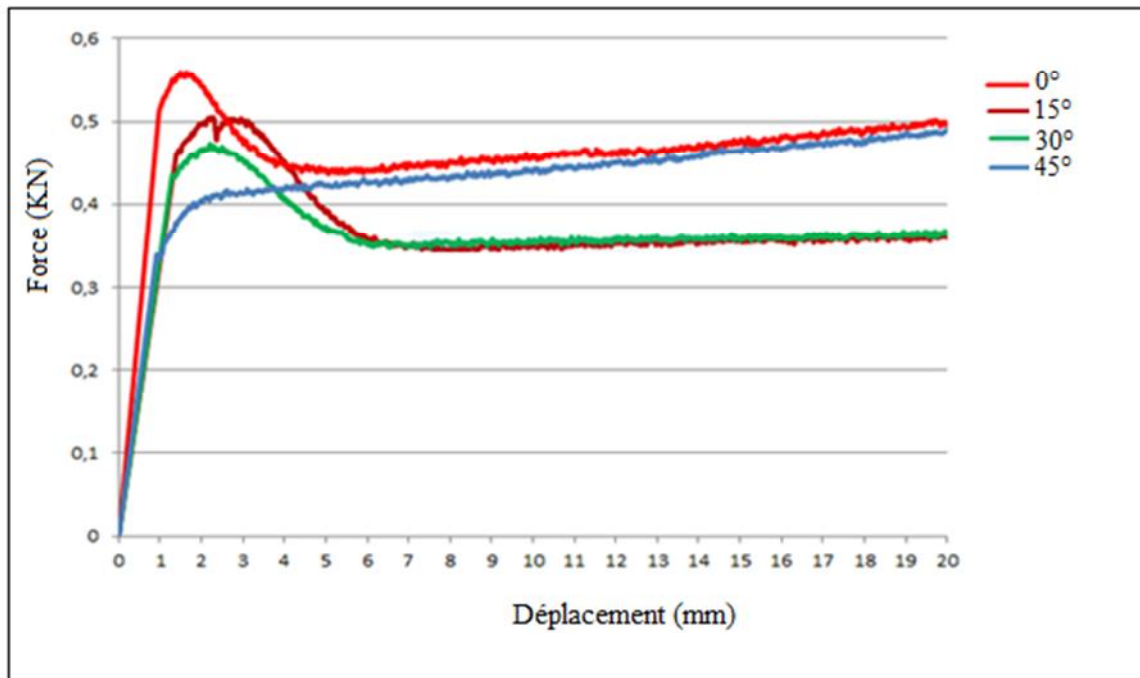


Figure III.12 : Courbe force-déplacement obtenus par des essais de traction-torsion sur des éprouvettes axisymétrique pour un rayon d'entaille 10mm.

L'effet de l'angle de torsion sur la limite élastique est similaire à celui de l'effet du rayon d'entaille. En effet on a constaté une diminution de la limite élastique avec des pentes des droites force-déplacement sensiblement égale à celle obtenue pour l'effet du rayon d'entaille.

En exemple, cette limite élastique passe de 30 MPa à 22MPa pour les angles respectif de 0° à 45°, sur la figure III.13. Cette variation est due au fait que le matériau subie une certaine déformation lors de l'application du moment de torsion, ce qui diminue sa limite élastique en traction.

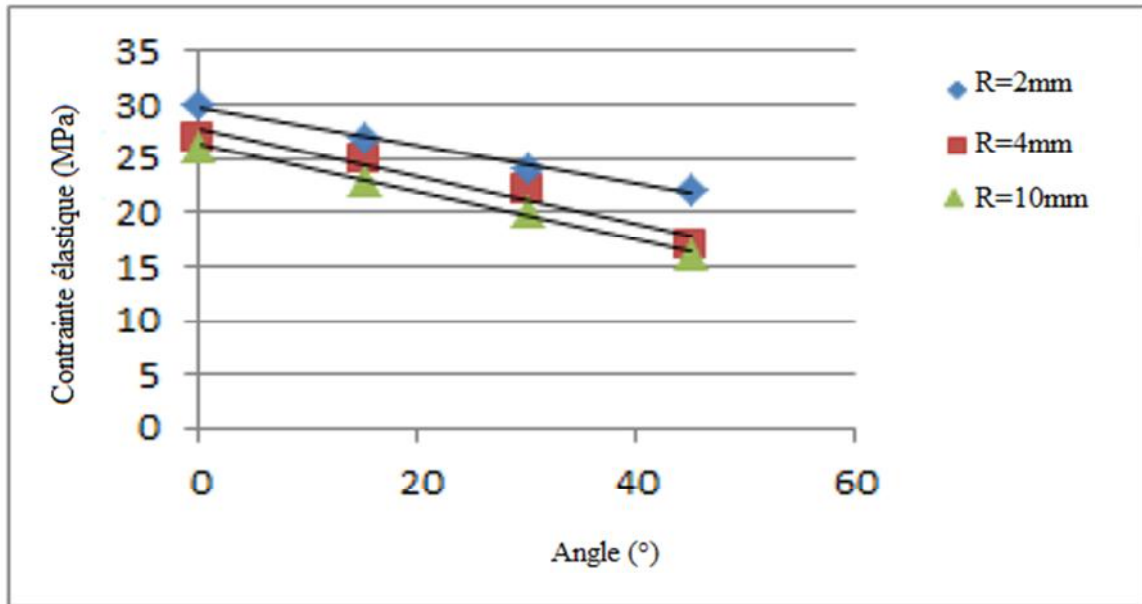


Figure III.13 : Effet de l'angle de torsion sur la limite élastique.

Par contre, on a constaté que le module d'élasticité augmente avec l'angle de torsion. Par exemple, de 115,11 MPa à 289,49 MPa pour les angles respectif de 0° et 45°, sur la (figure III.14).

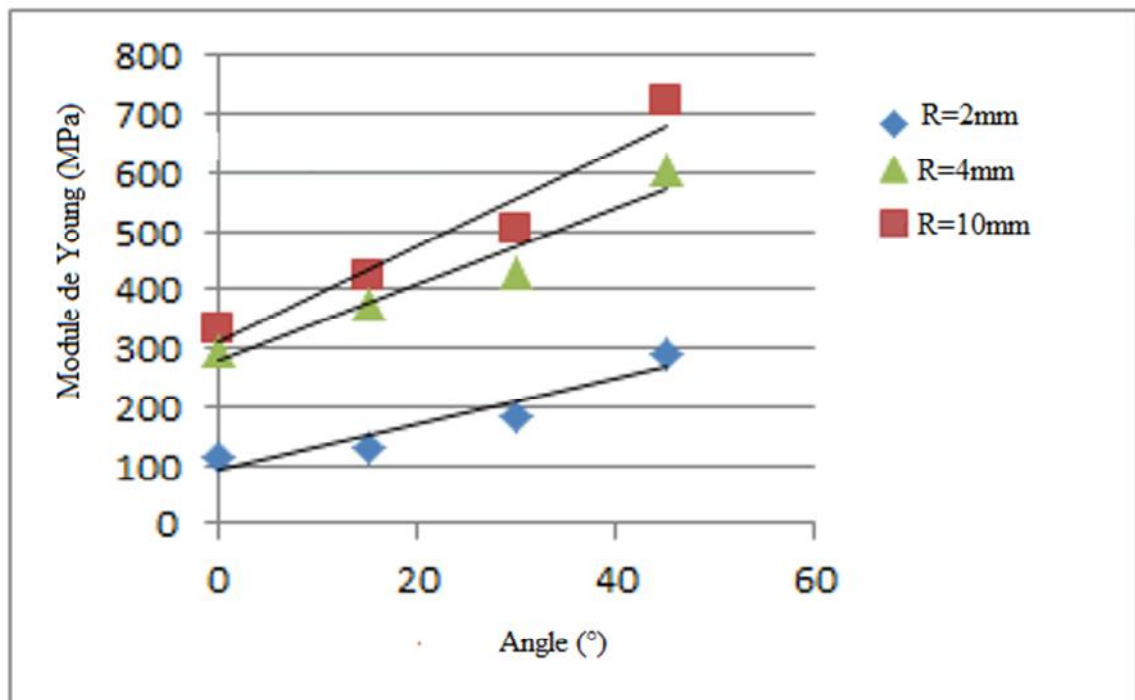


Figure III.14 : Effet de l'angle de torsion sur le module d'élasticité.

Cette variation est décrite par la pente des droites tracées dans ce graphe de cette figure. La valeur de cette figure est importante pour trois rayons d'entaille. Puis l'angle de torsion augmente plus le module de Young est grand ; le matériau devient plus résistant aux contraintes mécaniques.

III.8. Conclusion :

Dans ce chapitre on a présenté les résultats expérimentaux des essais de traction combinée à la torsion, à travers des tableaux et des courbes. Lors de l'étude de ces résultats, on a constaté que l'effet de rayon d'entaille sur la limite élastique et sur le module de Young est identique. Le matériau devient facile à déformer et plus élastique.

Par contre la torsion des éprouvettes conduit à une diminution de la limite élastique et une augmentation de la résistance à la déformation.

Conclusion générale

Conclusion générale :

L'objectif de cette étude est d'appréhender le comportement du polyéthylène à haute densité, à l'aide des éprouvettes axisymétrique à différents rayons d'entaille sous l'effet d'un chargement bi axial, en traction-torsion.

Dans ce travail on a élaboré une partie bibliographique dans laquelle on a présenté la structure, la morphologie et les différentes propriétés de notre matériau PEHD.

Ensuite c'est la partie expérimentale où on a présenté la procédure expérimentale des essais de traction combiné par la torsion afin de caractériser le comportement du matériau.

Afin de déterminer les caractéristiques mécaniques du PEHD, on a réalisé des essais de traction-torsion sur des éprouvettes axisymétriques avec différents rayons d'entailles et avec un angle de torsion variable.

Les résultats ont montré un comportement ductile du PEHD, une élasticité linéaire avec des faibles déformations et cela est due aux repenses des chaînes moléculaires vis-à-vis du chargement suivi par un domaine de plasticité qui est le résultat de l'extension des chaînes sous l'effet de la déformation appliquée. Le PEHD présente aussi une zone de durcissement structural lié à l'orientation progressive des chaînes dans la direction principale de déformation et la fragmentation des cristallites qui conduit à la formation d'une microstructure fibrillaire. A la fin de cette zone, l'éprouvette rompe.

L'effet du rayon d'entaille sur le comportement du matériau a été remarquable, en effet une diminution de la limite d'élasticité et du module de Young a été constatée.

De même, l'effet de l'angle de torsion, sur les mêmes propriétés, a été déterminé la limite élastique subit une diminution avec l'augmentation de l'angle de torsion, alors que le module de Young croît avec l'angle de torsion.

Ce travail peut être suivi par l'étude de la phase plastique et de la rupture des courbes force-déplacement obtenus pour ce type d'essai.

Et afin d'expliquer le mécanisme de déformation générée lors des essais, une analyse microstructurale par microscopie à balayage serait nécessaire.

Références bibliographiques

Références Bibliographiques

- [1] : William D. Callister, Jr. science et génie des matériaux, John Wiley et Sons, Inc (2007).
- [2] : I. Teraoka, Polymer Solutions, An introduction to physical properties, Ed. Polytechnic University Brooklyn, New-York, (2002).
- [3]. Michel FONTANILLE, « Polymérisation » Techniques de l'ingénieur, traité Plastiques et Composites, Doc. A 3 040, Février 2003.
- [4]: Pabiot J ; les fonctions caractéristique rhéologique des hauts polymères plastique moderne et élastomère”, technique d'ingénieurs, janvier 1970
- [5]: S. Jouenne, Thèse de Doctorat ; matière plastique”, option chimie et physicochimie des polymères; Université Pierre et Marie Curie, (2005).
- [6] : Gottfried W. Ehrenstein, Fabienne Montagne matériaux polymères : structure, propriétés et application ; Hermès Science publication, 2000.
- [7] : Dr. Gilles olive, chimie des matériaux, Ecole industrielle et commerciale de la ville de Namur ; 3eme édition, (2005).
- [8] : Michel frontanille, Yves Gnanou, _chimie et physico chimie des polymères”, 2eme et 3eme cycle école d'ingénieur.
- [9]: I. Teraoka, Polymer Solutions, An introduction to physical properties, Ed. Polytechnic University Brooklyn, New York, (2002).
- [10]: Hans-hewing Kusch, Christopher jhon phimmer, nicole hymans, pierre decroly, Matériaux polymères : propriétés mécaniques et physiques, press polytechniques et Universitaires romandes, suisse 2001.
- [13] : J P trotignon ; matière plastique”, édition Nathan, 2006 Paris.
- [14]: Rida Arieby, Caractéristique Mécanique et Modélisation Thermodynamique du comportement anisotrope du PEHD”, TH/DOC, Nancy, 2007
- [11] : Johann Houle ; info plastique et caractéristique”, ([http:// infoplastiques.blogspot.com](http://infoplastiques.blogspot.com))
- [12] : Reynald Dossogne ; polyéthylène haute densité PEHD” technique d'ingénieur, A3315
- [15] : Kara Y, Mardjane R, « caractérisation Mécanique du polyéthylène à haute densité (PEHD) et l'influence des rayons de courbures », TH/DEUA, UMMTO (2008/2009).
- [16] : U.S.A : ASTM E8 : "Standard Methods of Tension Testing of Metallic Materials" Norme ISO 6892 : Matériaux métalliques – Essai de traction.

- [17] : Dominique FRANÇOIS « Essais mécaniques des métaux- Détermination des lois de comportement » M 120.
- [18]: H. Seibert, T. Scheffer, S. Diebels « Biaxial Testing of Elastomers - Experimental Setup, Measurement and Experimental Optimisation of Specimen's Shape. July 15, 2013.
- [19]: Mark A. Iadicola, Adam A. Creuziger, and Tim Foecke « Advanced Biaxial Cruciform Testing at the NIST Center for Automotive Lightweighting» 2013.
- [20] : D.VAN HEMELRIJCK, C.RAMAULT, AMAKRIS et al «Biaxial testing of fiber reinforced composite» 16 th International conference on composite materials Kyoto 2007.
- [21] : Patrica Karawczak ; Essai mécanique des plastiques, caractéristiques instantanées” ; technique d’ingénieur, vol AM 3510
- [22] : Mr. CHERIFI. Karim « Etude, Conception et Fabrication d’un Dispositif d’essai en biaxial Traction-Torsion », Mémoire de fin d’études ; UMMTO, Algérie, 2015/2016.
- [23] : M. HACHOUR. Kamel «Contribution à l’élaboration d’un Critère de Plasticité pour le PEHD » TH/DOC, UMMTO, Algérie.
- [24]: Gottfried W. Ehrenstein, Fabienne Montagne matériaux polymères: Structure, propriétés et applications ; Hermès science publications, 2000.
- [25]: S.J.K. Ritchie, P. Davis & P.S. Leever, Brittle-tough transition of rapid crack propagation in polyethylene, Polymer”, 1998, vol: 39.
- [26]: C. G’Sell, JM. Hiver, A. Dahoun & A. Souahi, Video-controlled Tensile testing of polymers and metals beyond the necking point”, Journal of Material Science, 1992.