

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
UNIVERSITE MOULOUD MAMMARI DE TIZI OUZOU
FACULTE DU GENIE DE LA CONSTRUCTION
DEPARTEMENT DE MECANIQUE



Mémoire de fin d'études

*En vue de l'obtention du diplôme de MASTER en Génie Mécanique
Option : Fabrication Mécanique et Productique.*

Thème

*Etude du comportement du polyéthylène à
haute densité en fluage et relaxation.*

Proposé et Dirigé par :

M^r : Kamel HACHOUR.

Réalisé par :

M^r : Ali KERMOUN

Promotion 2012/2013.

Remerciement

Je tiens à remercier le directeur de cette thèse, Monsieur HACHOUR Kamel, Maître assistant classe A à l'université Mouloud MAMMERI–Tizi Ouzou. Je lui adresse ma profonde et sincère reconnaissance pour son suivi quotidien, son encouragement et son soutien continuel durant les mois passés ensemble pour réaliser ce travail.

J'adresse mes vifs remerciements à Monsieur FERHOUM Rabah docteur à l'université Mouloud MAMMERI –Tizi Ouzou pour son aide judicieuse. Je lui témoigne ici mon plus grand respect.

Je témoigne toute ma gratitude à Madame TABET, chef du département de maintenance et laboratoire à l'ENEL FREHA et son équipe de m'avoir chaleureusement accueilli dans leur laboratoire. Ils n'ont ménagé ni leurs temps, ni leurs conseils avisés pour permettre le déroulement et l'aboutissement de ce travail, j'aurai beaucoup appris à leurs côtés.

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

Ma reconnaissance va également vers toute ma famille, mes amis ainsi que toute personne qui a participé de loin ou de près à l'aboutissement de ce travail.

Encore une fois Merci à vous tous.

A la mémoire de mes grands-parents.

A mes parents et à toute ma famille.

A tous mes amis et à mes proches.

Sommaire

Chapitre1.....Etude bibliographique

Généralité sur les polymères

I. Introduction aux matières plastiques :	1
II. Historique	2
III. Définition des matières plastiques.....	3
VI. Représentation et obtention des polymères.....	4
VI.1 La polycondensation.....	4
VI.2 La polymérisation en chaîne (polyaddition).....	5
V. Structure des polymères	6
V.1 Structure amorphe.....	6
V.2 Structure cristallisé	6
V.3 Structure semi cristallisé.....	7
IV. différents types de polymères	7
IV.1 Selon l'origine	7
IV.1.1 Les plastiques naturels.....	7
IV.1.2 Les plastiques artificiels	8
IV.1.3 Les plastiques synthétiques.....	8
IV.2. selon leur domaine d'application.....	8
IV.2.1 les polymères a grande diffusion	8
IV.2.2 les polymères techniques	8
IV.2.3 les polymères spéciaux	8
IV.3 Selon la structure	8
IV.3.1 Homopolymères.....	8
IV.3.2 structure bidimensionnel.....	9
IV.3.3 Copolymères	9
IV.4 Selon la physico-chimique	10
IV.4.1 Les thermoplastiques	10
IV.4.2 Les thermodurcissables.....	10
IV.4.3 Les élastomères.....	11
IIIV. Formulation.....	12
IIIV.1 Les adjuvants.....	12

IIV.1.1 Plastifiants	12
IIV.1.2 Stabilisants.....	12
IIV.2 Les Renforts	13
IIV.2 .1 Le polyamide aromatique.....	14
IIV.2.2 Le verre.....	15
IIV.2.3 Le carbone	15
IIV.2.4 Le carbonate de calcium.....	16
IIV.2. 5 Le talc	15
IIV.2.6 Le mica	16
IIV.2 .7 La wollastonite	16
IIV. Propriétés des polymères	16
IIIV.1 propriétés mécaniques	16
IIIV.2 Propriétés physiques	17
IIIV.2.1 Propriétés thermiques.....	17
IIIV.2.2 Propriétés optique	17
IIIV.3 Propriétés chimique	18
IIIV.4 Propriétés électriques.....	18
Matériau à étudier	
I. Définition du polyéthylène	19
II. Famille du polyéthylène	20
II.1 PE très base densité linéaire, PETBDL.....	20
II.2 PE base densité haute pression	20
II. 3 polyéthylène à basse densité linéaire PEBDL	20
II.4 polyéthylène haute /moyenne densité PEHD/ PEMD	20
II. 5 polyéthylène à très haut poids moléculaire PETHPM	21
III. Polyéthylène a haute densité (PEHD)	21
VI. Historique.....	21
V. Formule et procédé de polymérisation	21
IV. Méthode de contrôle.....	22
IV.1 Cristallinité	23
IV .2 Masse molaire.....	23
IIV. Propriétés du PEHD.....	24
IIV.1 Paramètres structuraux.....	24

IIV.1.1	Structure chimique et cristallinité.....	24
IIV.1.2	Masse molaire.....	25
IIV.1.3	Distribution des masses molaires	26
IIV.2	Propriétés mécaniques.....	27
IIV.2.1	Rigidité	27
IIV.2.2	Comportement au choc.....	27
IIV.2.3	Comportement au fluage	27
IIV.2.4	Résistance à la fissuration sous contrainte	28
IIV.2.5	Dureté	29
IIV.2.6	Résistance à l'abrasion	29
IIV.3	Propriétés thermiques.....	29
IIV.3.2	Conductivité thermique	29
IIV.3.3	Coefficient de dilatation linéique	29
IIV.4	Propriétés chimiques	29
IIV.4.2	Vieillissement à la lumière	30
IIV.4.3	Comportement au feu	30
IIV.4.4	Perméabilité.....	30
IIV.5	Propriétés électriques	31
IIV.5.2	Électricité statique	32
IIIV.	Mise en œuvre du PEHD.....	32
IIIV.2	Extrusion-soufflage.....	33
IIIV.3	Extrusion en continu	33
IIIV.4	Moulage par rotation.....	35
IIIV.5	Enduction.....	35

Chapitre 2.....Caractérisation des polymères

I.	Introduction.....	36
II.	Les essais thermomécaniques à vitesse nulle	36
II.1	Fléchissement sous charge	36
II.2	Essai Vicat :	37
II.3	Essais de dureté.....	38
II. 3.1	Dureté Barcol	38
II. 3.2	Dureté Shore.....	38
III.	Les essais thermomécaniques à vitesse lente	38

III.1 Essais de traction	38
III.1.1 Éprouvettes et systèmes d'encastrement.....	38
III.1.2 Obtention des éprouvettes.....	40
III.1.3 comportement des matériaux	41
III.1.4 Expression des résultats	43
III.2 Essai de compression.....	44
III.3 Essais de flexion	47
III.4 Essais de cisaillement	48
VI. Les essais thermomécaniques à vitesse élevée	48
V. Les essais thermomécaniques à long terme à sollicitation constante.....	51
V.1 Essai de fluage	51
V.1.1 Machines de fluage	53
V.1.2 Présentation des résultats	54
V.2 Essai de relaxation	56
IV. Paramètres influant sur le comportement en Fluage / Relaxation	58
IV.1 Influence de la température	58
IV.2 Influence de la cristallinité	60
IV.3 Influence de la masse molaire	60

Chapitre 3Procédure expérimentale et Résultats

Procédure expérimentale

I. Introduction.....	61
II. Matériau	61
III. Essais de traction.....	61
III.1 Principe de l'essai	62
III.2 But de l'essai	62
III.3 Géométrie et obtention des éprouvettes.....	62
III.4 Dispositifs expérimental	63
III.5 Les conditions d'essai.....	65
VI. Essai de compression	65
VI.2 Principe de l'essai.....	66
VI.3 Géométrie et obtention des éprouvettes	66
V. Essai de fluage	66
V.1 Dispositif d'application de la charge.....	66

V.2 Condition de l'essai	67
IV. Essai relaxation	68
IV.1 Dispositif d'application de la charge	68
IV.2 Condition de l'essai :	68
IV.3 déroulement de l'essai	68

Résultats

I. Résultat traction /compression	70
I.1 Détermination de module de Young et de la limite élastique	73
I.1.1 Détermination du module d'Young E	73
I.1.2 Détermination de la limite élastique σ_e	73
I.2 Influence de la triaxialité	74
I.3 Résultat de compression	76
I.4 Exploitation des courbes de compression pour la détermination « E » et « σ_e »	77
II. Résultat fluage /relaxation	78
II.2 Etude du comportement au fluage	79
II.2.1 Effet de la triaxialité sur le comportement en fluage du matériau	79
II.2.2 Effet de la contrainte sur le comportement en fluage	83
II.3 Essai relaxation	84
II.3.1 Effet de la déformation imposée sur le comportement en relaxation	85
Conclusion et perspectives	87

Listes des figures

Chapitre I

Figure I.1 : Schéma représentatif d'un polymère

Figure I.2 : représentation d'un polymère linéaire

Figure I.3 : principe de polycondensation

Figure I.4 : principe de polymérisation en chaîne

Figure I.5 : Schématisation d'une structure amorphe

Figure I.6 : Morphologie semi cristalline du polyéthylène

Figure I.7 : représentation de la chaîne d'un polymère linéaire

Figure I.8 : représentation bidimensionnel d'un polymère 'carbone graphite'

Figure I.9 : représentation d'un polymère tridimensionnel

Figure I.10 : schéma représentatif d'un thermoplastique

Figure I.11 : représentation schématique d'un thermodurcissable

Figure I.12 : schéma représentatif d'un élastomère

Figure I.13 : plastification d'un polymère

Figure II. 14: polyaddition du PEHD

Figure I.15 : Différentes phases de l'extrusion

Chapitre II

Figure II.1 : illustration de l'essai

Figure II.2 : illustration de l'essai Vicat

Figure II.3 : Représentation du pénétrateur de l'essai shore

Figure II.4 : machine de traction

Figure II.5 : Géométrie des éprouvettes de traction selon la norme NF EN ISO 527

Figure II.7 : courbe traction type des plastiques

Figure II.8 : dispositif de flexion 3 points

Figure II.9 : mouton pendulaire

Figure II .10 : illustration de l'essai Charpy

Figure II.11 : illustration de l'essai Izod

Figure II.12 : essai de fluage

Figure II.13 : illustration des deux machines de fluage

Figure II.14 : Courbe de fluage typique présentant les trois stades du fluage. La courbe A correspond à un essai sous charge constante; la courbe B correspond à un essai sous contrainte constante.

Figure II.15 : tracé des courbes de fluage selon la nature de l'exploitation.

Figure II.16 : essai de relaxation isotherme

Figure II.17 : effet de la température sur les courbes de fluage

Figure II.18 : module de fluage en fonction de température

Chapitre III

Figure III.1 : géométrie des différentes éprouvettes

Figure III.2 : vue et caractéristique de la machine de traction

Figure III.3 : Dispositif de traction adapté aux éprouvettes

Figure III.4 : forme et dimension des éprouvettes de compression

Figure III.5 : Courbes de traction des éprouvettes entaillées en PEHD

a / type1, b/ type2 ,c/ type3

Figure III.6 : comportement d'un PEhd

Figure III.7 : les différentes méthodes de détermination de E

Figure III.8 : effet de la triaxialité sur le comportement en traction du PEHD

Figure III.9 : influence de T sur σ_m et σ_{eq}

Figure III.10 : Courbe de compression d'éprouvette en PEhd

Figure III.7 : courbe de fluage des différentes éprouvettes sous une charge de 10kN

Figure III.8 : effet la triaxialité sur le comportement en fluage du PEHD

Figure III.9 : courbe de fluage des différentes éprouvettes sous une charge de 12kN

Figure III.10 : effet la triaxialité sur le comportement en fluage du PEHD

Figure III.11 : pente de la partie élastique des courbes contrainte –déformation des différents essais de compression

Figure III.12 : courbe de fluage présentant les deux stades du fluage sous contrainte constante sur une éprouvette à entaille de 2mm en PEHD

Figure III.13 : courbes de fluage des éprouvettes a / type 1, b/type 2 , d/ type 4 sous une charge de 5kN

Figure III.14 : courbes de fluage des éprouvettes c/ type 3, d/ type4 sous une charge de 10kN

Figure III.15: illustration courbe de fluage des éprouvettes b/ type 2, c/ type3 sous une charge de 12Kn

Figure III.16 : effet la triaxialité sur le comportement en fluage du PEHD

Figure III.17 : effet la triaxialité sur le comportement en fluage du PEHD

Figure III.18 : effet la triaxialité sur le comportement en fluage du PEHD

Figure III.19 : Influence de la contrainte sur le comportement en fluage du PEHD

Figure III.20 : courbe de relaxation d'éprouvette en PEHD

Figure III.21 : résultat de relaxation comparatif à différentes déformation imposées éprouvette à rayon d'entaille 2mm

Figure III.22 : résultat de relaxation comparatif à différentes déformation imposées éprouvette à rayon d'entaille 4mm

Figure III.23 : résultat de relaxation comparatif à différentes déformation imposées éprouvette à rayon d'entaille 10mm

Liste des tableaux

Tableau I.1 : différentes formes de renfort

Tableau I.2 : désignation des matières de renfort

Tableau I.3 : principaux polyoléfine

Tableau I.4 : les différentes familles du polyéthylène et leurs caractéristiques majeurs

Tableau I.5 : évolution des principales propriétés du PEhd en fonction des paramètres structuraux

Tableau I.6 : propriétés caractéristiques des divers types de PEHD pour différents types d'applications

Tableau I.7 : perméabilité du PEHD

Tableau I.8 : propriétés électrique du PEHD

Tableau II.1 : dimensions des différentes éprouvettes

Tableau III.1 : caractéristique du PEhd étudié

Tableau III.2 : dimension des éprouvettes

Tableau III.3 : les différents paramètres de l'essai de fluage

Tableau III.4 : les différents paramètres de l'essai de relaxation

Tableau IV.1 : valeurs du module de Young

Tableau IV.2 : valeurs de la limite élastique

Tableau IV.3 : caractéristiques mécaniques des différentes éprouvettes

Tableau IV.4 : correspondance en valeurs de T , σ_m , σ_{eq}

Tableau IV.5 : valeurs de module d'Young et limite élastique obtenus en compression

Tableau IV.6 : condition sur la déformation imposée pour chaque essai de relaxation

Liste des symboles

T_g : température de transition vitreuse

T_f : température de fusion

τ_T : Le temps pour parvenir à l'équilibre thermique

L : épaisseur

D : diffusivité

x_c : Taux de cristallite

ρ_a : Fraction volumique amorphe

ρ_c : Fraction volumique cristalline

ρ : Fraction volumique total

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

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

σ : la contrainte dans l'éprouvette

b : épaisseur de l'éprouvette

h : hauteur de l'éprouvette

L : distance entre appuis

ν : Coefficient de poisson

ε : déformation longitudinale

ε_n : Déformation dans la direction normale

A : est la section droite de l'éprouvette

I : le plus petit moment de giration de la section A

λ : Le rapport d'effilement

$\bar{\sigma}_{c\max}$: contrainte de compression max

F_{\max} : charge maximale de compression

$\bar{\sigma}_R$: contrainte à la rupture

ε_R : déformation à la rupture

F_R : force à la rupture (force à la limite de linéarité)

Y_R : flèche correspondant à la force à la rupture

D : distance entre appuis

b : largeur de l'éprouvette

h : épaisseur de l'éprouvette.

E_f : module de Young en flexion

β : Constante du matériau

ϵ_0 : Déformation élastique

m : constante $0 < m < 1$

ΔH : l'énergie d'activation du mécanisme contrôlant la vitesse de déformation.

ϵ_t : déformation totale

ϵ_e : déformation élastique

ϵ_p : déformation plastique

$\dot{\epsilon}_t$: la vitesse de déformation totale

$\dot{\epsilon}_e$: la vitesse de déformation élastique

$\dot{\epsilon}_p$: la vitesse de déformation plastique

s_0 : Section initial

Δl : Allongement

l : longueur initiale

V : vitesse de déplacement de la traverse

σ_{nom} : Contrainte nominale

σ_{vrai} : Contrainte vrai

F_B : Constante de Bridgman

d : Diamètre en fond d'entaille des éprouvettes

D_0 : diamètre minimal de l'éprouvette

R_{c0} : rayon en fond d'entaille de l'éprouvette

r : rayon de l'entaille

T : triaxialité

σ_m : contrainte moyenne

σ_{eq} : contrainte équivalente

α : coefficient de fluage

J : la complaisance au fluage

t : temps de l'essai

σ_e : contrainte d'élasticité

Introduction Générale

Le polyéthylène occupe une position très dominante dans la vie quotidienne et son utilisation, et touche pratiquement tous les domaines sans exception et principalement dans les canalisations d'adduction d'eau potable et de gaz. La connaissance de diverses propriétés de ce matériau est indispensable dans la mesure où sa consommation mondiale connaît une forte augmentation. En effet, ceci est devenu une préoccupation des scientifiques ces dernières années.

Dans ce travail, le comportement du polyéthylène à haute densité sera étudié. Des résultats de quatre types de chargements effectués : compression, traction uniaxiales, fluage et relaxation seront présentés à la température ambiante. Les éprouvettes utilisées pour cette étude ont été relevées des tubes de PEHD.

Les essais de traction, fluage et relaxation ont été effectués sur quatre types d'éprouvettes axisymétriques avec différents rayons d'entaille pour étudier l'effet de la triaxialité sur le comportement et pour voir la sensibilité des caractéristiques mécaniques à la triaxialité de contrainte. Les essais de compression ont été réalisés respectivement sur des éprouvettes cylindriques.

Un intérêt particulier sera porté sur la limite élastique, le module d'élasticité pour chaque type d'essai et sa sensibilité au rayon de l'entaille sur la base des résultats obtenus. Nous tenons à souligner, que les machines disponibles dans nos laboratoires ne sont pas équipées par des systèmes qui permettent le bon déroulement des essais et parfois le matériel est inexistant.

Ce présent travail est constitué de trois chapitres : Le premier chapitre porte sur les généralités sur les polymères. Dans ce chapitre on s'est intéressé à la composition chimique, aux procédés d'obtention, divers propriétés, le matériau à étudier, technique de mise œuvre et les domaines de son utilisation. Le deuxième est consacré à la description de quelques techniques de caractérisation des polymères, à savoir les essais que nous allons entreprendre.

Dans le troisième chapitre, nous allons aborder la méthodologie expérimentale et tenter de retranscrire les résultats expérimentaux obtenus à partir d'essais de traction/compression et de fluage/relaxation réalisées sur des éprouvettes axisymétriques. Une analyse de l'influence de la triaxialité, la contrainte et la déformation sera faite. Une des originalités de cette étude sera la réalisation d'essais de fluage sur éprouvettes entaillées, avec différents rayons en fond d'entaille, afin de constituer d'une part une base de données relative à la rupture et d'autre part d'étudier la sensibilité du temps à rupture vis-à-vis de l'état de triaxialité dans l'éprouvette.

En fin, nous terminons ce travail par une conclusion générale dans laquelle nous ferons allusion à quelques perspectives.

I. Introduction aux matières plastiques :

Les évolutions technologiques et économiques de ces dernières décennies ont données naissance à un besoin de plus en plus exigeants en termes de sécurité, confort, ergonomie et fonctionnalité. Ces exigences imposent le développement et l'amélioration de nouveaux concepts.

La tendance se dirige actuellement vers l'allègement des matériaux tout en optimisant les caractéristiques mécaniques et la durabilité. Dans se contexte les matières plastiques se présentent comme le candidat idéal, en effet inventés au XXIème siècle elles ont remplacé les matériaux traditionnels comme le bois ou le métal. Les recherches menées pour améliorer et diversifier leurs propriétés les destinent à de nombreuses utilisations. Les matières plastiques sont légères, hygiéniques, durables et faites sur mesure. C'est grâce à toutes leurs qualités qu'elles sont devenues irremplaçables et omniprésentes dans les objets notre vie quotidienne.

Dans ce chapitre, nous présenterons quelques généralités sur les polymères (définition, représentation, propriétés, différents types...etc.) puis nous aborderons le matériau de l'étude en place par quelques flache sur l'origine, Les principales qualités, les différentes mise en forme et les propriétés enfin nous essayerons de résumer les différentes essais et moyens de caractérisation des polymères(traction, compression, fluage, relaxation...etc.)

II. Historique :

Les plastiques de synthèse sont apparus, en 1865, avec le Celluloïd. Leur structure fut précisée vers 1920, et leur véritable développement commença vers 1930. Leur production, depuis 1980, dépasse en volume celle des métaux. La variété des polymères synthétiques, et le nombre impressionnant des matériaux polymères utilisés couramment de nos jours ont été préparés et découverts pour la 1^{er} fois par STANDINGER en 1920 ces travaux n'ont pas tardés à être repéré par la firme anglaise ICI en 1933 se qui a permis de mettre au jour le polyéthylène. Peu de temps après 1937 la firme DUPONT découvraient les polyamides. Après la 2eme guère mondiale et après de nombreuses investigations et recherches menées dans les laboratoires académiques et industrielles, les polymères avaient prouvées leurs capacités à substituer aux nombreux matériaux traditionnels de part les caractéristiques supérieures qu'ils présentent. De quelques noms de chercheurs retenus et quand peut citer en trouvera :

1933 : E.FAWCETT et R .GIBSON réalisant la polymérisation radicalaire de l'éthylène sous haut pressions

1938 : W.CAROTHERS et ALL préparent les premiers polyamide synthétiques (nylons) .

1942 : P.FLORY et M.HUGGINS proposent une théorie des solutions macromoléculaires

1953 : K.ZIEGLER découverte de la polymérisation de polyéthylène sous base pression.

1974 : développement des polyamides par la firme DUPONT.

Aujourd'hui, les plastiques sont présents dans tous les domaines de l'activité humaine, depuis l'emballage jusqu'à la fusée interplanétaire; aussi pouvons-nous désormais nous considérer comme entrés dans l'«âge des plastiques». Cette primauté des plastiques sur les autres matériaux est due, en dehors de leur faible prix, au fait qu'il n'y a pas une seule forme de plastique mais une multitude, avec pour chacune des propriétés particulières. De plus, les procédés de fabrication, qui permettent d'obtenir aisément et sans usinage les formes les plus complexes, sont variés. Ce succès est aussi la consécration des efforts scientifiques et technologiques que les chimistes ont accomplis pour découvrir et analyser de nouvelles structures de molécules. Ils ont pu ainsi créer de multiples monomères et, en collaboration avec les physiciens et les mécaniciens, les fabriquer à très grande échelle en leur assurant une

pureté extrême, inventer des procédés catalytiques de polymérisation et, enfin, mettre au point des machines entièrement nouvelles.

III. Définition des matières plastiques :

Une matière plastique est un mélange contenant une matière de base qui est susceptible d'être moulé ou qui a été moulé [1]. La matière de base est en générale un mélange de macromolécules ou hauts polymères organiques ou semi organique à caractère résineux, résultant le plus souvent d'une réaction naturelle ou artificielle de polycondensation ou polymérisation. Le mot « plastique » dérive du latin **plasticus**, lui-même issu du grec ancien **plastikós**, « relatif au modelage »), dérivé du verbe **plássein**, « mouler, former » dont dérive aussi plasma [2]. Les matières plastiques couvrent une gamme très étendue de matériaux polymères synthétiques ou artificiels. On peut observer aujourd'hui sur un même matériau des propriétés qui n'avaient jamais auparavant été réunies, par exemple la transparence et la résistance aux chocs. Les polymères ou matière plastique sont des matériaux macromoléculaires d'origine organique ou semi-organique constitués de longues chaînes d'atomes [3]. La présence de liaisons plus ou moins fortes entre ces atomes confère au polymère des propriétés physico-chimiques particulières (élasticité, résistance à la chaleur, finesse...etc.). Les macromolécules qui constituent les polymères sont obtenues par adjonction de petites molécules appelées monomères. Lors d'une réaction de polymérisation, les monomères forment en général de longues chaînes qui peuvent se replier sur elles mêmes et/ou s'enchevêtrer avec les macromolécules voisines. (**Figure I.1**)

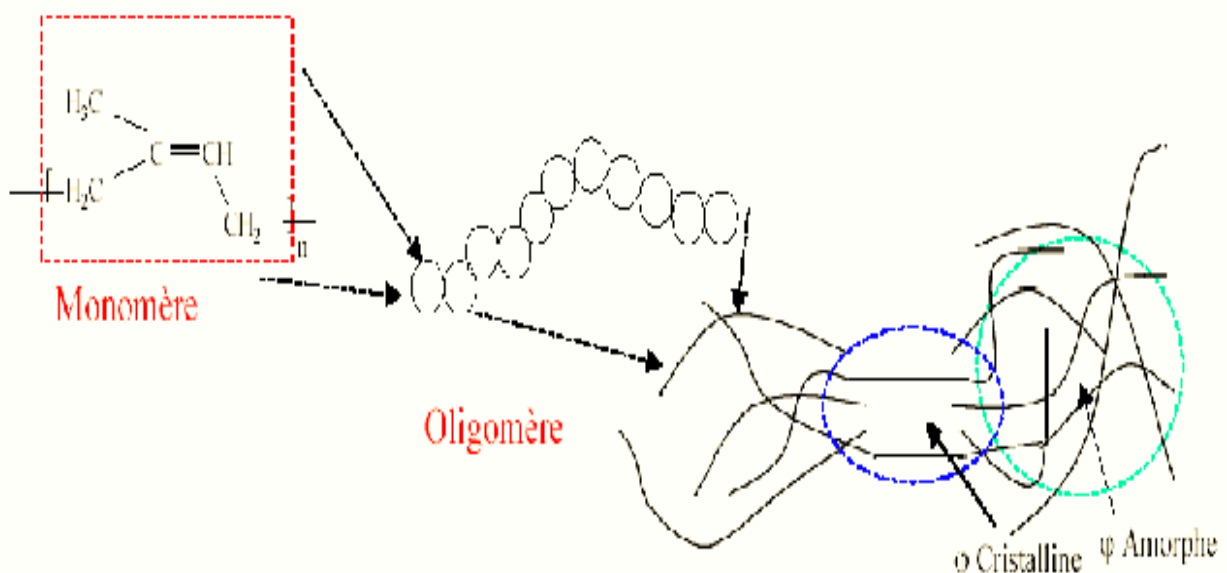


Figure I.1 : Schéma représentatif d'un polymère

VI. Représentation et obtention des polymères :

Toute substance chimique est constituée de molécule, réunion d'atomes liés entre eux par des liaisons très forte. Les molécules des substances comportent toutes des atomes de carbone, d'hydrogène, d'oxygène, d'azote, de soufre, ...etc. La caractéristique des molécules polymère est d'être constituée d'enchainements de groupe identique d'atomes désignés par un symbole **A**. [4]

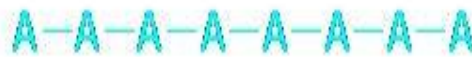


Figure I.2 : représentation d'un polymère linéaire

Quel que soit le niveau de structure auquel on s'adresse, on peut avoir à sa disposition une représentation adaptée. Pour figurer le simple état macromoléculaire, une ligne continue, telle que celle présentée sur la figure I.2 pour représenter un polymère linéaire, est suffisante pour des architectures plus complexes. Lorsque la structure moléculaire est concernée la chaîne est symbolisée par l'unité de monomère mise entre parenthèses et affectée de l'indice « n » lequel correspond au degré de polymérisation. [5]

Le terme polymérisation désigne l'ensemble des procédés de formation de chaînes à partir de molécules plus petites (monomères). Il existe deux types de polymérisation:

La polymérisation par étape ou polycondensation.

La polymérisation en chaîne ou polyaddition.

VI.1 La polycondensation [6] [11]

La polycondensation est une réaction chimique au cours de la quelle il y a libération d'une molécule d'eau, d'ammoniac ou de glycol, les monomères s'associent avec élimination simultanée d'atome ou de groupes d'atomes. Les polyamides, les polyesters et certains polyuréthane sont les exemples typique de polymères obtenus par polycondensation, dans ce cas les réactions qui démarrent la polymérisation, appelé réactions d'initiations, sont des types ionique par un choix judicieux de groupement ionique

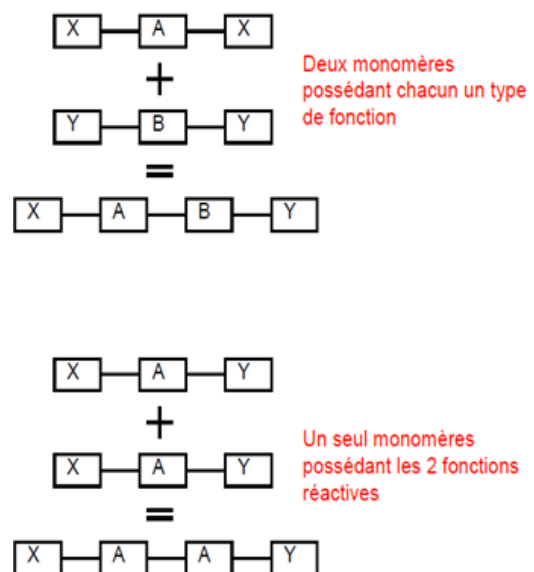


Figure I.3: principe de polycondensation

initiateurs, on peut dans certain cas obtenir une réaction stéréospécifique, c'est-à-dire que la

disposition des monomères dans les polymères n'est pas aléatoire mais au contraire c'est la seule façon d'obtenir des polymères semi-cristallins aux propriétés mécaniques particulières, et qui ont par exemple donné lieu à des applications dans le domaine des élastomères de synthèse.

Historiquement on parle de condensation car on assiste dans certains cas à la libération de molécules dans l'ordre de chaque réaction. De manière générale il s'agit alors de polycondensation avec élimination : la composition stœchiométrique est modifiée. On notera pour qu'il y ait formation de polycondensation, il faut nécessairement pour chaque molécule initiale posséder au moins deux fonctions réactives ; ces molécules sont dites fonctionnelles

VI.2 La polymérisation en chaîne (polyaddition) : [6] [11]

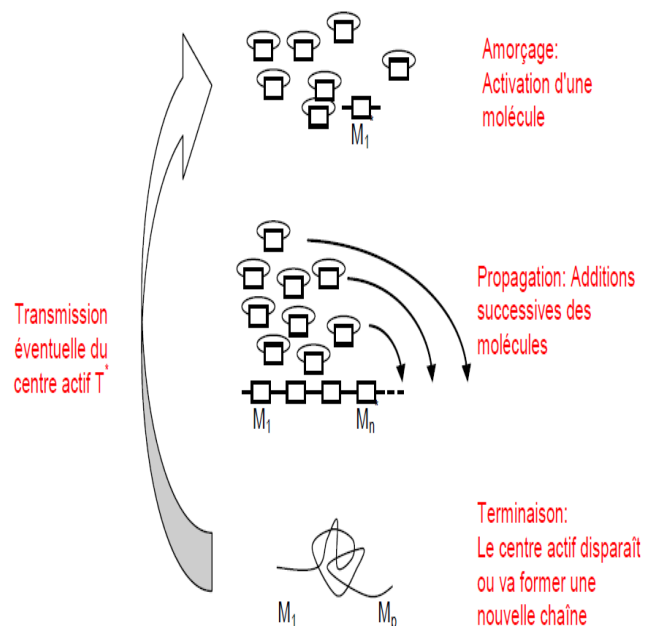
Dans la polymérisation en chaîne ; les monomères s'associent sans réaction d'élimination simultanée, la réaction par addition ne génère que des polymères de longueurs spécifiques sans aucun sous-produit, c'est le procédé le plus utilisé dans l'industrie : le polyéthylène (PE), le polypropylène (PP), les polyesters (PS), et les chlorures de polyvinyle (PVC) ; sont des polymères obtenus par polyaddition.

Comme toute réaction en chaîne, cette polymérisation comporte les étapes suivantes :

- ✓ L'amorçage (formation des centres actifs à partir des monomères)
- ✓ La propagation (croissance des chaînes de polymères par addition successive)
- ✓ La terminaison (destruction du centre actif et interruption de la croissance des chaînes).

La polymérisation peut être radicalaire, cationique ou anionique selon la nature de l'espace active. Dans les cas des

polymérisations radicalaires les plus courantes, l'amorçage s'effectue sous l'action de la chaleur, par irradiation ou par des



molécules spécifiques. Les espèces actives sont des radicaux libres. Le polymère ainsi obtenu est dit tactique : il a une structure totalement désorganisée ou amorphe.

V. Structure des polymères :

Le terme structure recouvre des sens bien différents quand il s'agit de parler des polymères ; il peut se rapporter à l'enchaînement des atomes, à celui des unités monomères ou à celui de la chaîne, il est donc nécessaire de se proposer une appellation sur la quel en portera notre étude « échelle supramoléculaires »

V.1 Structure amorphe :

Elle est considérée comme résultat de l'enchevêtrement d'une multitude de pelotes statiques [5] dans laquelle en décèle aucun ordre, cela confère au polymère une apparente homogénéité qui est responsable de la transparence à la lumière.

Cette absence de l'ordre donne au polymère une structure de liquide figé [12] dont les principales caractéristiques sont les suivantes :

- ✓ Pas de point de fusion T_f
- ✓ Existence d'un point de transition vitreuse T_g marquant le passage de l'état liquide/caoutchoutique à l'état vitreux
- ✓ Existence d'une mobilité résiduelle dans un intervalle plus au moins large au dessous de T_g

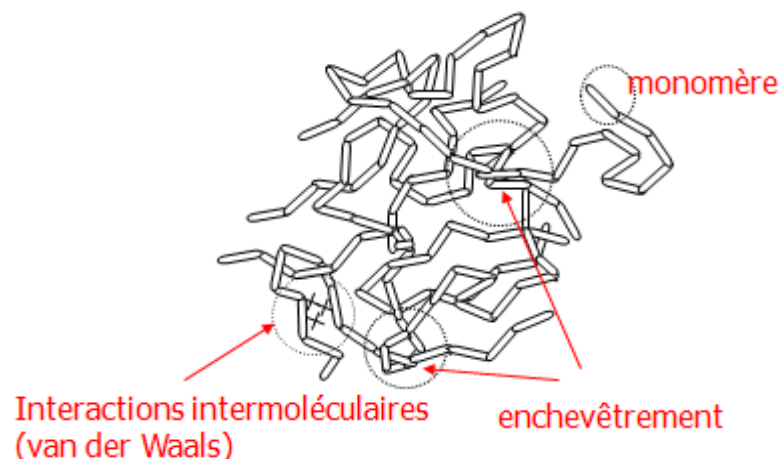


Figure I.5 : Schématisation d'une structure amorphe

V.2 Structure cristallisé :

L'état cristallin est caractérisé par l'existence d'un ordre à grand distance, les chaînes ayant adoptées une conformation régulières en zig-zag plan ou hélice s'empaquent de façon ordonnée et compacte. [12]

Les principales caractéristiques de cet état sont :

- ✓ Compacité supérieure à celle de l'état amorphe
- ✓ Existence du point de fusion T_f
- ✓ Rigidité supérieure à celle des amorphes

V.3 Structure semi cristallisé :

Il s'agit d'une structure intermédiaire entre l'amorphe et la cristallisé. La cristallinité de ce type de polymère résulte d'empilements réguliers des chaînes macromoléculaires, leurs extrémités étant différentes du reste du polymère, ces macromolécules ne peuvent être entièrement régulières, en conséquence l'ordre ne peut être total et il y a coexistence de la phase amorphe et cristalline. [13]

Cette microstructure a été décrite à l'aide du modèle dit 'micelles frangées' formant des cristallites dispersées dans une matrice de polymère amorphe, on peut noter que les cristallites sont résultat d'empaquetage des segments appartenant à plusieurs chaînes

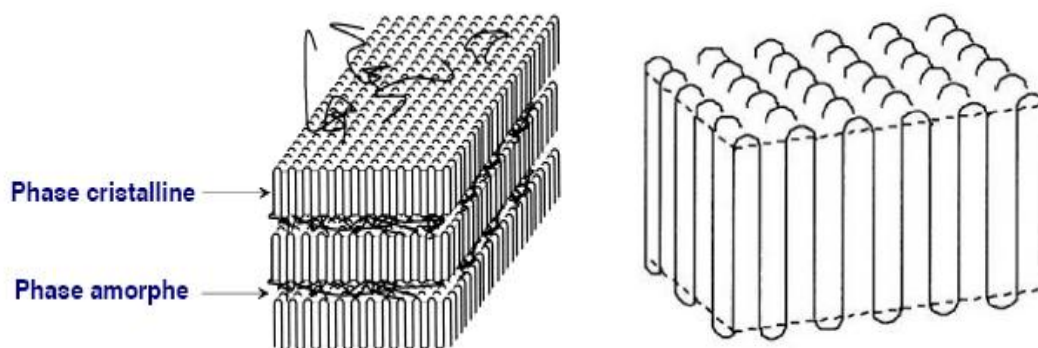


Figure I.6 : Morphologie semi cristalline du polyéthylène

IV. différents types de polymères :

Les matières plastiques peuvent être classées selon des critères chimiques liés à leurs propriétés et à leurs modes de mise en forme ou selon des critères économiques qui conditionnent leurs domaines d'emplois possibles : [5]

IV.1 Selon l'origine : on peut les classer en trois catégories

IV.1.1 Les plastiques naturels :

Les polymères sont présents dans la nature et ils sont issus de règnes végétal ou animal. Leur importance est considérable mais ils ne feront pas objet de notre étude, cependant on peut citer quelques exemples : la résine des arbres, la soie, les cheveux, le caoutchouc (bois qui pleure en langue tupi).

IV.1.2 Les plastiques artificiels :

Ils sont issus de la transformation chimique des polymères naturels de façon à transformer certaines de leurs propriétés. Exemple : la galalithe tirée du lait. Avec la galalithe on fabrique des stylos, des fume-cigarettes, des boutons ...aussi les esters cellulose on toujours leurs importances économique.

IV.1.3 Les plastiques synthétiques :

Ce sont des plastiques issues du génie de l'homme par des procédés chimiques sur matières premières pétrole et le gaz. Ce sont les plastiques les plus utilisés. Ils permettent d'obtenir des mousses, des colles, des vernis des peintures, mais aussi des produits de toutes formes comme des tuyaux, des pare-chocs de voitures...etc.

IV.2. selon leur domaine d'application :

Il est difficile de proposer une classification exhaustive tant la variété des propriétés a multiplié les applications des polymères, comme matériaux en particulier. Cependant, il est possible de regrouper les polymères en trois grands familles :

IV.2.1 les polymères a grande diffusion :

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.

IV.2.2 les polymères techniques :

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

IV.2.3 les polymères spéciaux :

Représente généralement une propriété spécifique qui induit leur utilisation pour une application particulière. C'est dans cette catégorie que se trouvent les polymères conducteurs, photo-actifs, thermostables, adhésifs,...etc.

IV.3 Selon la structure : ils peuvent encore se classé en trois catégories

IV.3.1 Homopolymères :

Un homopolymère est une chaîne constituée d'un seul type de motif monomère ou, par extension, un réseau constitué d'un seul type d'unité constitutive répétitive, celle des polymères linéaires pour les quels chaque chaîne macromoléculaire est constituée d'un nombre élevé mais fini d'unités monomères correspond à une polymérisation de monomères

bivalent. Une macromolécule linéaire peut être schématisée par un trait continu divisé en intervalles figurant chacun des monomères (fig I.5)

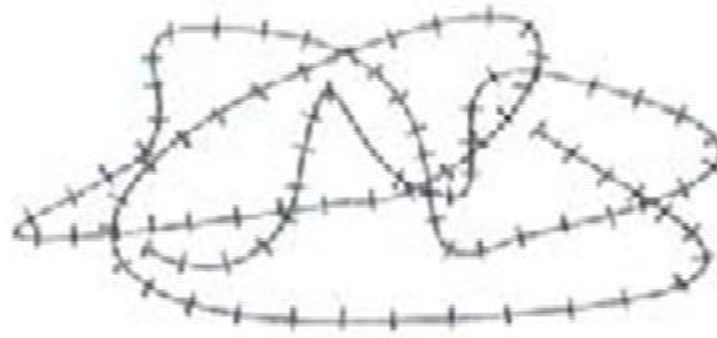


Figure I.7 : représentation de la chaîne d'un polymère linéaire

IV.3.2 structure bidimensionnel :

Certains peuvent être produits par la nature (carbone graphite, kératine,...) dans le domaine des polymères synthétique ce sont encore des curiosités de laboratoire. Ils se présentent sous forme de feuilles bidimensionnelles d'épaisseur comparable à celle des molécules simple.



Figure I.8 : représentation bidimensionnel d'un polymère 'carbone graphite'

IV.3.3 Copolymères :

Elle résulte de la polymérisation de monomères dont la valence moyenne est supérieure a deux ou encore de la réticulation par voix physique et chimique de polymères linéaires, leur dimension peut être considéré comme infinie. Si l'on associe plusieurs monomères (appelés ici comonomères) et si ces monomères sont suffisamment réactifs les uns avec les autres, on obtient des chaînes contenant les différents types de motifs monomères: il s'agit alors de copolymères. On voit que pour définir la structure d'un copolymère, on aura besoin de connaître:

- ✓ la concentration des comonomères,

- ✓ la distribution des longueurs de séquences des différents comonomères,
- ✓ Éventuellement l'architecture du copolymère (bi, tri, poly séquencé, etc....).

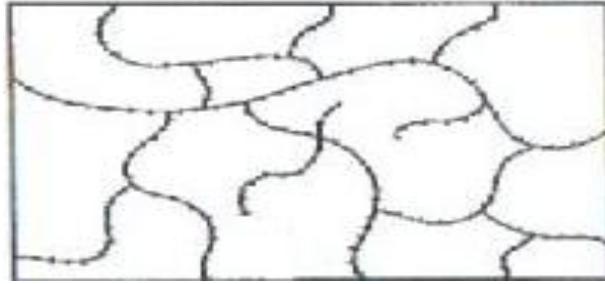


Figure I.9 : représentation d'un polymère tridimensionnel

IV.4 Selon la physico-chimique :

IV.4.1 Les thermoplastiques :

Ceux sont les matières plastiques qui se ramollissent à la chaleur. Ils peuvent, en théorie, être refondus et remis en œuvre un grand nombre de fois (thermoplasticité). Par chauffage successifs, on peut en modifier l'état et la viscosité. Exemples : polyéthylène, polypropylène, polystyrène, polychlorure de vinyle ... C'est de loin la famille la plus utilisée : ils représentent près de 90 % des applications des matières plastiques. Ils sont moins fragiles, plus faciles à fabriquer et permettent des formes plus complexes que les thermodurcissables. Ils existent sous forme rigide ou souple, compact ou en faible épaisseur, sous forme de feuille très mince (film ...), de revêtement, expansé ou allégé...

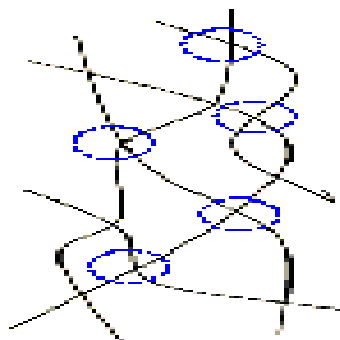


Figure I.10 : schéma représentatif d'un thermoplastique

IV.4.2 Les thermodurcissables :

Leur caractéristique principale réside dans le fait qu'ils ne se ramollissent pas et ne se déforment pas à la chaleur. Une fois créés, il n'est plus possible de remodeler les formes par chauffage. Exemples : Phénoliques, époxydes...etc. Au moment de la mise en œuvre, ils

ramollissent dans un premier temps, puis durcissent de manière irréversible sous l'action prolongée de la chaleur. On parle alors de cuisson ou réticulation.

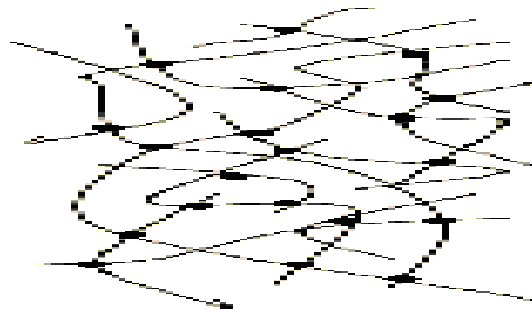


Figure I.11 : représentation schématique d'un thermodurcissable

IV.4.3 Les élastomères :

Les élastomères sont des matières réticulées d'une manière incomplète. Le degré de réticulation est faible à la différence des thermodurcissables. Ils sont obtenus à partir de polymères linéaires caractérisés par des liaisons extrêmement faibles. Ces polymères sont donc des liquides très visqueux. Pour être utilisés comme caoutchouc, des liaisons pontales (nœuds de réticulation) doivent être introduites entre les chaînes, conférant ainsi aux matériaux une structure tridimensionnelle qui assure la réversibilité de la déformation mécanique. Le pontage se fait par une réaction chimique appelée vulcanisation après la mise en forme du matériau.

On peut les considérer comme une famille supplémentaire de polymères qui se caractérisent par une très grande élasticité. Exemples : Silicones, caoutchouc naturel... Ils sont obtenus par synthèse chimique, comme les plastiques, et possèdent des propriétés comparables à celles du caoutchouc naturel. Le néoprène (1930) fut le premier caoutchouc de synthèse. Applications : pneumatiques, courroies, tapis, tuyaux, amortisseurs, joints d'étanchéité, revêtements divers, pièces mécaniques, chaussures...



Figure I.12 : schéma représentatif d'un élastomère

IIV. Formulation : [6] [11]

Après leurs synthèses les polymères ne sont jamais utilisés tels quels, on leurs ajoutent divers substances (adjuvants, renforts) qui modifient leurs comportement et propriétés physiques (par exemple plastifiants) ou chimiques (par exemple stabilisants) Quelque soit le type de l'apport on est amené à prendre en considération les critères suivants :

- ✓ performances propres
- ✓ compatibilité avec la mise en œuvre (thermostabilité)
- ✓ compatible avec l'usage (ex : non-toxicité)
- ✓ tenue à long terme

IIV.1 Les adjuvants :

IIV.1.1 Plastifiants :

Un plastifiant est un solvant lourd qui, incorporé aux polymères, détruit partiellement les interactions entre chaînes responsables de la cohésion mécanique, ils augmentent la souplesse en diminuant la rigidité et la température de transition vitreuse.

Pour qu'il y ait une bonne adéquation entre polymère et plastifiant, il faut que leurs paramètres de solubilité respective soient assez proches. On utilise un minimum de 10% de plastifiant en masse dans la composition, si non le matériau durcit.

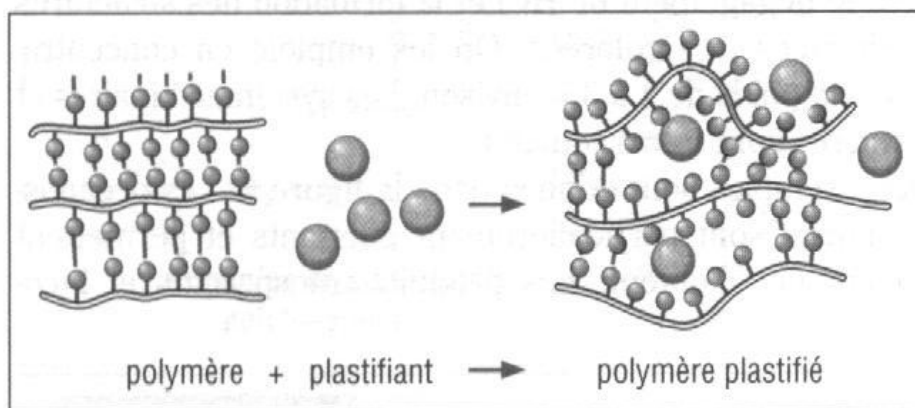


Figure I.13 : plastification d'un polymère

IIV.1.2 Stabilisants :

Les stabilisants sont destinés à retarder, ralentir ou inhiber les processus responsables de l'altération de la structure pendant la mise en œuvre des matériaux. On utilise fréquemment des systèmes de stabilisation (mélange de stabilisants). Les principaux types de stabilisants sont les suivants :

- **Antioxydant :**

Les anti-oxygènes sont utilisés dans la plupart des polymères hydrocarbonés, en

particulier PE, PP, caoutchoucs. Ils évitent la dégradation du polymère par l'oxygène, Ils sont utilisés en concentration généralement inférieure à 1% (sauf noir de carbone

▪ Stabilisants thermiques

Sous l'effet de la chaleur, le PVC libère de l'acide chlorhydrique HCl et devient très cassant. On utilise alors des pièges à HCl pour stopper la réaction, on se sert généralement de matériaux lourds (Pb, Pa, ...) ou d'huiles époxydes qui sont moins toxique. On les emploie en concentration en poids de 1 à 3% environ.

▪ Stabilisants U.V

Un photon U.V à une longueur d'onde comprise entre 0,28 et 0,40 microns, ce qui correspond à une énergie de 72 à 100 kcals par mole. Cette énergie est suffisante pour casser une liaison d'un carbone tertiaire. Afin d'éviter de fragiliser le polymère, on utilise de la phénylsalicilate dont les liaisons tertiaires sont faibles, et ce sont celles-là et non celles du polymère qui casseront.

IV.2 Les Renforts :

On désigne par renfort tout produit ni soluble ni miscible qui, mélangé à un polymère, permet d'améliorer une ou plusieurs propriétés ou caractéristiques (propriétés électriques, mécaniques, chimiques, coûts de production) du mélange final. Ces renforts sont classés suivant leur nature chimique (organique, minérale) et leur géométrie au travers de leur rapport de forme (quotient de la plus grande et de la plus petite dimension d'une particule).

Pour classer la situation on classe les renforts en quatre groupes.

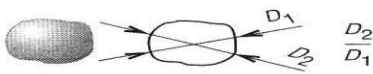

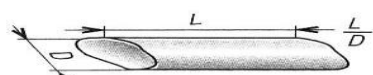

nature	géométrie	rapport de forme	exemples
granulaire ou sphérique		1	billes de verre, CaCO ₃ noir de carbone
lamellaire		10 30-40	talc mica
aciculaire (aiguilles)		10-20 10-100	wollastonite fibres courtes (L < 2 mm)
fibrillaires		100-infini	fibres longues (L ≥ 2 mm) verre, carbone, Kevlar

Tableau I.1 : différentes formes de renfort

Cette classification est guidée par les techniques de mise en œuvre du composite final. Les composites correspondant aux trois premiers groupes se mettent en œuvre par les techniques classiques utilisées pour les polymères (extrusion, injection, etc.) alors que les composites du quatrième groupe nécessitent des techniques spécifiques (compression, bobinage, projection, etc.). Ainsi, un polymère renforcé de fibres de longueur inférieure à 2 mm peut encore s'injecter

Dans la désignation normalisée d'une matière plastique, le type de renfort utilisé doit apparaître comme indiqué dans le tableau ci-dessous suivi de la teneur en masse.

Code	Matière	Code	Forme
A	Amiante	B	Billes, sphères, grain
B	Bore	C	Copeaux
C	Carbone	D	Poudre, mélange sec
E	Argile	F	Fibre
G	Verre	G	Moulu, broyé
K	Craie (CaCO ₃)	H	Trichite
L	Cellulose	K	Tricot
M	Minéral ¹ , Métal ¹	L	Couche
P	Mica	M	Mat (épais)
Q	Silice	N	Non tissé
R	Aramide	P	Papier
S	Synthétique ¹ , Organique	R	Stratifié
T	Talc	S	Paillettes
W	Bois	T	Mèches
Y	Non spécifiée	V	Placage
Z	Autres	W	Tissu
		X	Non spécifiée
		Y	Fils
		Z	Autres

Tableau I.2 : désignation des matières de renfort

IV.2 .1 Le polyamide aromatique:

Les fibres de polyamide aromatiques sont commercialisées par Dupont de Nemours sous la marque Kevlar. Les fibres peuvent être utilisées à 180° C et possèdent une excellente résistance en traction. Leur densité de 1,49 Kg /m³ permet aussi un gain de poids par rapport

aux autres renforts fibreux. Leur inconvénient reste leur allongement sous contrainte élevée et leur tenue en compression limitée. On rencontre le Kevlar comme renfort des polyesters, époxy, polyamides, phénoliques. Les bonnes propriétés en fatigue en font un renfort pour pièces sollicitées dynamiquement. Ainsi, le Kevlar servira de renfort dans les caoutchoucs (pneus, courroies) dans les plastiques (garnitures de freins, embrayage, coques de bateaux) mais servira aussi seul comme tissus et cordages

IIV.2.2 Le verre :

Le verre sous forme filée présente une excellente résistance mécanique ainsi qu'une remarquable inertie chimique, tenue thermique et isolation électrique

IIV.2.3 Le carbone :

Il est utilisé dans les polymères sous trois formes très différentes :

- ✓ les fibres de carbone
- ✓ le noir de carbone
- ✓ le graphite

▪ **Les fibres de carbone :**

Les remarquables propriétés de ces fibres font qu'elles trouvent leur application dans des pièces hautement sollicitées. La densité est de 1,75 à 1,95. Le module d'élasticité et la résistance en traction sont proches de ceux de l'acier pour une densité 4 fois inférieure ; c'est dire l'intérêt de ce renfort. Le fluage est réduit et les propriétés en fatigue excellentes. Les fibres sont conductrices, la conductibilité thermique est bonne. Les fibres de carbone s'utilisent :

- fibres broyées (longueur de 30µm à 3mm)
- fibres courtes (longueur 5 mm)
- fibres longues (de 5 à 20 mm)
- tissus pour le moulage
- tissage tridimensionnel

▪ **Le noir de carbone :**

Historiquement utilisés dans les caoutchoucs naturels pour apporter une résistance au vieillissement ultraviolet, les « noir carbone » sont aujourd'hui des stabilisants d'usage courant. Ils servent aussi de colorants et de charges conductrices dans la fabrication des plastiques conducteurs.

▪ **Le graphite :**

Pour des applications réclamant un bon frottement et une usure limitée (palier,

coussinet), on utilise le graphite comme renfort polymères possédant déjà de bonnes propriétés. On réalise ainsi des pièces autolubrifiantes.

IIV.2.4 Le carbonate de calcium :

Le carbonate de calcium (craie) est le plus utilisé dans l'industrie plastique. Il permet de réduire les coûts en réduisant le contenu en polymère par pièces. De forme granulaire, il permet aussi de réduire les retraits et le vieillissement UV. Par contre, la sensibilité à la rayure des pièces est accentuée.

IIV.2.5 Le talc :

De forme lamellaire, le talc représente un renfort très populaire dans les plastiques. Il permet de réduire les anisotropies dans le retrait, d'augmenter la résistance thermique, la rigidité et d'obtenir une coloration en blanc. Sa faible dureté n'entraîne pas d'usure sur l'outillage.

IIV.2.6 Le mica :

Les propriétés du mica en font aujourd'hui un agent de renfort très économique.

- structure lamellaire : renforcement bidirectionnel
- inertie chimique
- excellente isolation thermique
- grande rigidité mécanique
- propriétés anti-UV

IIV.2.7 La wollastonite :

De forme aciculaire, la wollastonite est un minéral dont l'utilisation se développe dans les polymères techniques. Elle permet d'accroître la résistance thermique et mécanique comme une fibre mais sans altérer l'homogénéité générale des propriétés des pièces (retraits, résistance).

IIV. Propriétés des polymères :

IIIV.1 propriétés mécaniques :

Les propriétés mécaniques des polymères dépendent de la position de la température expérimentale par rapport aux températures caractéristiques. En pratique, on peut ranger ces propriétés dans trois groupes :

- ✓ Propriétés aux faibles déformations aux concepts d'élasticité, rigidité, souplesse, amortissement, viscoélasticité.(constante d'élasticité, module de Young E, module de glissement G, coefficient de poisson ν ...etc.)

- ✓ Propriétés limites marquant les frontières du domaine d'utilisation normale (contrainte, allongement au seuil d'plasticité $\bar{\sigma}_y, \varepsilon_y, T_{dc}, T_{df}$)
 - ✓ Propriétés ultimes marquant la résistance ultime aux sollicitations mécaniques au-delà desquelles l'objet sollicité perd son intégrité. (contrainte et allongement à la rupture)
- [12]

Les propriétés mécaniques décrivent le comportement du matériau vis à vis des sollicitations mécaniques telles que pressions, étirements, torsions, frottements, chocs et effets de la pesanteur...etc dans toutes les circonstances, ce qui permet d'établir les équation d'état $f(\bar{\sigma}, \varepsilon, \dot{\varepsilon}, t, T)=0$.

III.2 Propriétés physiques :

Ces propriétés englobent des caractéristiques diverses: imperméabilité aux liquides et aux gaz, résistance chimique aux solvants, résistance aux rayons ultraviolets.

Elles sont une moyenne de celles des composants quand il s'agit de la masse volumique ou de la reprise d'humidité. Pour le reste ces matériaux sont souvent inhomogènes et il n'y a pas de règle d'addition pour prévoir les propriétés à partir de celles des composants. [4]

III.2.1 Propriétés thermiques :

Les polymères sont plutôt de mauvais conducteur thermique chose qui est liée à la faible rigidité. La conductivité thermique est de l'ordre de $0.17 \pm 0.04 \text{ J} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ pour la plus part des polymères industriels, la diffusivité thermique est de l'ordre de $(1 \pm 0.3) 10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$

Le temps pour parvenir à l'équilibre thermique est τ_T est de l'ordre de $\tau_T = L^2 / D$

Avec : L épaisseur

D diffusivité

Dans beaucoup de procédés de mise en œuvre les temps élémentaires sont plus courts que τ_T autrement dit l'équilibre thermique n'est jamais homogène. [12]

III.2.2 Propriétés optique :

✓ Coloration :

Les hauts polymères purs sont généralement incolores du fait de la présence de structure conjuguée dans le motif structural régulier ou résultant d'un début de dégradation thermique.

Une coloration en jaune ou brun apparait l'utilisation de colorants bleus ou d'azurants optique permettra d'absorber et d'annuler la coloration (jaunissement).

✓ **Transparence :**

C'est l'une des plus essentiels des propriétés optiques et elle est lié à la morphologie, l'existence de morphologie entraine l'existence de domaine ayant des indices de réfraction différents, donc réfractant et diffusant la lumière, l'intensité des rayons émergés diminue par rapport au trajet des rayons lumineux reçu. [12]

III.3 Propriétés chimique :

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 telles les actions des produits chimiques sur les matériaux solides et le comportement au feu qui est une attaque chimique à température élevée par l'aire.

On notera que la distinction entre mise en solution et attaque chimique est théoriquement claire ; une solution devant laisser intacte la structure chimique et les agents d'attaque chimique peuvent être des réactifs utilisés comme solvant. Ainsi les polyoléfines et les élastomères de dioléfines ne contiennent que du carbone et de l'hydrogène ne sont pas susceptible d'attaque chimique par les acides et les bases, les polyamides par la fonction amide sont sensible à l'hydrolyse par les alcalis et les amines, les acides fort **HCl** sont aussi à éviter. A la chaleur les thermoplastiques fondent, les thermodurcissable peuvent se décomposer sans fondre mais en émettant des vapeurs ou liquides inflammable. Les charges incombustibles peuvent rendre plus difficile la combustion moins il ya d'oxygène dans l'atmosphère mois la combustion est aisé.

Les polymères brûlent de façon incomplète en émettant des fumées grasses. [4]

III.4 Propriétés électriques :

Les polymères sont générale des isolants, la conductibilité en surface faible mais suffisante pour assurer un écoulement des charges électriques et elle est obtenue par des additif dit antistatiques, la permittivité relative dépend de la structure chimique les meilleurs produits pour les applications de support de circuits ont une permittivité de l'ordre de 2.5 et des pertes diélectrique de l'ordre de 10^{-4} . La résistivité peut varier en surface surtout avec la prise d'humidité il se situe en générale entre 10^{-13} et $10^{-16} \Omega cm$

I. Définition du polyéthylène : [4]

Les

polyéthylènes sont des matériaux thermoplastiques semi cristallin obtenue par la polymérisation de l'éthylène avec comonomères du type α -oléfine.

On appelle polyoléfine les matériaux résultant de la polymérisation d'oléfines c'est-à-dire de manières hydrocarbonés insaturés dont la formule est :



Ou R_1 et R_2 sont des groupements tell que : H , CH_3

Les principales polyoléfines industrielles sont présentes en tableau I.3

Toutes sont inertes chimiquement, d'où leur large emploi dans l'emballage alimentaire. Ce sont d'excellents isolants électriques, mais elles sont sensibles aux ultraviolets et facilement inflammables.

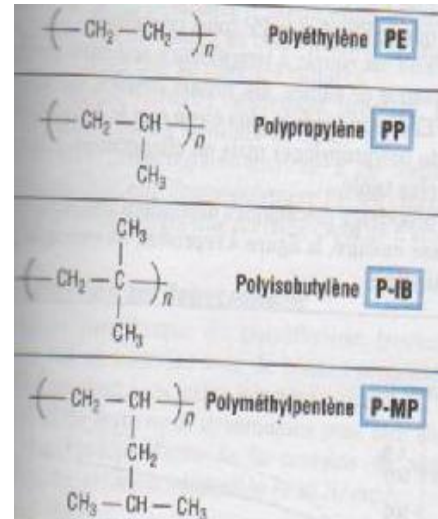


Tableau I.3 : principales polyoléfine

Les différents types de polyéthylènes se différencient les uns des autres par leur structure moléculaire qui résulte de leur mode de synthèse ainsi que par la présence optionnelle comonomère (tableau I.4).

Type de polyéthylène	Mode de Polymérisation ^a	Comonomère ^b	Masse volumique (g/cm ³)	Taux de Cristallinité (%)	Température de fusion (°C)	Module de Young E(MPa)
PETBDL	Complexes de coordination (m, ZN)	++++	0,855-0,91	4-41	30-100	10-150
PEBD	Radicalaire	0	0,915-0,935	41-58	95-117	120-350
PEBDL	Complexes de coordination (m, ZN)	+++	0,91-0,93	39-55	100-125	150- 350
PEMD	Complexes de coordination (G, ZN, m)	++	0,930-0,945	55-65	125-130	350-800
PEHD	Complexes de coordination (G, ZN, m)	0/+	0,945-0,97	65-80	130-138	800-1300
PE amorphe	0.855	0		3
Cristal de PE	1,003	100	145	2 8 x

Tableau I .4 : les différentes familles du polyéthylène et leurs caractéristiques majeurs

Le tableau I.4 prend ces différentes familles avec leurs caractéristiques majeures. Il donne aussi une fourchette de module de Yong .Tf...etc.

II. Famille du polyéthylène : [4]

II.1 PE très basse densité linéaire, PETBDL :

Ce sont des copolymères de l'éthylène avec α -oléfine relativement récents (1920-1995): essentiellement butène, hexamène, ou octamène et parfois propylène. Ils sont obtenus par synthèse en solution ou en lit fluidisé. Les polymérisations sont de type coordinatif comprenant les catalyseurs du type Ziegler-Natta «ZN» ainsi que les nouveaux catalyseurs à base de metallocènes. la structure des PETbdL est essentiellement linéaire avec de nombreuses branches courtes limitant fortement leur cristallisation. Ils ont donc un caractère élastomère.

II.2 PE basse densité haute pression :

Ces polyéthylène sont des polymères hétérogènes caractérisée par une large distribution de branches longues et courtes .ils sont fabriqués par amorçage radicalaire sous haute pression (120-345MPa) et T (150-300) ° C, leur masse volumique est entre (0,916-0,935g/cm³). Ils possèdent des propriétés particulières : résistance au froid, adhérence sur différents support.

II. 3 polyéthylène à basse densité linéaire PEBDL :

La structure de ces polyéthylènes est similaire a celle du PETBDL. Ils sont obtenu de la même mais en utilisent les concentrations plus basse de comonomère. Leur masse volumique est comprise entre 0.910-0.930g/cm³

II.4 polyéthylène haute /moyenne densité PEHD/ PEMD :

Ces polyéthylènes sont des homopolymères ou des copolymères formés avec peu de monomères. Selon le type de catalyseur utilisé pour leur obtention :

- Complexe de coordination du type ZN.
- Metallocènes.
- A base d'oxyde de chrome.

Ils contiennent ou non des branchements large.ils sont apparus en (1954-1960) pour ceux obtenus par catalyseur ZN. Leur masse volumique est entre (0.930-0.930 g/cm³) pour les PEHD.

II. 5 polyéthylène à très haut poids moléculaire PETHPM :

Ils sont formés avec peu voir pas de comonomere leurs masse est de l'ordre 10^6 g/mole leur masse volumique est supérieure a 0 .935 typiquement 0.94 g/cm^3

III. Polyéthylène a haute densité (PEHD) :

Le polyéthylène haut densité est un polymère thermoplastique de grande diffusion. Il fait partie de la famille des polyoléfines, au même titre que les polyéthylènes basse ou moyenne densité, et le propylène.

Les principales qualités du PE-HD 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.

VI. Historique :

Le polyéthylène haut 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.

V. Formule et procédé de polymérisation :

Le procédé d'obtention du PEHD est fondé sur un processus élémentaire de polyaddition (figure II.2).

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 Oil 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.[14]

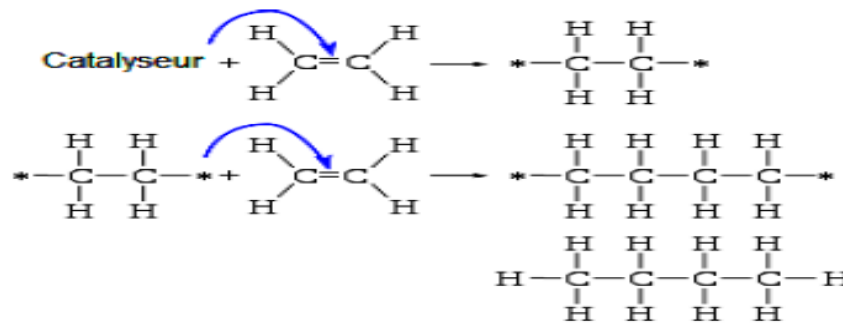


Figure I .14: polyaddition du PEHD

- ✓ **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 $100^\circ C$ et la pression est de quelques MPa. Le degré de copolymérisation dépend des proportions relatives d'éthylène et de comonomère dans le milieu réactionnel. La masse molaire est contrôlée par un agent de transfert qui est l'hydrogène.
- ✓ **Les récents procédés en phase gazeuse et à lit fluidisé :** basés sur des catalyseurs Phillips ou Ziegler, 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. [15]

IV. Méthode de contrôle : [15]

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

IV.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 (510 N/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 : [12]

$$x_c = \frac{\rho - \rho_a}{\rho_c - \rho_a} \quad (1)$$

IV .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 :

$$F_{RR} = \frac{MFR\ 190 \div 21,6}{MFR\ 190 \div 2,16} \quad (2)$$

IIV. Propriétés du PEHD : [15] [4] [12]

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

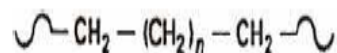
- ✓ de ses paramètres structuraux : cristallinité, masse volumique et distribution des masses molaires ;
- ✓ de la conception de la pièce ;
- ✓ des conditions de mise en œuvre ;
- ✓ de paramètres d'utilisation comme le type et la durée des contraintes, la température.

Les propriétés caractéristiques de divers PE-HD typiques de certaines applications sont rassemblées dans le tableau I.5

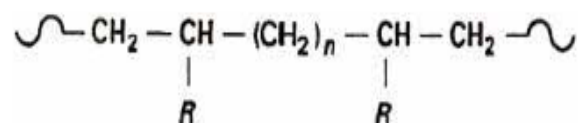
IIV.1 Paramètres structuraux

IIV.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 *comonomère* (propylène, butène-1, hexène-1, octène-1) produit un **copolymère** :



les **branchements** – R étant – $(\text{CH}_2)_n - \text{CH}_3$

Avec $n = 0 ; 1 ; 3 ; 5$ selon que le comonomère 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 comonomère incorporé. Il faut signaler que, même en l'absence de tout comonomère, le PE-HD 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 PE-HD est un polymère semi-cristallin. L'introduction de branchements courts dans la chaîne carbonée, favorisant l'encombrement stérique, abaisse la masse volumique du PE-HD et sa cristallinité.

Le PE-HD est d'autant plus cristallin que :

- ✓ **le nombre de branchements courts est plus faible** : en fonction du taux de comonomère incorporé, la masse volumique des polyéthylènes haute densité peut varier de 940 kg/m³ à plus de 965 kg/m³. 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 PE-HD 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). L'influence de la cristallinité sur les propriétés de PE-HD est résumée dans la première colonne du tableau I.5

IIV.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.

L'influence de la masse molaire sur les propriétés du PE-HD est résumée dans la deuxième colonne du tableau I.5.

Propriétés		Effet de l'augmentation de :		
		la cristallinité	la masse molaire	l'indice de polymolécularité
Propriétés physiques	Masse volumique	↗	↘	=
	Étirabilité à l'état fondu (1).....	=	↘	↘
	Retrait de moulage	↘	↗	↗ un peu
	Brillance.....	↗	↗	↘ un peu
Propriétés mécaniques	Rigidité.....	↗	↗ un peu	↘ un peu
	Dureté	↗	↗ un peu	=
	Résistance à l'abrasion.....	↗	↗	=
	Résistance en traction à la limite élastique	↗	↗	=
	Allongement à la rupture en traction.....	↘	=	=
	Résistance au choc	↘	↗	=
	Résistance au fluage.....	=	↗	=
Propriétés thermiques	Température de fusion	↗	=	↗
	Température de ramollissement	↗	=	↗
Propriétés chimiques	Résistance aux produits chimiques	↗	↘	=
	Perméabilité aux gaz	↘	↘ un peu	=
	Résistance à la fissuration sous contrainte	↘	↘	complexe
Facilité de mise en œuvre.....		=	↘	↗
↗ augmentation ↘ diminution = pas de variation				
(1) Par exemple, l'allongement de la paraison en cours d'extrusion-soufflage.				

Tableau I. 5 : évolution des principales propriétés du PEhd en fonction des paramètres structuraux

IIV.1.3 Distribution des masses molaires :

Le polyéthylène 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 polymolécularité (**I_w**) ou de polydispersité peut être définie comme le rapport de la masse molaire moyenne en poids à la masse molaire moyenne en nombre.

Son influence sur les propriétés du PE-HD est donnée dans la 3e colonne du tableau I.5.

Le rapport des indices de fluidité FRR (§ II.7.2) fournit également une indication sur l'indice **I_w**.

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 ;
- l'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 extrudés ont meilleur aspect ;
- l'étirement à l'état fondu est amélioré ; mais les tensions internes sont plus élevées.

IIV.2 Propriétés mécaniques

IIV.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.

IIV.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 (tableau I.6) est lié à sa température de transition vitreuse de l'ordre de -110°C .

IIV.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.

Caractéristiques	Méthodes (1)	Unités	Injection de casiers	Extrusion-soufflage de bouteilles à lait stérilisé	Extrusion-soufflage standard	Extrusion-soufflage de gros emballages	Extrusion-soufflage de réservoirs à carburants
Distribution des masses molaires	Étroite	Moyenne	Large	Large	Large
Propriétés physiques							
Masse volumique standard à 23 °C	ISO 1183	kg/m ³	964	952	954	955	946
Indice de fluidité sous 2,16 kg.....	} ISO 1133	g/10 min {	5,5	1,8	0,2	< 0,1
sous 5 kg			18	6,0	1,0	0,4	0,15
sous 21,6 Kg.....			10	4,5
Propriétés thermiques							
Point de ramollissement Vicat (1 kg)	ISO 306	°C	131	126	128	132	128
Température de fléchissement sous charge (méthode B ; 0,45 MPa).....	ISO 75-2	°C	95	80	77	72	
Température de fragilité.....	ISO 974	°C	- 100		< - 75	< - 75	< - 100
Propriétés en traction à 23 °C	ISO R/527						
éprouvette n° 2							
Contrainte à la limite élastique :							
— à 50 mm/min.....	MPa	27	27	28	25	24
— à 100 mm/min.....	MPa	28	28			
Contrainte à la rupture :							
— à 50 mm/min.....	MPa	31	14	17	38	40
— à 100 mm/min.....	MPa	17	15			
Allongement à la rupture :							
— à 50 mm/min.....	%	1 000	> 500	> 500	> 600	> 500
— à 100 mm/min.....	%	400	> 500			
Propriétés de choc							
Résilience Charpy, à 23 °C	ISO 179	kJ/m ²	4,0				
Résilience Izod (barreau entaillé) :	ISO 180/A						
— à 23 °C	kJ/m	10	8,7	19	54	-
— à - 40 °C (2).....	kJ/m	32
Divers							
Module d'élasticité en flexion.....	ISO 178	MPa	1 250				
Dureté Shore D, à 23 °C.....	NF ISO 868	67	65	63	63	63
Résistance à la fissuration sous contrainte (ESCR) (3)	ASTM D 1693-A	h	4	20	40	200	> 500

(1) Se reporter, dans ce traité, aux chapitres spécialisés de la rubrique Plastiques. Essais normalisés.
(2) Plaques moulées par compression de 4 mm d'épaisseur, vitesse de traction 1 mm/min.
(3) ESCR (Environmental Stress-Cracking Resistance) : temps au bout duquel 50 % des éprouvettes sont rompues.

Tableau I.6 : propriétés caractéristiques des divers types de PEHD pour différents types d'applications [15]

IV.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 haute densité est relativement modérée (tableau I.5). Elle augmente quand la masse molaire augmente et quand la cristallinité diminue.

IIV.2.5 Dureté :

Le polyéthylène haute densité a une dureté relativement faible. Elle varie relativement peu d'une résine à l'autre (tableau I.5) et augmente avec la cristallinité.

IIV.2.6 Résistance à l'abrasion :

La surface paraffinique du polyéthylène 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 les PE-HD de masse molaire très élevée.

IIV.3 Propriétés thermiques

IIV.3.1 Température de fusion :

La température de fusion (comprise entre 125 et 135° C) et l'enthalpie de fusion du polyéthylène 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 (NF T 51-223). 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.

IIV.3.2 Conductivité thermique :

La conductivité thermique du polyéthylène haute densité décroît à l'état solide de 0,47 W · m⁻¹ · K⁻¹ à 0 ° C à 0,35 W · m⁻¹ · K⁻¹ à 100° C. Elle est à peu près constante à l'état fondu, de l'ordre de 0,25 W · m⁻¹ · K⁻¹. Elle est plus élevée pour les homopolymères que pour les copolymères.

IIV.3.3 Coefficient de dilatation linéique

Il se situe entre 1,2 et 1,8 × 10⁻⁴ K⁻¹ à 23° C.

IIV.4 Propriétés chimiques :

IIV.4.1 Résistance aux produits chimiques :

Le polyéthylène 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 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 PE-HD 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...).

IIV.4.2 Vieillessement à la lumière :

Le polyéthylène 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 PE-HD.

IIV.4.3 Comportement au feu :

Le polyéthylène 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 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 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.

IIV.4.4 Perméabilité :

Le polyéthylène haute densité a une perméabilité relativement importante aux gaz tels que le dioxyde de carbone et l'oxygène, aux arômes et à certains liquides ; par contre, par son caractère hydrophobe, il a peu tendance à fixer l'eau et sa perméabilité à la vapeur d'eau est faible (tableau I.7).

Perméabilité	Norme	Unité	Valeur
à la vapeur d'eau	ASTM E 96-93 (1)	$g \cdot \mu m \cdot m^{-2} \cdot d^{-1}$	145
au dioxyde de carbone	ASTM D 1434-82 (2)	$cm^{-3} \cdot \mu m \cdot m^{-2} \cdot d^{-1} \cdot bar^{-1}$	190 000
à l'oxygène			53 000
(1) Procédure E : 38 °C, 90 % HR. (2) Procédure M : 20 °C, 0 % HR.	HR : humidité relative d : abréviation normalisée de jour		

Tableau I.7 : perméabilité du PEHD [15]

La grande perméabilité du PE-HD aux vapeurs de certains produits tels que les solvants aliphatiques, aromatiques et chlorés s'explique par la solubilité de ces produits dans le polyéthylène. Dans le domaine de l'emballage, quand un produit conditionné doit être protégé de l'oxydation, ou pour éviter la diffusion de certains de ses constituants et arômes, les techniques d'enduction ou de Co-extrusion du PE-HD avec des matériaux très imperméables peuvent être envisagées.

La perméabilité du polyéthylène haute densité diminue lorsque le taux de cristallinité augmente et quand la température diminue.

IIV.5 Propriétés électriques :

IIV.5.1 Propriétés générales :

Le polyéthylène haute densité présente d'excellentes propriétés électriques quelles que soient sa masse molaire et sa cristallinité. Ces propriétés, rassemblées dans le tableau I.8, en font un matériau de choix en isolation électrique.

Propriété	Normes (1)	Valeur
Résistivité transversale	CEI 93 NF C 26-215	$> 10^{16} \Omega \cdot \text{cm}$
Résistivité superficielle	CEI 93 NF C 26-215	$10^{14} \Omega$
Rigidité diélectrique	CEI 243 NF C 26-226	$\approx 150 \text{ kV/mm}$
Permittivité relative	CEI 250 NF C 26-230	2,3 - 2,5
Tangente de l'angle de perte à 10^6 Hz	CEI 250 NF C 26-230	$\approx 10^{-4}$
Indice de résistance au courant de cheminement .	CEI 112 NF C 26-220	CTI 600
(1) CEI : Commission Électrotechnique Internationale. Se reporter, dans ce traité, à l'article consacré aux essais électriques normalisés des plastiques.		

Tableau I.8 : propriétés électrique du PEHD

IIV.5.2 Électricité statique :

Le polyéthylène 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 haute densité est un thermoplastique et il en adopte les techniques de mise en œuvre, lesquelles sont largement décrites dans le présent traité.

IIIV. Mise en œuvre du PEHD :

IIIV.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 PE-HD, 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 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 oeuvre (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 haute densité. Ce marché est largement dominé par les polymères issus des procédés Ziegler.

IIIV.2 Extrusion-soufflage :

L'extrusion-soufflage représentait 45,6 % de la consommation de polyéthylène 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 des PE-HD utilisables est très étendue. Ce marché est largement dominé par les polymères issus d'un procédé Phillips.

IIIV.3 Extrusion en continu :

IIIV.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 refroidi. En utilisant 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

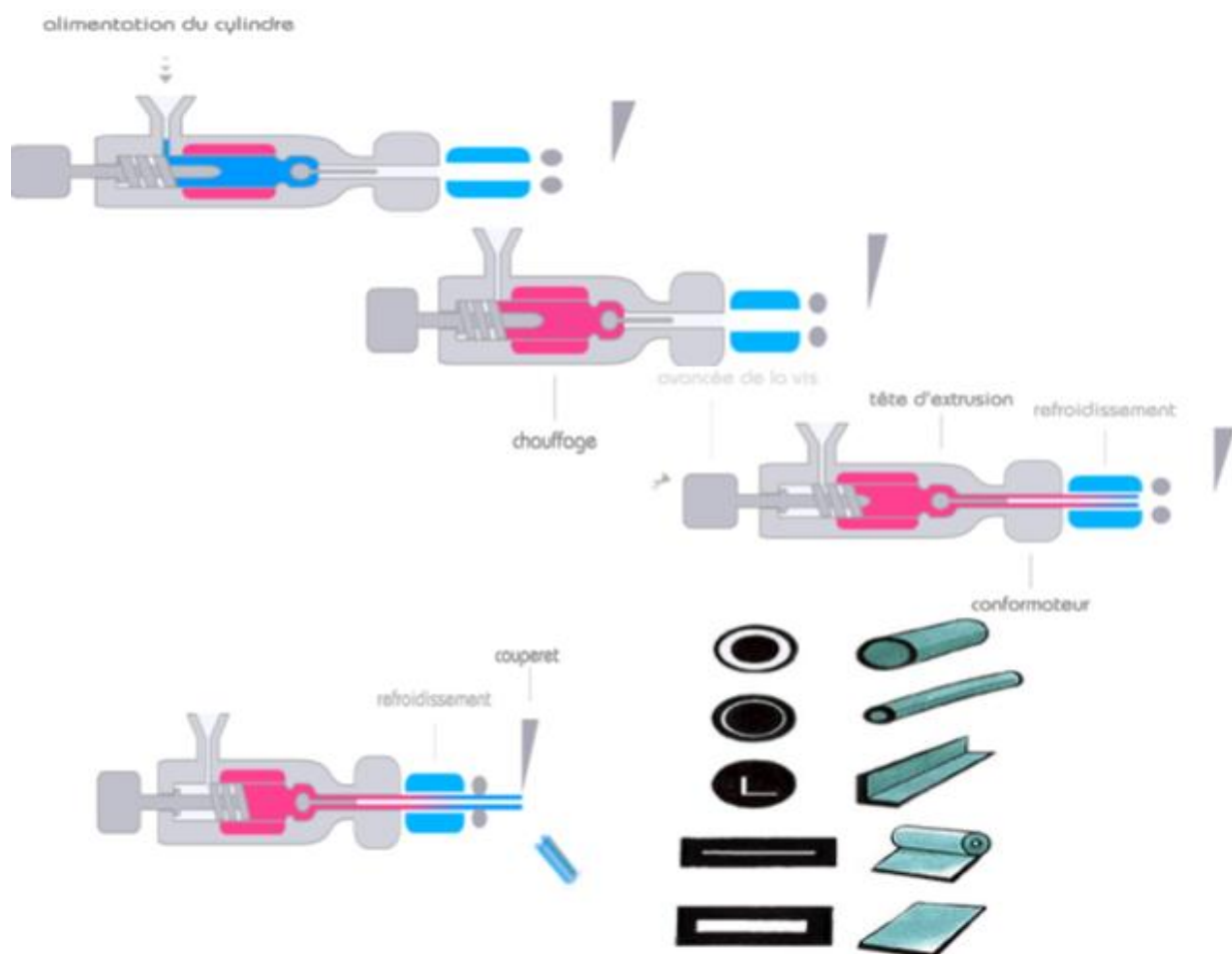


Figure 1.15 : Différentes phases de l'extrusion

Au fil des années, l'amélioration constante des propriétés des résines PE-HD 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)

Jusqu'alors fabriqués exclusivement en matériaux traditionnels.

III.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 rotomoulage 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.

III.5 Enduction :

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

I. Introduction :

La recherche des combinaisons "chimique" par l'agencement de monomères permet d'entrevoir les caractéristiques du matériau polymère ainsi fabriqué. Les méthodes de mise en œuvre notamment par le respect des courbes de transitions et des températures d'utilisations nous orientent vers des structures plus ou moins cristallines du matériau. Et enfin l'apport d'adjuvants tels que les plastifiants et de renforts nous permet d'accroître encore ces caractéristiques intrinsèque du matériau. [7]

Cependant, cette définition théorique des caractéristiques envisagées nécessite des méthodes d'essais permettant de quantifier ces paramètres, sur cela en trouvent

- ✓ Essai thermomécaniques à vitesse nulle
- ✓ Essai thermomécaniques à vitesse lente
- ✓ Essai thermomécaniques au choc
- ✓ Essai thermomécanique à long terme sous sollicitation constante
- ✓ Essai thermomécanique à long terme sous sollicitation répétées
- ✓ Essai physico-chimiques

II. Les essais thermomécaniques à vitesse nulle :

Les essais thermomécaniques permettent de juger des effets de la température sur le comportement mécanique du matériau. Nous verrons les essais suivants :

- ✓ Fléchissement sous charge
- ✓ Essai Vicat
- ✓ Essai de dureté

II.1 Fléchissement sous charge :

Dans cet essai une éprouvette de dimensions normalisée de section carrée repose horizontalement sur la tranche sur deux appuis simples, distants de 100 mm, il soumit en son milieu à une charge, On note la température pour laquelle l'éprouvette présente une flèche centrale de 0.32mm sous l'action d'une charge ponctuelle engendrant une contrainte maxi de 1,8 MPa (méthode A) ou 0,45 MPa (méthode B) et d'une élévation de température de 120°C/h.

La force à appliquer sur l'éprouvette se calcule donc par :

$$F = (2 \times \sigma \times b \times h^2) / (3 \times L)$$

Avec :

σ la contrainte dans l'éprouvette
(dépend de la méthode utilisée A ou B)

b : épaisseur de l'éprouvette

h : hauteur de l'éprouvette

L : distance entre appuis Cet essai permet notamment d'évaluer la température maximale d'utilisation du matériau et d'en délimiter son domaine d'utilisation.

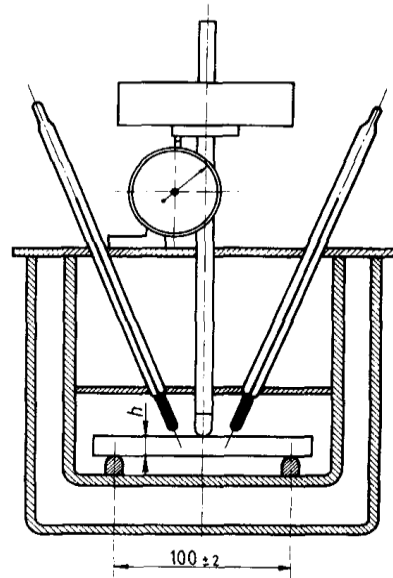


Figure II.1 : illustration de l'essai

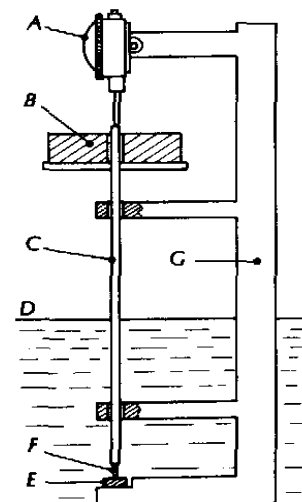
II.2 Essai Vicat : [5]

Cette mesure concerne uniquement les matières thermoplastiques, pour lesquelles on détermine la température à laquelle une tige métallique à extrémité circulaire de 1 mm² de section pénètre de 1 mm dans un échantillon de plusieurs millimètres d'épaisseur plongée dans un bain qui est sans effet physique sur le polymère testé, souvent une huile silicone. La tige chargée par une masse de 1Kg (vicat A) ou de 5 Kg (vicat B) s'appuie verticalement sur la plaque. La température du bain de huile est élevé

depuis l'ambiante.

La montée en température étant de 50 °C/h.

Il est préférable d'enregistrer les courbes de pénétration en fonction de la température pour permettre de donner plus d'information et plus de précision sur le comportement du polymère, ce qui est souhaitable pour les polymères cristallins qui ne présente pas un ramollissement aussi net que les polymères amorphes.



- A micromètre à cadran (ou capteur de déplacement électronique avec enregistreur)
- B masse cylindrique
- C ensemble tige et aiguille supportant le plateau porte-charge
- D niveau approximatif du liquide
- E éprouvette
- F aiguille
- G support fixe

Figure II.2 : illustration de l'essai Vicat

II.3 Essais de dureté : [7] [12]

II.3.1 Dureté Barcol :

La mesure est basée sur la pénétration dans l'échantillon d'un pénétrateur à pointe sur lequel est exercé un effort constant par l'intermédiaire d'un ressort. La dureté (ou graduation lue sur le cadran), est fonction de cet enfoncement. Cette méthode convient spécialement aux matières homogènes. Le petit diamètre de l'aiguille entraîne une grande dispersion de mesures pour des matériaux à structure granuleuse, fibreuse, ou grossière, et implique un grand nombre d'essais pour déterminer une moyenne.

II. 3.2 Dureté Shore :

Cette méthode est un essai essentiellement conçu dans un but de contrôle (NF T 51-109, ISO 868). Un essai consiste à appliquer, par l'intermédiaire d'un ressort étalonné, un effort tendant à enfoncer un pénétrateur de forme définie dans le matériau à essayer. La mesure sur le cadran se fait entre 100 et 0 (100 dureté maximale pénétration nulle, 0 pénétration maximale). Suivant la forme du pénétrateur, on définit des duretés Shore A ou D

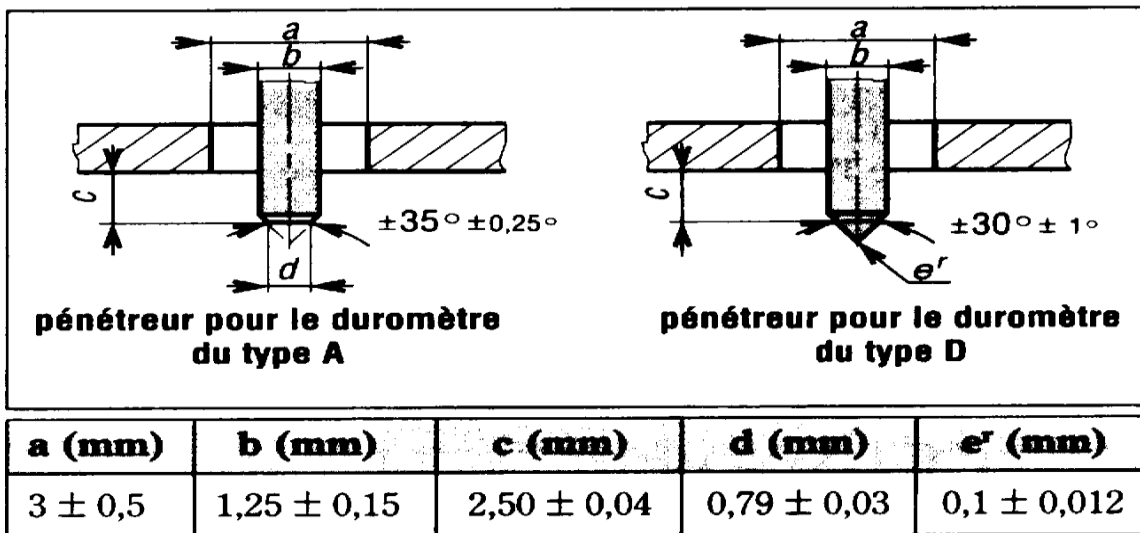


Figure II.3 : Représentation du pénétrateur de l'essai shore

III. Les essais thermomécaniques à vitesse lente :

III.1 Essais de traction :

III.1.1 Éprouvettes et systèmes d'encastrement : [8]

Une éprouvette de géométrie parfaitement définie est encastree à ses deux extrémités dans des mors ou des mâchoires. L'un de ces mors, fixe, est relié pour la mesure des efforts, à

un système dynamométrique par une rotule, de telle sorte que l'axe des efforts appliqués soit confondu avec celui de l'éprouvette ; l'autre mors, mobile, est relié à un système d'entraînement à vitesse de déplacement, ou plus rarement de charge, constante. Les mors (ou mâchoires) sont à serrage direct par vis (pneumatiques ou auto-serrant) ou à serrage sur empreinte. Leur choix dépend essentiellement de la forme de l'éprouvette et de la consistance de la matière. Les mâchoires pneumatiques ou auto-serrantes sont recommandées dans la mesure où elles permettent d'obtenir un serrage reproductible, indépendant de l'opérateur. On utilise en général des éprouvettes planes rectangulaires en forme d'haltère. Leurs géométrie et dimensions dépendent des normes et du matériau testé. Si l'on se réfère aux normes NF EN ISO 527, on utilisera préférentiellement (figure II.5 et tableau II.1)

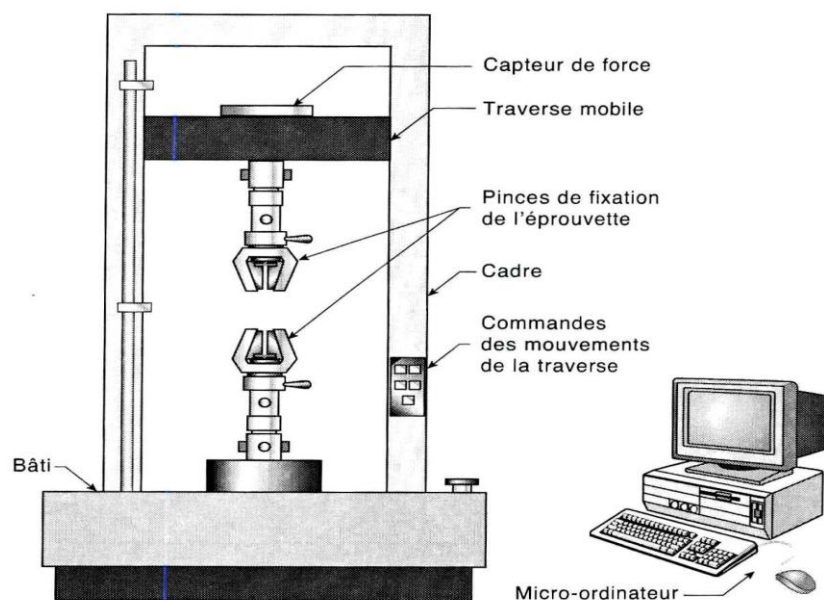


Figure II.4 : machine de traction

pour les plastiques moulés ou extrudés, des éprouvettes haltères de type 1A ou 1B, respectivement recommandées dans le cas d'éprouvettes moulées (à usages multiples) et usinées, selon la norme NF EN ISO 527-2. Des variantes sont également proposées avec des éprouvettes homothétiques de taille réduite, proportionnelles au type 1B dans des facteurs 2 (type 1BA) ou 5 (type 1BB) ou au type 5 (en fait identiques aux types 2 et 3 de l'ISO 37 relative aux élastomères thermoplastiques)

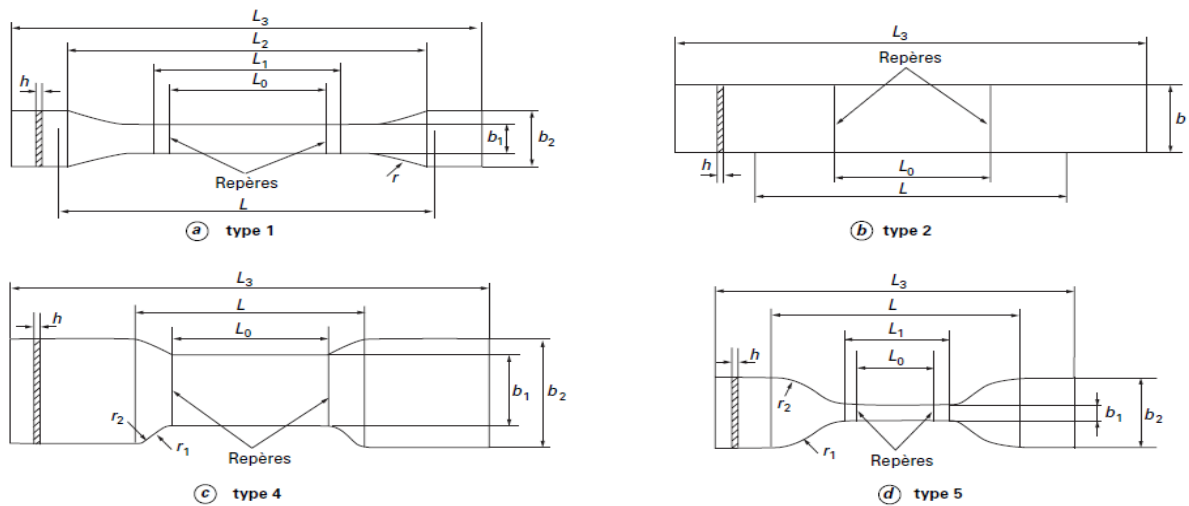


Figure II.5 : Géométrie des éprouvettes de traction selon la norme NF EN ISO 527

Type d'éprouvette		1 A	1 B	1 BA	1 BB	5 A	5 B	2	4	5
Longueur totale	L_3	≥ 150	≥ 150	≥ 75	≥ 30	≥ 75	≥ 30	≥ 150	152	≥ 115
Longueur partie calibrée	L_1	80 ± 2	$60 \pm 0,5$	$30 \pm 0,5$	$12 \pm 0,5$	25 ± 1	$12 \pm 0,5$			33 ± 2
Rayon	r	20 à 25	≥ 60	≥ 30	≥ 12					
Petit rayon	r_1					$8 \pm 0,5$	$3 \pm 0,1$		22	14 ± 1
Grand rayon	r_2					$12,5 \pm 1$	$3 \pm 0,1$		25,4	25 ± 2
Distance initiale entre mâchoires	L	115 ± 1	$L_2 \begin{smallmatrix} +5 \\ 0 \end{smallmatrix}$	$L_2 \begin{smallmatrix} +2 \\ 0 \end{smallmatrix}$	$L_2 \begin{smallmatrix} +1 \\ 0 \end{smallmatrix}$	50 ± 2	20 ± 2	100 ± 5	73,4	80 ± 5
Distance entre parties larges à faces parallèles	L_2	104 à 113	106 à 120	58 ± 2	23 ± 2					
Largeur aux extrémités	b_2	$20 \pm 0,2$	$20 \pm 0,2$	$10 \pm 0,5$	$4 \pm 0,2$	$12,5 \pm 0,1$	$6 \pm 0,5$	10 à 25	38	25 ± 1
Largeur partie étroite	b_1	$10 \pm 0,2$	$10 \pm 0,2$	$5 \pm 0,2$	$2 \pm 0,2$	$4 \pm 0,1$	$2 \pm 0,1$		$25,4 \pm 0,1$	$6 \pm 0,4$
Épaisseur recommandée	h	$4 \pm 0,2$	$4 \pm 0,2$ ou ≤ 1	≥ 2	≥ 2	≥ 2	≥ 1	≤ 1	≤ 1	≤ 1
Longueur de référence	L_0	$50 \pm 0,5$	$50 \pm 0,5$	$25 \pm 0,5$	$10 \pm 0,2$	$20 \pm 0,5$	$10 \pm 0,2$	$50 \pm 0,5$	$50 \pm 0,5$	$25 \pm 0,25$
Norme ISO		527-2	527-2 (537-3)	527-2	527-2	527-2	527-2	527-3	527-3	527-3
Recommandations particulières		Moulées usages multiples	Usinées (feuilles rigides)	Proportionnel type 1B 1:2	Proportionnel type 1B 1:5	Proportionnel type 5				Feuilles souples et/ou résistance élevée
		Recommandées		Petites éprouvettes			Recom-			
							mandées			

Tableau II.1 : dimensions des différentes éprouvettes

III.1.2 Obtention des éprouvettes :

L'éprouvette peut-être :

- ✓ usinée mais ce mode d'obtention peut laisser des traces d'outils préjudiciables à l'essai (amorces de ruptures)
- ✓ découpées dans une pièce après formage (profilé ... etc)

- ✓ moulée par injection (cas le plus fréquent). Cette méthode de préparation est plus proche de la réalité des pièces injectées mais donne des valeurs optimales. (du fait qu'on mesure les propriétés sur des matières orientées)

III.1.3 comportement des matériaux :

Les courbes de traction (force F - allongement Δl) fournies par la machine peuvent être transformées en courbes (contraintes $\bar{\sigma}$ - allongements relatifs ε) en se rapportant à la section initiale S_0 et à la longueur de référence L_0 de l'éprouvette avant essai. Il s'agira d'images de la loi de comportement conventionnelle du matériau, puisque l'on ne se rapporte pas à la section et à l'allongement réel à chaque instant. Dans la suite du texte on parlera toujours d'allongement en sous-entendant allongements relatifs. En pratique, on se contente le plus souvent de relever quelques éléments des courbes expérimentales (rupture, maximum de la courbe, tangente à l'origine).

Les courbes de traction peuvent être de quatre types (figure II.7) selon la nature du polymère considéré ou les paramètres d'essai (température, vitesse) [9].

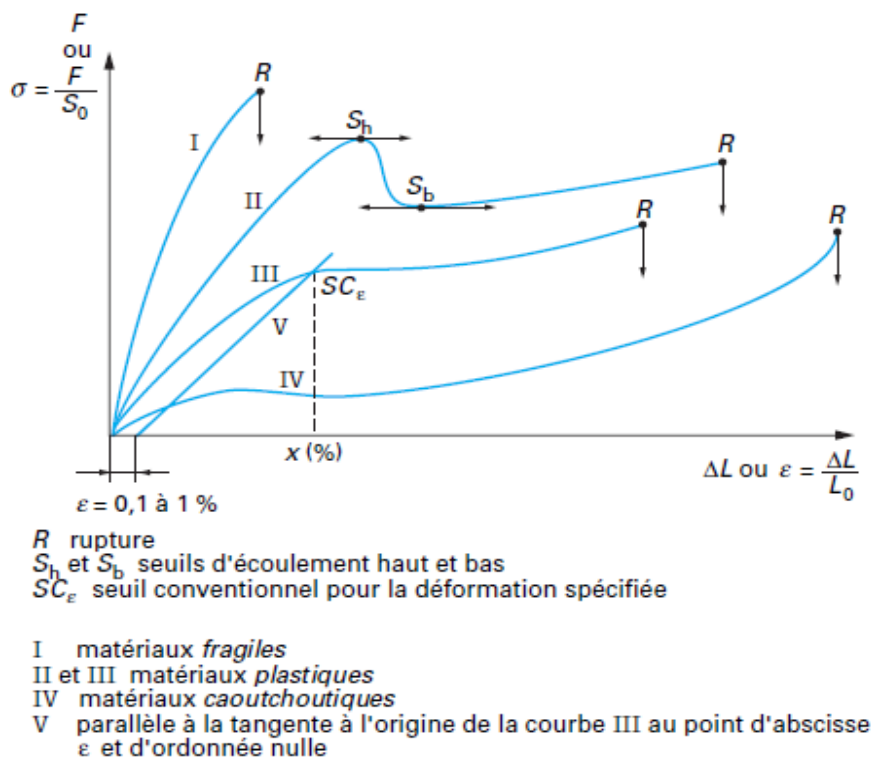


Figure II.7 : courbe traction type des plastiques

✓ **Courbes du type I (matériaux fragiles) :**

Ce type de courbe caractéristique du comportement fragile est toujours obtenu avec les matières thermodurcissables, les thermoplastiques ne présentant ce comportement qu'à basse température et (ou) à vitesse élevée de sollicitation. La contrainte et l'allongement à la rupture ainsi que le module d'Young sont alors calculés.

✓ **Courbes du type II (matériaux ductiles avec seuil d'écoulement) :**

Un grand nombre de matières thermoplastiques présentent ce type de loi de comportement au voisinage de la température ambiante : le maximum ou seuil d'écoulement haut (S_h) correspond à l'apparition du phénomène de striction. Une réduction de section pouvant aller jusqu'à 1/3 pour les matériaux semi-cristallins s'amorce et se propage ensuite, au seuil d'écoulement bas (S_b) à charge quasiment constante, jusque dans les têtes d'éprouvettes, avant d'atteindre la rupture pour des allongements pouvant atteindre 1 000 %. Cet étirage se traduit par une très forte orientation moléculaire. Le seuil d'écoulement est quelquefois baptisé à tort seuil de fluage ou limite élastique. La limite élastique, ou mieux, limite de linéarité, correspond au point de décollement de la tangente à l'origine et de la courbe de comportement. Les caractéristiques que l'on donne le plus souvent sont la contrainte au seuil d'écoulement haut et l'allongement à la rupture. La contrainte à la rupture n'a pas de signification physique compte tenu de la réduction de section. En revanche, il est regrettable que l'allongement au seuil d'écoulement haut figure encore peu dans les notices techniques ; il constitue l'allongement limite que peut supporter le matériau sans se dégrader et est donc une référence importante pour établir des courbes isométriques de durée de vie, utilisables dans la conception de structures. En outre cette caractéristique varie peu avec la vitesse de traction et la température ; elle est de l'ordre de 4 à 10 % pour la plupart des thermoplastiques. Les caractéristiques au seuil bas sont moins utilisées, bien qu'elles aient une importance pratique dans certains processus de mise en œuvre tels que l'étirage.

✓ **Courbes du type III (matériaux ductiles sans seuil d'écoulement) :**

Certains polymères cristallins présentent ce comportement plastique sans seuil très marqué, typique des polymères résilients. Outre les paramètres de rupture, est défini un seuil conventionnel S_{Ce} soit à l'intersection de la droite parallèle à la tangente à l'origine de la courbe III à partir d'une déformation spécifiée (0,1 à 1 %) d'après la norme ASTM D 638,

soit à l'intersection de la perpendiculaire à l'axe des abscisses pour une déformation prescrite (x %) d'après la norme NF EN ISO 527.

✓ **Courbes du type IV (matériaux caoutchoutiques) :**

Pour ce type de comportement caractéristique des élastomères et obtenu avec les polymères amorphes au-dessus de leur température de transition vitreuse, on détermine la contrainte et l'allongement à la rupture, et souvent un module sécant à 100 ou 200 % d'allongement (NF T 46-002).

III.1.4 Expression des résultats :

Quel

que soit le type de courbe, on peut calculer le module d'Young, qui correspond à la pente à l'origine de la courbe contrainte - allongement obtenue à faible vitesse (1 mm/min), ou plus précisément, à la pente de la droite passant par deux points de la loi de comportement correspondant à deux valeurs de déformation prescrites (0,25 % et 0,5 %) si l'on se réfère à la norme NF EN ISO 527 : cette nouvelle méthode permet une mesure plus précise et plus reproductible du module que celle, traditionnelle du module tangent initial. Un essai spécial doit être effectué pour la mesure de cette caractéristique qui nécessite en effet une forte amplification (supérieure à 100) de la courbe au voisinage de l'origine.

La notion de module sécant a longtemps été utilisée pour éviter les erreurs dues à une mauvaise définition de la tangente à l'origine ; elle correspond à la pente de la sécante passant par l'origine et un point de la courbe correspondant à une déformation conventionnelle (0,1 ou 1 % pour les plastiques rigides). Cette notion est toujours retenue par la norme ASTM D 638 mais a disparu de la norme NF EN ISO 527. La norme ASTM D 638 donne en outre quelques recommandations particulières pour s'affranchir d'un zéro mal défini de l'enregistrement. En ce qui concerne la signification physique du module en traction pour lequel l'influence du temps n'apparaît pas explicitement[10], on peut montrer que le module de traction ne dépend pas de la vitesse de traction (contrairement à ce qui est souvent présenté) et qu'il y a une corrélation entre le module de traction et le module complexe ou de fluage.

Une grandeur complémentaire qu'il est éventuellement possible de calculer est l'énergie de rupture ou énergie par unité de volume qu'il est nécessaire de fournir pour rompre l'éprouvette. Elle est définie par l'aire comprise entre la courbe et l'axe des allongements :

$$\int_0^{\varepsilon_R} \sigma d\varepsilon \quad \dots(3) \dots$$

où ε_R est l'allongement à la rupture.

Pour certains matériaux polymères, en général renforcés par des fibres, est également déterminé un rapport sans dimension, le coefficient de Poisson, défini comme étant le rapport négatif de la déformation en selon l'un des deux axes perpendiculaires à la direction de traction sur la déformation longitudinale ε dans la partie linéaire de la courbe de déformation longitudinale. Sachant que deux coefficients de Poisson peuvent être définis, il convient d'indiquer systématiquement la direction normale choisie (largeur ou épaisseur) :

$$\nu = -\frac{\varepsilon_n}{\varepsilon} \quad \dots(4)\dots$$

Avec : ε : déformation longitudinale,

ε_n Déformation dans la direction normale avec $n = b$ (largeur) ou $n = h$ (épaisseur).

La détermination d'un coefficient de Poisson impose l'utilisation de rosettes de déformation à 0/90° ou d'un extensomètre bidirectionnel.

D'autres notions peuvent aussi être introduites, en particulier :

- ✓ la contrainte réelle F/A ;
- ✓ la déformation réelle (vraie) :

$$\varepsilon_v = \int_{L_0}^L \frac{dL}{L} = \ln (L/L_0) \quad \dots(5)\dots$$

Avec : L_0 longueur de référence avant essai,

A et L section et longueur en cours d'essai, sous l'action d'un effort F .

le rapport d'étirage L/L_0 .

III.2 Essai de compression :

Des dispositifs inverseurs ou des plateaux peuvent être montés sur les machines de traction pour solliciter une éprouvette en compression, afin de déterminer des caractéristiques telles que module de compression, contraintes et déformations relatives aux points singuliers

(seuils d'écoulement, rupture) ou conventionnels, ces derniers étant définis de la même manière qu'en traction. [8]

Les éprouvettes doivent avoir la forme d'un prisme droit, d'un cylindre ou d'un tube. Leurs dimensions doivent être telles que leur déformation reste inférieure à la déformation critique de flambage, c'est-à-dire selon la norme NF EN ISO 604 respecté la condition suivante :

$$\varepsilon \leq 0.4 \left(\frac{x}{h}\right)^2 \quad \dots(6)\dots$$

Où : **h** est la hauteur de l'éprouvette, parallèle à l'axe de compression

x le diamètre (extérieur) du cylindre (ou du tube) ou l'épaisseur (plus petit côté de la section transversale) d'un prisme.

En général le rapport dimensionnel $\left(\frac{x}{h}\right) \geq 0.4$ est recommandé, correspondant à une déformation en compression maximale de 6 %. Pour la détermination du module de compression, un rapport de $\left(\frac{x}{h}\right) \geq 0.8$ est préférable. Les dimensions des éprouvettes recommandées sont de (10 ou 50) x 10 x 4 mm, la hauteur **h** étant fixée par la norme internationale à 10 mm pour la détermination de la résistance et à 50 mm pour la mesure du module. Des variantes sur petites éprouvettes (h = 6 ou 35 mm) sont également autorisées.

La norme ASTM D 695 continue quant à elle à imposer un rapport d'effilement λ de 11 à 16 pour une hauteur **h** moyenne de 25 à 50 mm. Le rapport d'effilement est donné par la relation:

$$\lambda = h \sqrt{A/L} \quad \dots(7)\dots$$

où : **A** : est la section droite de l'éprouvette

I : le plus petit moment de giration de la section A,

$\sqrt{A/L}$ Représentant quant à lui le plus petit rayon de giration.

L'utilisation d'un dispositif de support latéral est également recommandée dans le cas d'éprouvettes de faible épaisseur. La vitesse de compression, correspondant conventionnellement à la vitesse de rapprochement des plateaux de la machine fonctionnant à vide, doit être faible. La norme NF EN ISO 604 fixe par exemple, pour les éprouvettes

recommandées, une valeur de 0,02 h pour le mesurage de modules, exprimée en mm/min et où h est la hauteur de l'éprouvette en mm, 0,1 h pour la détermination des résistances des matériaux fragiles et 0,5 h pour celle des résistances des matériaux ductiles (c'est-à-dire avec seuils d'écoulement).

Pour la mesure des faibles déformations et le calcul du module d'Young, est utilisé un extensomètre. Une mesure du déplacement du plateau mobile nécessite une correction de déformation du dynamomètre compte tenu de la valeur importante de la rigidité des éprouvettes. Pour ce faire, la déformation du système est enregistrée en fonction de la charge en l'absence d'éprouvette. Pour les matériaux rigides, cette correction peut atteindre plusieurs dizaines de pour-cent.

Les détails opératoires sont donnés dans les normes NF EN ISO 604 et ASTM D 695. Des méthodes et dispositifs d'essai particuliers sont utilisés pour les plastiques renforcés de fibres [16], les produits alvéolaires (NF T 56-101, ISO 844, ASTM D 1621) et les élastomères thermoplastiques (ISO 7743).

La qualité des résultats obtenus dépend en partie du soin apporté dans la fabrication, la découpe et l'usinage des éprouvettes :

- ✓ les talons sont fixés sur l'éprouvette à $\pm 45^\circ$, toutefois si une rupture des talons se produit à fortes charges aux extrémités, un collage des talons à $0/90^\circ$ est autorisé ;
- ✓ les éprouvettes sont usinées aux extrémités de manière à garantir un bon parallélisme des faces entre elles, une bonne symétrie par rapport aux axes de symétrie de l'éprouvette et une bonne perpendicularité par rapport à l'axe longitudinal de l'éprouvette ;
- ✓ la qualité de découpe des éprouvettes doit être vérifiée visuellement (pas d'amorces, d'entailles, de marque...) et au moyen de micromètres et d'équerres (pas de torsion, paires de côtés parallèles et perpendiculaires).

L'enregistrement des lois de comportement permet de calculer la contrainte de compression $\bar{\sigma}_c$ max et le module de compression E_c :

$$\bar{\sigma}_{c \max} = \frac{F_{\max}}{b h} \quad \dots(8) \dots \quad \text{et} \quad E_c = \frac{\sigma'' - \sigma'}{\varepsilon'' - \varepsilon'} \quad \dots(9) \dots$$

Avec F_{\max} charge maximale, b largeur, h épaisseur,

σ' contrainte de compression pour un allongement $\epsilon' = 0,0025$, σ'' contrainte de compression pour un allongement $\epsilon'' = 0,0005$.

III.3 Essais de flexion :

L'essai de flexion est très souvent pratiqué pour mesurer des caractéristiques telles que le module d'Young et la résistance en flexion, la flèche maximale... Il nécessite des charges plus faibles que la traction et les mesures de flèches posent moins de problèmes que les mesures d'allongement. La déformation d'un barreau rectangulaire reposant sur deux appuis par l'intermédiaire d'un poinçon (ou panne) appliqué à égale distance des appuis et se déplaçant à vitesse constante, est la méthode la plus couramment rencontrée. Elle fait l'objet des normes NF EN ISO 178, ASTM D 790, D 5934 et D 5943 et s'appuie sur un matériel et un mode opératoire simples (figure II.8). [8]

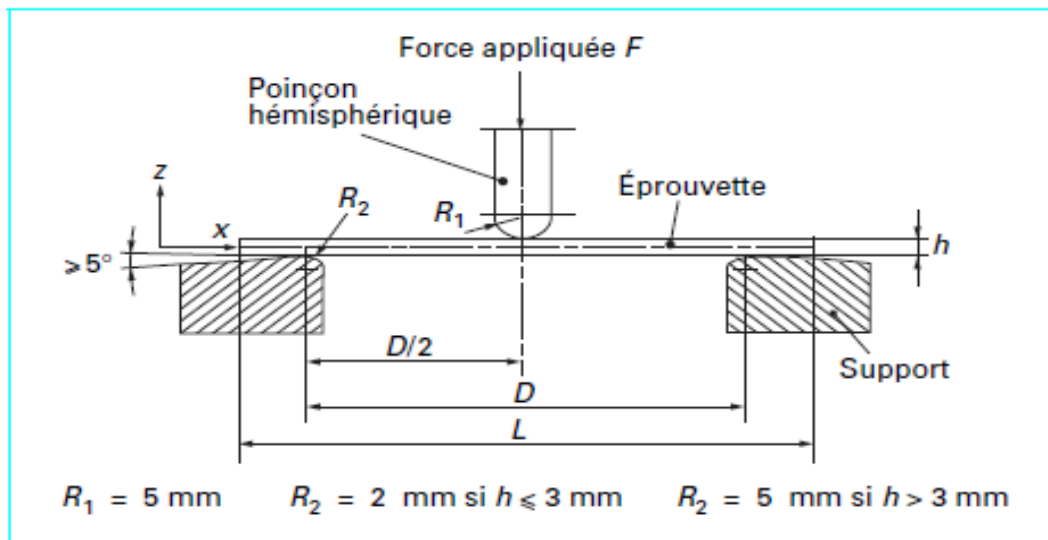


Figure II.8 : dispositif de flexion 3 points

Cette simplicité ne conduit cependant à des résultats acceptables que si certaines conditions sont respectées. L'éprouvette, dont les dimensions moyennes normalisées sont de (80 x 10 x 4) mm, est placée sur un montage spécifique adapté à une machine de traction, avec une distance entre appuis D égale à 16 fois l'épaisseur h . La vitesse v du poinçon est faible, de l'ordre de 2 mm/min ; elle engendre une vitesse relative de déformation du matériau dans la fibre la plus tendue égale à $6 hv/D^2$, exprimée en min^{-1} , soit environ 1,2 %/min pour l'éprouvette normalisée.

Lorsqu'il n'est pas possible d'utiliser l'éprouvette recommandée précédemment, il convient de respecter un rapport longueur/épaisseur L/h de 20 et de choisir une vitesse de sollicitation

aussi proche que possible de 1 %/min parmi les vitesses suivantes : 1, 2, 5, 10, 20, 50, 100, 200 ou 500 mm/min.

Expérimentalement, on enregistre la courbe force F-flèche Y à partir de laquelle il est possible de calculer la contrainte à la rupture $\bar{\sigma}_R$ (ou une contrainte pour un effort F_R particulier) et le module d'Young en flexion E_f . La contrainte et déformation dans la fibre extrême ont pour valeur :

$$\bar{\sigma}_R = \frac{3 F_R D}{2 b h^2} \quad \dots(10)\dots \quad \text{et} \quad \varepsilon_R = \frac{6 h Y_R}{D^2} \quad \dots(11)\dots$$

Avec : F_R force à la rupture (ou force maximale ou force à la limite de linéarité),

Y_R flèche correspondante,

D distance entre appuis,

b largeur de l'éprouvette,

h épaisseur de l'éprouvette.

Le module d'Young E peut être calculé à partir de la pente F/Y de la tangente à l'origine de la courbe force F-flèche Y, suivant la relation :

$$E_f = \frac{D^3 F}{4 b h^3 Y} \quad \dots(12)\dots$$

III.4 Essais de cisaillement :

Les essais de cisaillement sont rarement pratiqués sur les plastiques non renforcés, moins sensibles à ce mode de sollicitation que les composites pour lesquels existent de nombreuses méthodes expérimentales conduisant à la détermination des caractéristiques de déformation et de rupture en cisaillement plan et interlaminaire [8].

VI. Les essais thermomécaniques à vitesse élevée :

VI.1 Comportement au choc :

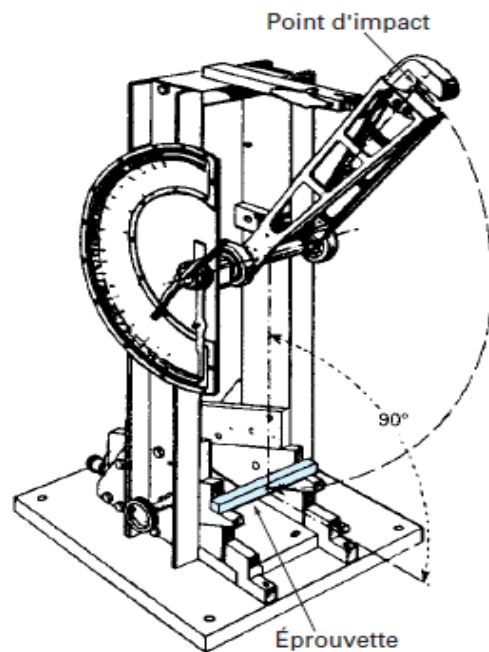
Principe des essais : Le choc résulte de l'application d'une sollicitation mécanique à grande vitesse (plusieurs mètres par seconde) et à énergie élevée, engendrant la rupture d'une éprouvette en une fraction de seconde. Il permet de juger, dans des conditions expérimentales données, de la fragilité d'un ensemble matériau-éprouvette. Le résultat dépend du processus

de relaxation moléculaire associé au temps de rupture et à la température, ainsi que de la géométrie (entailles) et de l'hétérogénéité (défauts) qui engendrent des concentrations de contraintes. Nous décrivons brièvement deux types d'essais suivant l'appareillage et le mode de sollicitation:

- les méthodes pendulaires pour sollicitations uniaxiales
- les méthodes par chutes de masses pour sollicitations multiaxiales
- **Méthode pendulaire :[8] [7]**

La résistance au choc caractérise l'énergie absorbée au cours de la rupture d'un barreau lisse ou entaillé, sous l'action d'un percuteur doté d'une énergie cinétique suffisante. L'impact est généré par une masse à mouvement pendulaire. L'angle de remontée du pendule après le choc permet de calculer l'énergie de rupture.

L'appareil utilisé porte le nom de mouton-pendule, il est constitué d'un bâti rigide et massif, d'un support d'éprouvette, d'une masse oscillante comportant un percuteur et d'un dispositif de repérage de l'énergie absorbée (figure II.9).



Chaque appareil est généralement équipé de plusieurs pendules interchangeables, correspondant à divers niveaux d'énergie. Une gamme de **0,5 à 50 J** s'applique à l'ensemble des plastiques. Afin de limiter l'influence de la vitesse du percuteur au moment de l'impact, il est recommandé de travailler à hauteur de chute constante.

La vitesse au point d'impact est de 3 à 4 m/s. La géométrie du percuteur dépend du mode de sollicitation, sachant que l'on distingue trois grandes méthodes : Charpy, Izod ou Dynstat et choc-traction. Les caractéristiques des appareils de choc pendulaires doivent être vérifiées conformément aux normes NF A 03-508 ou ISO 13802. D'une manière générale les différentes normes d'essai signalent également la nécessité d'effectuer certaines corrections, de frottement par exemple, notamment lorsque les énergies mesurées sont faibles.

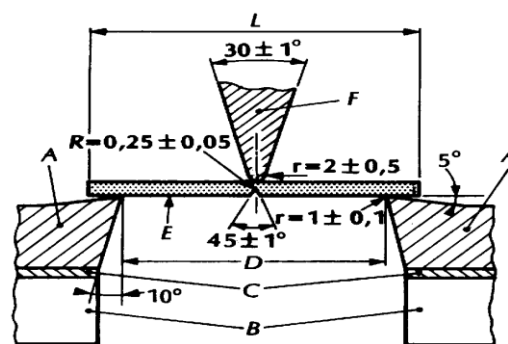
- **Méthode par flexion trois points (Charpy)**

Le principe du choc Charpy est celui de la flexion d'une éprouvette (avec ou sans entaille) reposant sur deux appuis simples avec charge centrale. Cet essai fait l'objet des normes NF EN ISO 179, ISO 179-1 et -2, ASTM D 5942 et D 6110 ou, dans le cas de tubes thermoplastiques, ISO 9854.

Deux types d'éprouvettes et d'entailles sont prévus dans la norme française :

- l'éprouvette de base (type 1) qui a pour dimensions moyennes (80 x 10 x 4) mm avec une entaille en V
- l'éprouvette dite gros barreau (type 2) de (120 x 15 x 10) mm avec une entaille en U.

Les détails géométriques du montage d'essai sont reproduits sur la figure II 10.



A	appuis	E	éprouvette
B	bâti	F	percuteur
C	cale d'épaisseur pour le réglage	R	rayon de fond d'entaille
D	distance entre appuis	r	rayon du percuteur

Les cotes sont en millimètres et les angles en degrés.

Figure II .10 : illustration de l'essai Charpy

Les résultats sont exprimés sous forme de résilience, énergie apportée à la section. La notion de résilience est largement dépendante de la géométrie, en particulier du rapport d'effilement D/h où D est la distance entre appuis et h l'épaisseur.

- **Méthode par flexion d'éprouvettes encastrées à une extrémité (Izod).**

Dans cet essai, l'éprouvette (entaillée ou lisse), encastrée verticalement en porte-à-faux, est rompue en flexion par une oscillation du mouton-pendule. La méthode la plus courante est connue sous la référence Izod (NF EN ISO 180, ASTM D 256 et D 5941). Elle est très utilisée aux États-Unis mais limitée en France à la caractérisation des polystyréniques.

Les détails géométriques du montage d'essai sont reproduits sur la figure II.11. La géométrie et les dimensions des éprouvettes et de l'entaille en V sont analogues à celles des éprouvettes Charpy, avec cependant seulement deux rayons de fond d'entaille possibles (0,25 et 1 mm).

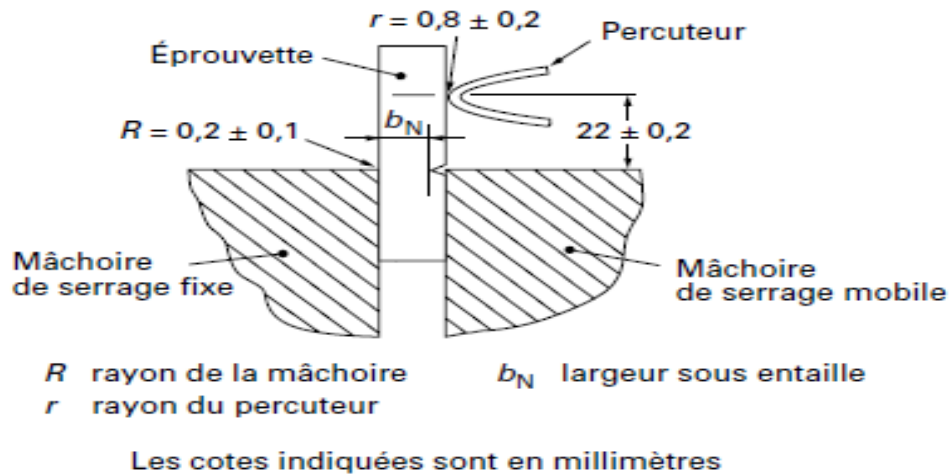


Figure II.11 : illustration de l'essai Izod

V. Les essais thermomécaniques à long terme à sollicitation constante :

Les polymères, pour la plupart, ont un comportement viscoélastique à température ambiante, c'est dire que leurs propriétés seront fonction du temps d'application des charges. [7]

V.1 Essai de fluage :

La déformation d'un matériau induite pendant le maintien constant de la température et de la contrainte est appelée fluage. [17]

L'essai est le plus souvent réalisé en traction mais peut être conduit en flexion, torsion. Pour différentes charges, un essai de fluage est décomposé en deux étapes (figure II.12) : la mise en charge et le fluage proprement dit.

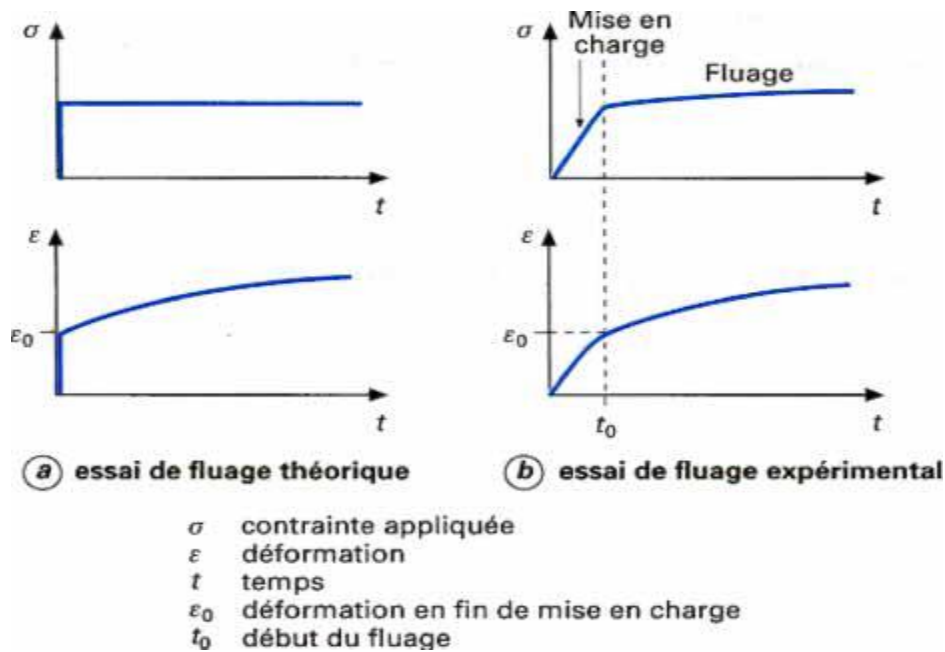


Figure II.12 : Essai de fluage [17]

En pratique, il n'est pas toujours facile de réaliser un essai à contrainte constante. En effet, si la déformation est importante, l'essai est réalisé à force constante : la contrainte augmente lors de l'essai avec l'allongement de l'éprouvette (figure II.12). L'essai de fluage est défini par la norme NF A 03-355. Suivant les matériaux et les matériels utilisés pendant l'essai, de nombreuses précautions sont à prendre.

En particulier, pour un essai à haute température, il est nécessaire de réduire le plus possible le temps pour obtenir une température parfaitement stable de l'éprouvette, des systèmes de fixation de l'éprouvette et, éventuellement, des appareils de mesure de la déformation. Dans le cas de matériaux déformés à froid, la mise en température peut provoquer une recristallisation partielle de la structure. Dans ce cas, il est donc nécessaire de procéder de façon identique d'un essai à l'autre.

Pour des essais de longue durée, il est préférable de placer la machine dans une salle climatisée afin d'éviter les instabilités liées à des changements de température atmosphérique. Avant de lancer un essai, l'alignement de l'éprouvette avec le système de mise en charge doit être réalisé avec soin. Il est parfois nécessaire de soumettre l'ensemble à une précharge, celle-ci ne devant pas être supérieure à 10 % de la limite d'élasticité du matériau testé.

V.1.1 Machines de fluage : [17]

En général, les essais de fluage sont réalisés sur des machines à charge constante utilisant la force de pesanteur : une masse est fixée à l'éprouvette ou, bien souvent, pour les essais de longue durée, un système d'amplification de la charge à bras de levier est utilisé. Les schémas de principe de deux machines de fluage sont représentés sur la figure II.13 :

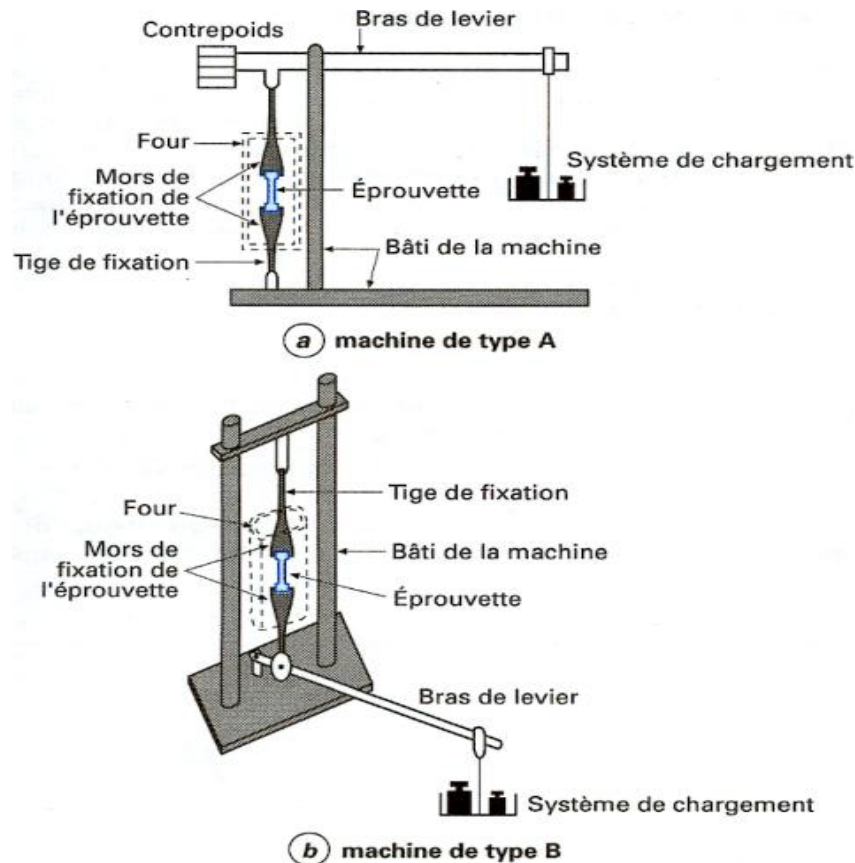


Figure II.13 : illustration des deux machines de fluage

- ✓ la machine de type A pour laquelle le contre poids permet d'assurer l'horizontalité du bras de levier avant le chargement (figure II.13a) ;
- ✓ la machine de type B (figure II.13b) sur laquelle on peut ajouter un système hydraulique permettant de mettre progressivement en charge.

Dans les deux schémas, le système de mesure de la déformation n'est pas représenté.

Le chargement peut être réalisé :

- ✓ par application d'une charge débloquée par un système hydraulique ;
- ✓ par l'ajout de masses successives, le chargement est alors discontinu ;

- ✓ par déversement contrôlé de petites billes en métal (souvent en plomb), le chargement est continu.

Lors d'un essai, le bras de levier doit être, dans la mesure du possible, horizontal.

V.1.2 Présentation des résultats : [7] [17]

La Figure II.14 donne la forme classique d'une courbe de fluage donnant la déformation ϵ en fonction du temps t . Un essai de fluage se pratique très généralement sous une contrainte inférieure à la limite d'élasticité macroscopique du matériau. L'étape de mise en charge se traduit alors par une déformation élastique ϵ_0 de l'éprouvette. La courbe de fluage permet généralement de différencier trois stades de fluage avant la rupture.

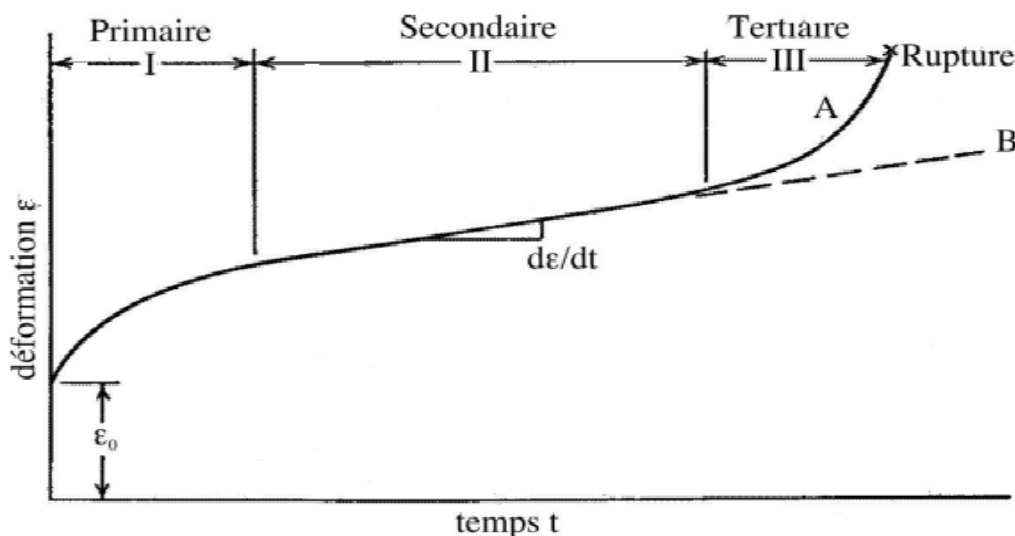


Figure II.14 : Courbe de fluage typique présentant les trois stades du fluage. La courbe A correspond à un essai sous charge constante; la courbe B correspond à un essai sous contrainte constante.

i. Le fluage primaire :

La première partie marquée par l'apparition d'une déformation élastique ϵ_0 et une décroissance de la vitesse de déformation avec le temps. Ce phénomène s'explique par le fait que les liaisons du réseau macromoléculaire ne sont pas orientées, il y a donc pas de restriction de mouvement ensuite dès que il commence à s'orienter des interférences apparaissent entre elles d'où la résistance au fluage qui provoque une baisse de la vitesse de déformation [21]. Ce premier stade du fluage est appelé fluage primaire, ou fluage transitoire.

A basse contrainte à température ambiante, le fluage primaire est le régime de fluage prédominant.

La mise en équation du fluage primaire fait intervenir le temps. On retiendra essentiellement la loi du fluage parabolique. [22]

$$\varepsilon = \varepsilon_0 + \beta t^m \quad \dots(13)\dots$$

Où : $0 < m < 1$; β constante du matériau

ii. Le fluage secondaire :

Le deuxième stade du fluage est nommé fluage secondaire ou fluage stationnaire. Il se caractérise par une vitesse de déformation constante. Cette vitesse de déformation est appelée vitesse de déformation minimale et correspond au paramètre de dimensionnement le plus important que l'on puisse tirer de la courbe de fluage [17]. La densité de dislocations reste stable au cours de ce stade. La sous-structure se forme et se détruit constamment : il y a équilibre entre les processus de formation et d'annihilation des dislocations. En revanche, la désorientation entre les sous-grains augmente avec le temps [22]. Le fluage stationnaire est couramment décrit par la loi puissance :

$$\dot{\varepsilon} = \beta \sigma^n \exp^{-\Delta H/kT} \quad \dots(14)\dots$$

Où : β et n sont des constantes du matériau et ΔH l'énergie d'activation du mécanisme contrôlant la vitesse de déformation.

$3 < n < 8$ pour la plupart des métaux purs et alliages courants.

iii. Le fluage tertiaire :

Le troisième stade du fluage est nommé fluage tertiaire caractérisé par une augmentation de la vitesse de déformation il précède la rupture. Il apparaît essentiellement de dans les essais menés sous charge constante, lorsque la réduction de la section de l'éprouvette devient effective, soit lors de l'apparition d'une striction, soit à cause de la formation de vides internes à l'éprouvette. Ce troisième stade du fluage est souvent associé à des modifications structurales comme le grossissement des précipités, la recristallisation.

Les représentations graphiques des courbes de fluage sont directement liées au type d'exploitation qui en est faite : simple comparaison entre différents matériaux, détermination de paramètres de dimensionnement, détermination des lois de comportement, extrapolation du comportement de fluage à long terme. On peut néanmoins parler de deux catégories principales de présentation graphique, portant soit sur un essai, soit sur un faisceau d'essais.

Pour un essai on peut reporter :

- la déformation ϵ en fonction du temps t pour une température et une contrainte données (figure II.12) ; l'échelle des temps est logarithmique pour de longues durées d'essai ;

Le module de fluage apparent : Il est défini par le quotient de la contrainte appliquée par la déformation relative à un instant donné.

$$\text{Module apparent (t donné)} = \bar{\sigma} / \epsilon$$

Ce module est évidemment fonction de la contrainte qui devra être précisée.

Pour un faisceau d'essais :

Les représentations les plus classiques sont :

- les courbes déformation-logarithme du temps pour une température donnée et pour différentes contraintes (figure II.15) ; ces courbes permettent de relever les déformations atteintes pour différentes contraintes et en tracer la courbe pour un temps donné et les courbes pour différents temps;
- les courbes déformation-contraintes dans une échelle bi logarithmique, la vitesse de

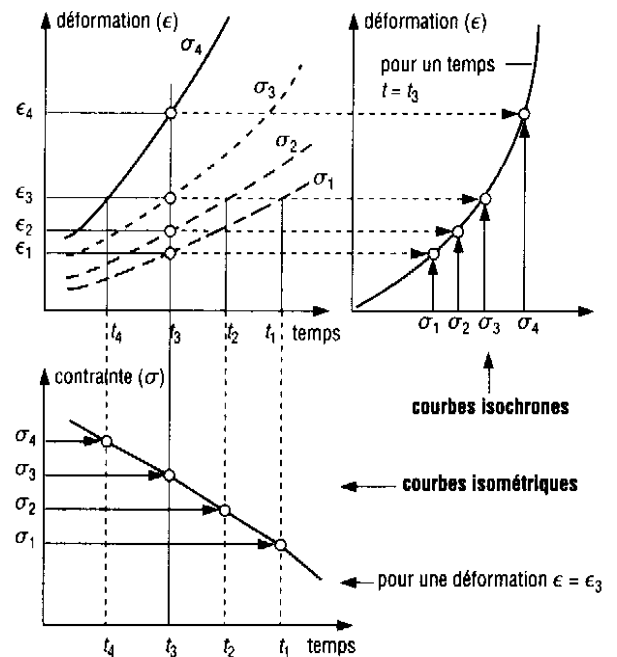


Figure II.15 : tracé des courbes de fluage selon la nature de l'exploitation.

- déformation qui est reportée correspondant au fluage secondaire ; ce type de graphe permet, entre autre, de déterminer les paramètres de la loi de Norton.

V.2 Essai de relaxation :

La relaxation de contrainte est l'une des trois méthodes expérimentales d'analyse de la viscoélasticité linéaire, avec le fluage et les techniques dynamiques. [18]

Dans un essai en quasi-statique de relaxation, à partir d'un instant initial $t=t_0$, une déformation instantanée maintenue constante ϵ_0 est appliquée à un échantillon, et la contrainte résultante σ est suivie en fonction du temps.

L'essai peut se décomposer en deux étapes (figure II.16).

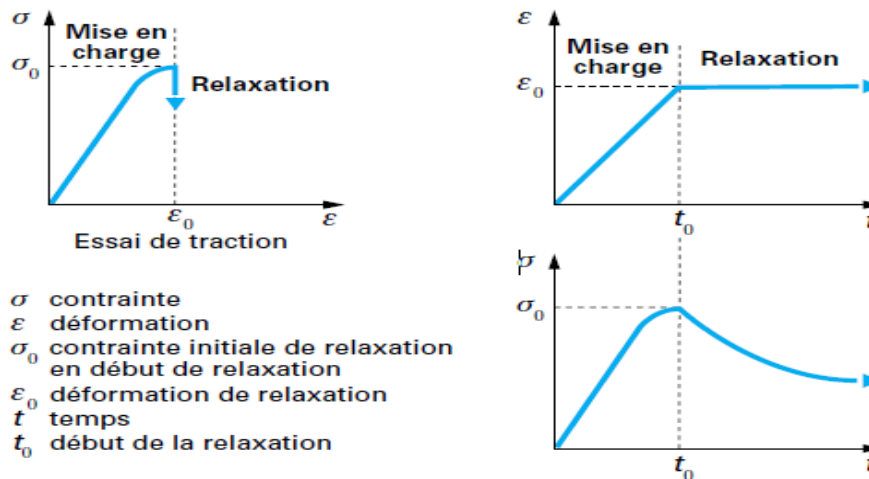


Figure II.16 : essai de relaxation isotherme

Chargement : [19]

Il est comparable à un essai de traction. La déformation totale ϵ_t est la somme de la déformation élastique ϵ_e et de la déformation plastique ϵ_p : $\epsilon_t = \epsilon_e + \epsilon_p$. La déformation élastique est liée à la contrainte s par la loi de Hooke :

$$\epsilon_e = \sigma / E \quad \dots(15)\dots$$

Avec E (MPa) module d'Young du matériau.

Quand l'éprouvette a atteint le taux de déformation choisi, le chargement en traction est arrêté et la relaxation proprement dite commence.

Relaxation :

Pendant la relaxation, la déformation imposée est maintenue constante et de ce fait, au cours du temps, la contrainte atteinte en fin de chargement décroît. En effet, en fin de chargement,

si la contrainte atteinte restait constante, la déformation augmenterait. En cours de relaxation, la déformation totale est constante, on a donc :

$$\varepsilon_t = \varepsilon_e + \varepsilon_p = cte \quad \dots(16)\dots$$

En dérivant l'expression précédente par rapport au temps, et en adoptant la notation $d\varepsilon/dt$

$$\dot{\varepsilon}_t = \dot{\varepsilon}_e + \dot{\varepsilon}_p = 0 \quad \dots(17)\dots$$

Où $\dot{\varepsilon}_t$ est la vitesse de déformation totale, $\dot{\varepsilon}_e$ la vitesse de déformation élastique, $\dot{\varepsilon}_p$ la vitesse de déformation plastique.

Cette équation montre que la vitesse de déformation totale est nulle, ou encore, que la vitesse de déformation plastique est égale, en valeur absolue, à la vitesse de déformation élastique. Pendant la relaxation, la déformation plastique croît aux dépens de la déformation élastique. En introduisant la loi de Hooke, la vitesse de relaxation est donnée par :

$$\dot{\varepsilon}_p = -\dot{\sigma}/E \quad \dots(18)\dots$$

IV. Paramètres influant sur le comportement en Fluage / Relaxation : [12]

La connaissance de ces courbes est très importante pour la conception d'un produit. Normalement, ces courbes sont fournies par le producteur, mais souvent des conditions particulières d'utilisation (température, milieu ambiant, exposition aux rayonnements) rendront des essais nécessaires.

IV.1 Influence de la température :

La température de fonctionnement joue un rôle extrêmement important pour une pièce en polymère. On peut établir son influence à l'aide des courbes de fluage. On peut voir un faisceau de courbes établies pour une contrainte fixe et différentes températures $\theta_1, \theta_2, \theta_3, \theta_4$ figure II.17

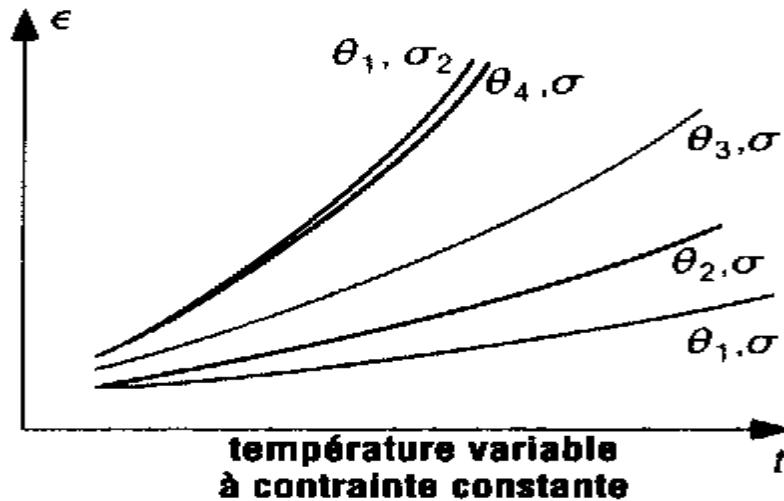


Figure II.17 : effet de la température sur les courbes de fluage

Si on fait un essai cette fois à θ_1 mais sous une contrainte σ_2 plus importante que σ_1 , la déformation pourrait se représenter par une courbe se superposant, par exemple, à la courbe établie pour θ_4 . Ce qui revient à dire qu'une élévation de température agit comme une augmentation de contrainte. Si on calculait le module de relaxation pour un temps donné, et pour différentes températures, on obtiendrait la courbe ci-dessous (figure III.18) qui montre bien l'importance pour les propriétés mécaniques du passage de la température de transition vitreuse. Ici, la courbe est relative à un polymère amorphe.

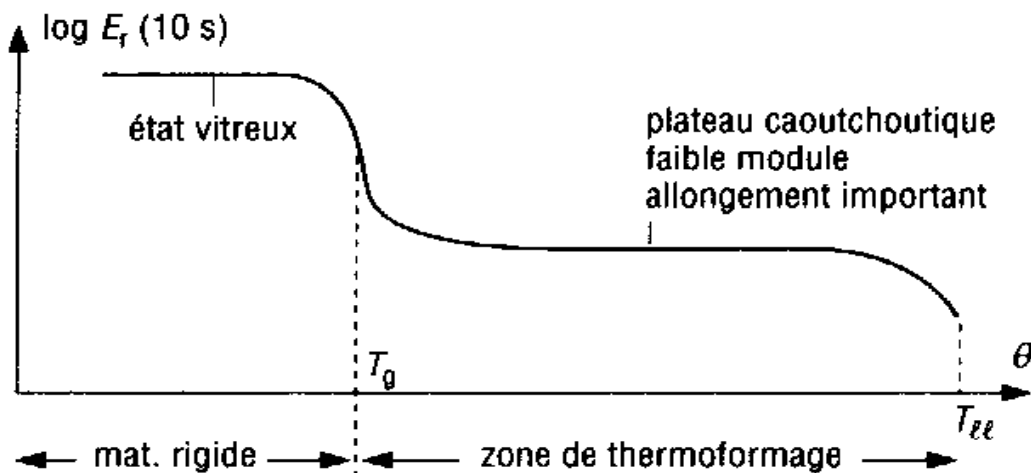


Figure II.18 : module de fluage en fonction de température

IV.2 Influence de la cristallinité :

La cristallinité diminue la vitesse de fluage et augmente le module de relaxation. De plus, en diminuant le volume des zones amorphes, seules affectées par le passage de la transition vitreuse, on diminue la sensibilité à la température.

IV.3 Influence de la masse molaire :

L'importance des masses molaires est surtout sensible au-dessus de T_g , c'est-à-dire dans la zone du plateau caoutchoutique.

En fait, pour de faibles masses molaires, c'est-à-dire des macromolécules courtes, la transition liquide-liquide T_{ll} est plus proche de T_g , et la zone du plateau caoutchoutique en sera d'autant réduite. On peut ajouter que le comportement au fluage sera lié à l'enchevêtrement de chaînes dans la zone amorphe, enchevêtrement d'autant plus limité que les chaînes sont courtes. Une application de cette remarque se rencontre en thermoformage. Pour le thermoformage, on désire de grandes déformations sous des efforts les plus réduits possibles. On chauffe donc la matière pour se trouver sur le plateau caoutchoutique, c'est-à-dire qu'on chauffe entre T_g (transition vitreuse) et T_{ll} . Pour éviter de contrôler trop précisément la température de la pièce, on cherchera une plage de température ($T_{ll} - T_g$) la plus large possible, c'est-à-dire pour un même polymère, un grade faible (masse molaire élevée).

I. Introduction :

La mise en place et la réalisation des essais mécaniques sur le PEHD ont concerné une partie importante de la thèse. Afin de caractériser ce matériau nous nous sommes focalisés sur la réalisation et l'analyse des essais statiques, particulièrement la traction, la compression. Aussi des essais de fluages et relaxation ont été réalisés dans le but de déterminer le comportement en fonction du temps. La sensibilité du comportement à la vitesse et au rayon d'entaille a été étudiée.

Après une présentation du matériau, de la géométrie et mode d'obtention des éprouvettes, et une description des procédés expérimentaux de l'étude seront exposés les essais et les résultats obtenues.

II. Matériau :

Le matériau de notre étude est le polyéthylène à haute densité (PEhd), il a été dans un premier temps sous forme de granulés, par la suite, après tout un processus de mise en forme il a fini sous la forme d'un tube destiné à la conduction d'eau potable.

Ces principales caractéristiques sont résumées dans le tableau tableau III.1

Masse volumique	930 Kg/m ³
Masse molaire moyenne M_w	310 000(g/ mole)
Taux de cristallinité X_c	65%
Température de fusion T_f	128,8°C
Indice de fluidité	0,2-1 ;4 g/10(min)
Noir de carbone	2-2,5%

Tableau III.1 : caractéristique du PEhd étudié

III. Essais de traction :

L'essai de traction constitue un des essais les plus utilisés pour la caractérisation mécanique des matériaux. Etant purement uniaxiale il permet de s'affranchir des méthodes de calcul inverse pour aboutir directement à une loi de comportement uniaxiale. Il permet de déterminer de nombreuses grandeurs normalisées nécessaires dans les calculs de structure. Il est réalisé sur des éprouvettes normalisées soumises à deux efforts axiaux de sens opposés, de manière à les étirer. On mesure instantanément les efforts appliqués F (KN) et la déformation absolue Δl (mm) qui est la variation absolue en longueur.

III.1 Principe de l'essai :

Il consiste à soumettre une éprouvette fixée à ses deux extrémités par des mors. L'un de ces mors, mobile, est relié pour la mesure des efforts, à un système dynamométrique par une rotule, de telle sorte que l'axe des efforts appliqués soit confondu avec celui de l'éprouvette. Il est solidaire de la traverse qui constitue le système d'entraînement à vitesse de déplacement contrôlable. L'autre mors, fixe, est lié au bâti de la machine de traction à une force de traction uniaxial. Il faut bien évidemment avant de lancer l'essai faire amarrer l'éprouvette à la traverse supérieur pour, annulée tout les efforts de serrage car la cellule de charge capte la moindre tension et s'assurer du retour à zéro de l'échelle du déplacement.

III.2 But de l'essai :

Cet essai permet d'obtenir une courbe de traction $\sigma = f(\varepsilon)$ telle que la contrainte et la déformation sont données par les relations suivantes :

$$\sigma = F/s_0 \quad \dots(19)\dots \quad , \quad \varepsilon = \Delta l/l \quad \dots(20)\dots$$

Avec : F la force appliqué ; s_0 : section initial de l'éprouvette ; Δl : déformation ; l : longueur initiale

L'essai de traction permet aussi de déterminer les caractéristiques mécaniques : tell que la contrainte à rupture, la contrainte maximale, la limite d'élasticité, le module d'élasticité ...etc.

III.3 Géométrie et obtention des éprouvettes :

Les éprouvettes cylindriques axisymétriques ont été prélevées à partir des tubes de canalisation d'eau puis usinées à la forme finale sur un tour conventionnel suivant un mode opératoire bien précis. La géométrie correspond à une forme cylindrique sur la quel est usinée une entaille de différent rayon suivant le type de l'éprouvette comme le montre la figure III.1. Le tableau récapitulatif III.2 regroupe les dimensions exactes de chacun une d'elles.

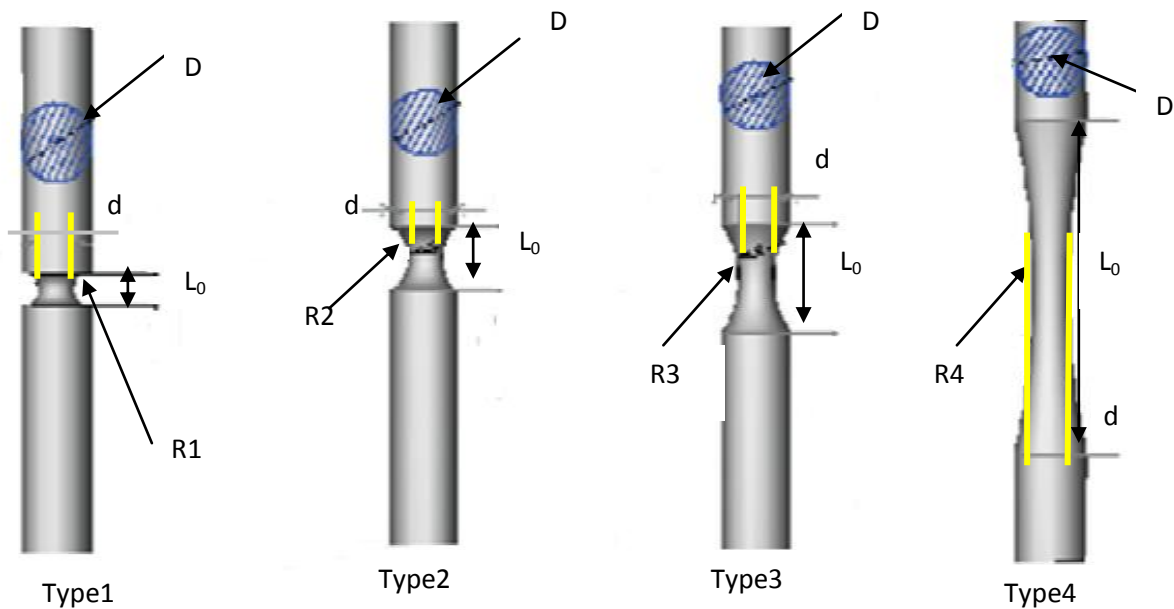


Figure III.1 : géométrie des différentes éprouvettes

Le diamètre en fond d'entaille de tous les types d'éprouvettes est de 5 mm. Le diamètre nominal de la partie lisse est de 10mm, et la longueur totale est de 66 mm.

Le rayon d'entaille (mm)	La longueur utile correspondante (mm)	La longueur totale (mm)	Diamètre externe D (mm)	Diamètre au fond de l'entaille d (mm)
Type 1	$L_0=3.72$			
Type 2	$L_0=7.42$	L=66	D=10	d=5
Type 3	$L_0=13.23$			
Type 4	$L_0=39.69$			

Tableau III.2 : dimension des éprouvettes

III.4 Dispositifs expérimental :

Les essais de traction sont réalisés sur une machine de marque SCHENCK TREBEL, équipée d'une cellule de charge maximale de 100 KN. La machine est reliée à un micro-ordinateur et une table traçante pour assure à la fois son asservissement et le traitement des résultats et le tracé des courbes (Figure III.2)



Figure III.2 : vue de la machine de traction

Cette machine à 4 colonnes et qui porte une traverses supérieure mobile et une inférieure fixe sur les quelles les mécanismes de fixations des éprouvettes (mors) sont montés. Mais vu les dimensions de nos éprouvettes et les caractéristiques de cette machine un glissement des éprouvettes à été constaté lors des essais préliminaire. Afin de remédier à ce problème nous avons réalisés un dispositif de fixation des éprouvettes de forme cylindrique de faible section. (Figure III.3)

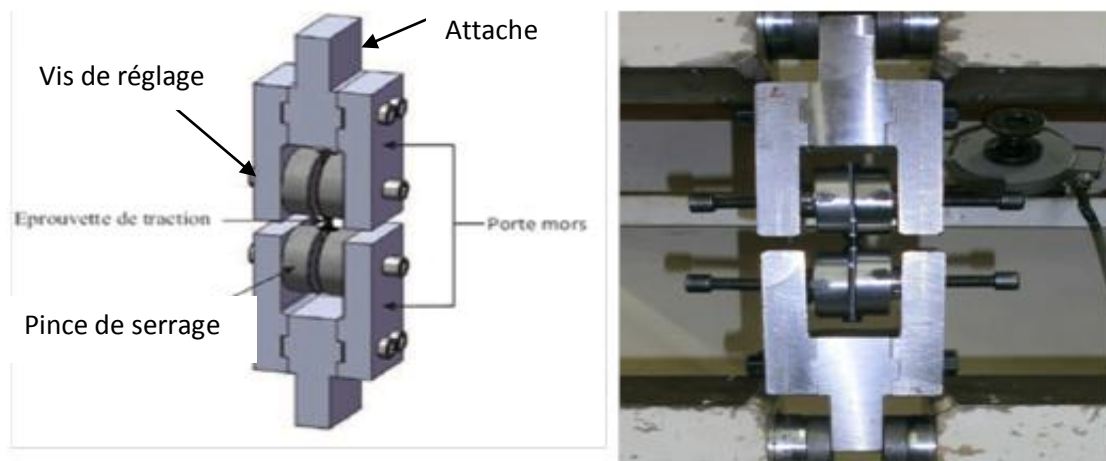


Figure III.3 : Dispositif de traction adapté aux éprouvettes

Ce dispositif est composé de deux parties analogues, chacune constituée de trois pièces ; porte mors similaires qui servent à porter les pinces entre les quelles on fixe l'éprouvette. Une troisième pièce (attache) qui a pour rôle de relier les deux porte mors avec deux vis M12 et qui sera montée sur les traverses de la machine.

La fixation des éprouvettes se fait par le serrage des pinces dans chaque partie qui est assuré par l'intermédiaire des vis de réglage. Toutes les pièces constituant le dispositif sont usinées au niveau du hall technologique d'Oued Aissi par une fraiseuse verticale et un tour, une perceuse à colonne en utilisant de l'acier XC48 les dessins de définition sont présentés dans (Annexe.1).

III.5 Les conditions d'essai :

- Condition de température :

Puisque la machine n'est pas équipée d'une enceinte thermique, tous les essais sont déroulés à la température ambiante qui avoisine 25°C.

- Condition sur les vitesses de déformation :

Les essais statiques se font généralement à des vitesses inférieures à 500mm/min [21], pour cela nous avons choisis une gamme de vitesses chacune est propre à un type d'éprouvette de façon à ne pas dépasser cette limite. Dans ce travail tous les essais sont réalisés à la vitesse de déformation constante $\dot{\varepsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$

Pour passer de la vitesse de déformation à la vitesse de déplacement sur la machine on a adopté la formule suivante :

$$\dot{\varepsilon} = d\varepsilon/dt \text{ Or } \varepsilon = \Delta l/l_0 \text{ il s'en suit : } \dot{\varepsilon} = d \Delta l/l_0/dt$$

$$\text{Et pour : } X = \Delta l \text{ nous allons avoir : } \dot{\varepsilon} = dX/l_0/dt \leftrightarrow \dot{\varepsilon} = V/l_0 \quad \dots(21)\dots$$

Avec : **V** : vitesse de déplacement de la traverse

l₀ : Longueur initiale de l'éprouvette

$\dot{\varepsilon}$: vitesse de déformation (s^{-1})

IV. Essai de compression :

Un certain nombre de matériaux ne se prêtent pas aisément à la fabrication d'éprouvettes de traction en raison de leur fragilité. Il est alors plus facile de se tourner vers les essais de compression. Par ailleurs on peut souhaiter aussi connaître le comportement en compression. Cet essai permet de déterminer les mêmes caractéristiques qu'en traction. Cependant Pour accéder à des résultats d'essai les plus rigoureux possibles les dimensions de l'éprouvette doivent respecter les recommandations suivantes :

- La longueur de l'éprouvette ne doit pas être très grande, car il est nécessaire de se mettre à l'abri du flambage. Un bon compromis consiste à choisir une éprouvette cylindrique de longueur égale à 1.5 fois le diamètre. [20]
- Il est nécessaire de soigner particulièrement les appuis. Il s'agit de s'assurer de leur bon parallélisme et leur bonne planéité. En principe il serait souhaitable que le contact entre l'éprouvette et les appuis qu'il soit parfaitement glissant. On éviterait ainsi la déformation en tonneau qui se produit lorsque le frottement empêche l'augmentation de section qui doit accompagner la contraction longitudinale. Il n'est pas possible de supprimer complètement le frottement, mais on peut le réduire en interposant un lubrifiant, par exemple de la graisse

En toute rigueur l'essai de compression doit être considéré comme un « essai de structure » dont l'interprétation demande un calcul numérique et l'utilisation de méthodes inverses. [20]

IV.2 Principe de l'essai :

Cet essai est contrairement à l'essai de traction dans le sens où la déformation engendre diminution de la dimension longitudinale et l'augmentation de la dimension transversale. Cela est dû à l'application de la charge dans le sens inverse à la charge appliquée en traction.

IV.3 Géométrie et obtention des éprouvettes :

Les éprouvettes destinées à ce type d'essai ont été prélevées de la même façon que celle de traction à partir des parois de tubes de canalisation eau puis usinées à la forme finale sur un tour conventionnel suivant un mode opératoire bien précis. La géométrie correspond à une forme cylindrique. (**Figure III.4**)

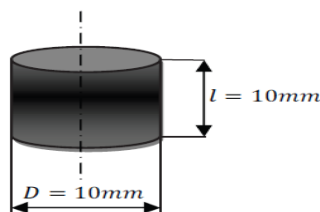


Figure III.4 : forme et dimension des éprouvettes de compression

V. Essai de fluage :

V.1 Dispositif d'application de la charge :

Les essais de fluage ont été réalisés sur une machine de marque Easy test de type EZ20, équipée d'une cellule de charge de 5 kN à de 20kN. La machine est reliée à un pupitre muni

d'un logiciel (NEXYGEN) qui assure à la fois son asservissement et le traitement des résultats. La machine offre la possibilité à deux vitesses de traverses : 0.01 à 500 mm/min sous charge de 20kN et 0.01 à 1020 jusqu'à 10kN.

Lors d'une expérience de fluage, il est plus courant de travailler à charge qu'à contrainte constante. Les dispositifs correctement conçus pouvant tout de même assurer une précision satisfaisant les normes. Il faut porter une attention particulière à l'alignement des têtes d'amarrage, afin de limiter les moments de flexion imposés à l'éprouvette (la norme ASTM recommande une déformation en flexion inférieure à 10 % de la déformation axiale). Une étape sensible de l'essai de fluage est la mise en charge qui doit être accomplie de façon soignée pour éviter de perturber l'essai. L'éprouvette doit déjà être à la température de l'essai pour cette opération. La mise en charge peut être réalisée soit de manière "instantanée" pour s'approcher de la courbe théorique de fluage, mais cela peut entraîner une perturbation du dispositif de mesure de la déformation ou un effet de choc sur l'éprouvette qui entraîne l'apparition d'un transitoire

V.2 Condition de l'essai :

L'objectif des essais de fluage sur éprouvettes entaillées est de déterminer la sensibilité du comportement du matériau au temps de maintien de la charge appliquée. De même, ces essais permettent de révéler l'effet de la triaxialité de contrainte sur les différents paramètres qui définissent le comportement de ce matériau.

Les essais de fluages sont déroulés sous une même vitesse de déformation $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ pour tous les types d'éprouvettes, à la même température (25°C). En appliquant pour chaque type d'éprouvettes des charges variant de 5kN, 10kN et 12kN. On suit au cours du temps l'évolution de la déformation.

Les vitesses de traverse utilisées et les différents paramètres entre dans l'essai sont résumés dans le tableau (Tableau III.3)

Type de l'éprouvette	Charge (kN)			Vitesse de traverse (mm/min)	Vitesse de déformation (s^{-1})
	Essai1	Essai2	Essai3		
Type1	5	10	12	0.23	10^{-3}
Type2				0.5	
Type3				0.8	
Type4				2,38	

Tableau III.3 : les différents paramètres de l'essai de fluage

VI. Essai relaxation :**VI.1 Dispositif d'application de la charge :**

Lors d'une expérience de relaxation, il est plus courant de travailler sur le même dispositif que celui de fluage. Pour la première partie de l'essai (mise en charge) la déformation imposée peut être atteinte par l'application d'un effort d'élongation à l'intermédiaire du système de chargement hydraulique ou par poids, concernant la deuxième partie (la relaxation) les charges ou la tension appliquée à l'éprouvette est supprimée par l'enlèvement des poids. Le dispositif conçu pouvant tout de même assurer une précision satisfaisante.

VI.2 Condition de l'essai :

Dans un premier temps, l'essai a consisté à amener l'éprouvette à la déformation initiale ε imposée à température ambiante (25°C) par un effort d'élongation avec une vitesse de déformation $\dot{\varepsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ (étape de chargement). Une fois que l'éprouvette est déformée, on lance l'essai de relaxation proprement dit par suppression de la charge. La variation de la contrainte pendant un temps de 1000 min est enregistré par une cellule informatique.

Afin d'étudier l'influence de la déformation imposée sur le comportement du PEhd en relaxation différentes déformations sont imposées pour chaque type d'éprouvette, le tableau III.4 résume l'ensemble des données concernant les essais.

Type d'éprouvette	déformation imposée (mm)			Vitesse de déformation (s^{-1})	Vitesse de traverse (mm/min)	le temps de l'essai (min)
	Essai1	Essai2	Essai3			
Type1	0,08	0,16	0,30	10^{-3}	0,23	1000
Type2	0,15	0,29	0,56		0,5	
Type3	0,27	0,53	1,04		0,8	

Tableau III.4 : les différents paramètres de l'essai de relaxation

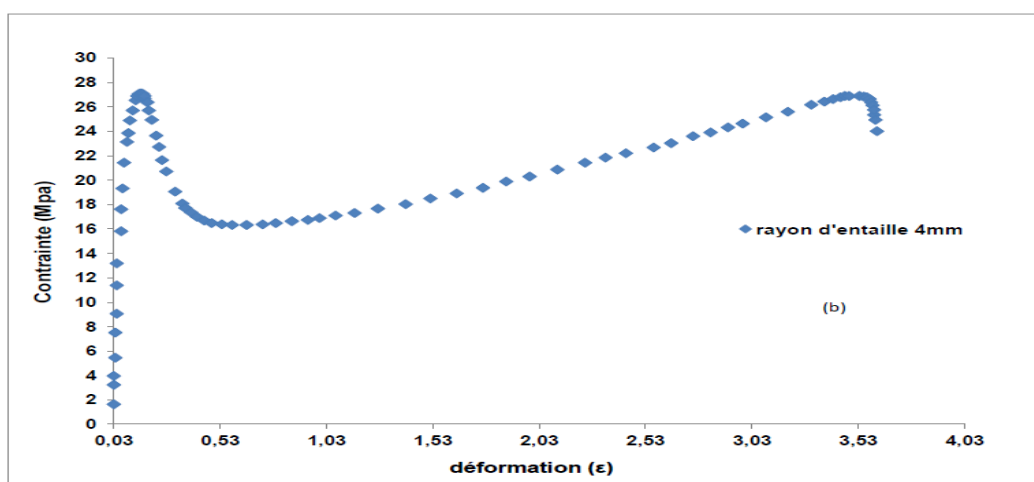
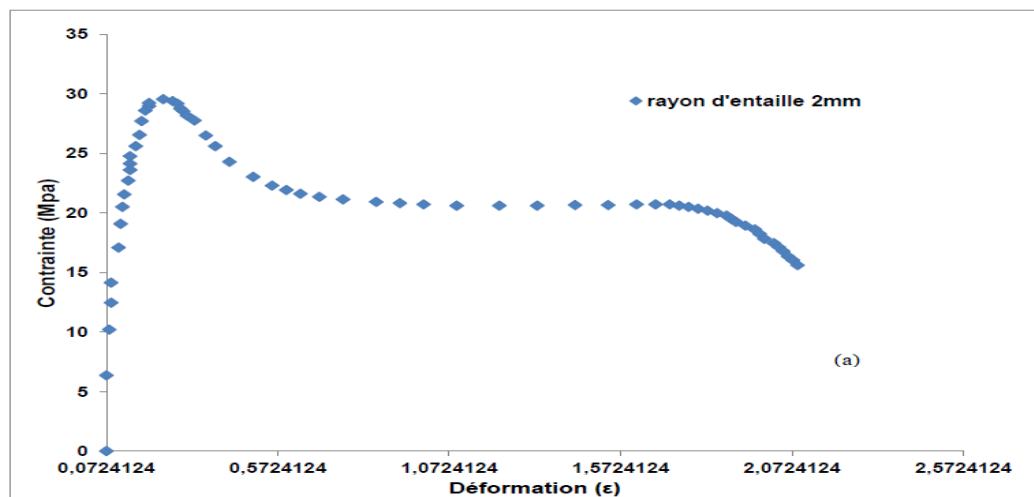
VI.3 déroulement de l'essai :

Dans un premier lieu nous plaçons l'éprouvette dans les mors de la machine, ensuite nous portons l'éprouvette à une déformation initiale ε par un effort d'élongation avec une vitesse de traverse bien défini au type de l'éprouvette.

I. Résultat traction /compression :

La description des caractéristiques mécaniques des PE a été largement traitée dans la littérature [25,26]. 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 [27]. 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 PE) est située bien au dessous de la température ambiante [28] 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.

Les courbes contrainte-déformation obtenus des essais de traction uniaxiale sont représentées sur la *Figure III.5.* (a), (b), (c). L'allure générale de ces courbes pour différent rayon d'entaille d'éprouvette (R1, R2 et R3) est semblable lorsque celle-ci est étirée à vitesse d'allongement constante.



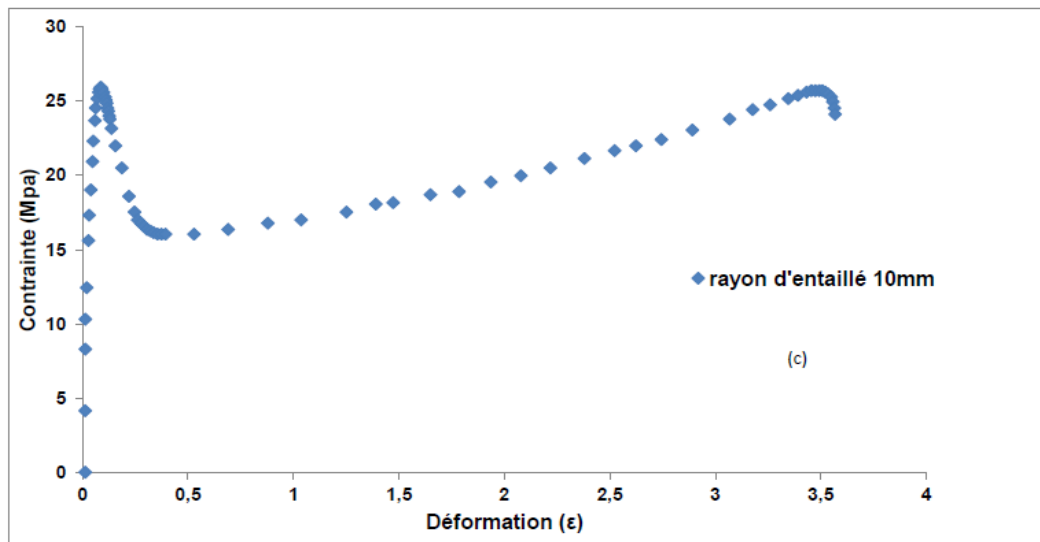


Figure III.5 : Courbes de traction des éprouvettes entaillées en PEHD

a / type1, b/ type2 ,c/ type3

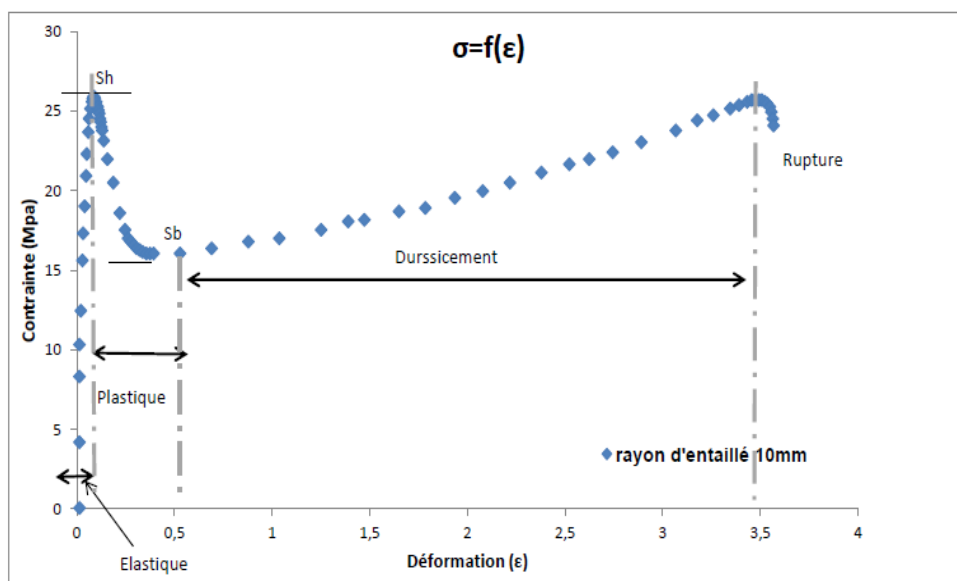


Figure III.6 : comportement d'un PEhd

L'allure générale de la courbe contrainte-déformation correspond bien au comportement d'un matériau thermoplastique traitée dans la littérature [25,26]. Tel que c'est montré dans la Figure III.6 la courbe est décrite par une partie linéaire marqué par une proportionnalité entre σ et ϵ 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 [29]. 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 [30-31]. Les résultats enregistrés sont le plus souvent grandes et hétérogènes. Afin de mieux exploiter ces derniers, les contraintes nominales et les déformations nominales sont convertis en contraintes vraie et déformation vraie. En effet, le phénomène de striction sus cité affecte les valeurs des contraintes, vu que celle-ci dépend de la section autrement dit pour :

Puisque : $\sigma_{nom} = F/S_0$ Et $\sigma_{vrai} = F/S$... (22)...

Une variation considérable de la section entrainera à des variations de la contrainte ce qui ne représenté pas l'état instantané du comportement. Les courbes nominales ne représentent donc qu'un comportement moyen de l'éprouvette plutôt que le comportement vrai du matériau.

Il y a donc lieu de définir d'autres techniques opérationnelles pour le dépouillement d'un essai de traction, voire d'autres techniques expérimentales. Il faut tout d'abord définir un Volume Élémentaire Représentatif (V_{ER}) où la contrainte et la déformation sont sensiblement uniformes [32]. Vu que les moyens expérimentaux ne nous permettent pas d'avoir le comportement vrai du matériau, nous avons déduit les contraintes vraie et les déformation vraie par le calcul :

$$S_0 \times L_0 = S \times L \quad \text{on suppose lors de l'essai une conservation de volume}$$

$$\implies S = S_0 L_0 / L$$

En introduisant ce terme dans l'équation 2

On aura $\sigma_{vrai} = F L / S_0 L_0 \implies \sigma_{vrai} = \sigma_{nom} L / L_0$... (23)...

On note L la longueur courante du V_{ER} et S sa section, on écrit ainsi la contrainte vraie comme

$$\sigma_v = \sigma_{nom} \left(1 + \frac{\Delta l}{l} \right) \quad \dots (24) \dots$$

Et la déformation vraie comme

$$\varepsilon = Ln (L / L_0). \quad \dots (25) \dots$$

L'exploitation des courbes de traction vraie ($\sigma_{vrai} = f(\varepsilon_{vrai})$) nous permet d'obtenir les valeurs des caractéristiques mécaniques telles que le module de Young, la limite d'élasticité, la résistance à la traction, l'allongement à la rupture...etc.

I.1 Détermination de module de Young et de la limite élastique :

I.1.1 Détermination du module d'Young E :

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

Le module tangent est déterminé à partir de la tangente à l'origine de la courbe contrainte déformation dans le cas d'une faible non-linéarité. (Figure III.7 a)

Le module sécant est déterminé pour une déformation conventionnelle dans le cas d'une forte non-linéarité (Figure III.7 b). [23]

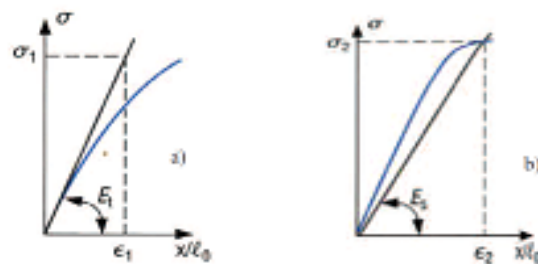


Figure III.7 : les différentes méthodes de détermination de E

Dans ce travail nous avons déterminé le module d'élasticité **E** avec la méthode de la tangente à l'origine par la pente initiales des courbes de traction, on parlera alors de module d'Young apparent $E = \sigma_1 / \varepsilon_1$. Les valeurs de E obtenu pour les différents types d'éprouvettes sont regroupés dans le tableau IV.1

	Courbe (Ep R=2)	Courbe (Ep R=4)	Courbe (Ep R=10)
Module d'élasticité E (MPa)	198,9624605	310,2154729	791,49756

Tableau IV.1 : valeurs du module de Young

I.1.2 Détermination de la limite élastique σ_e :

La contrainte limite d'élasticité σ_e ne peut être tirée directement de la courbe de traction, car elle n'est pas évidente, comme pour le cas des métaux, ce qui rend difficile sa détermination. Pour la détermination de cette limite on utilise la tangente à l'origine où la limite est prise à l'endroit de perte de linéarité [24]. Les courbes illustrant la détermination de ce paramètre sont montrées ci-dessus et les valeurs tirées sont répertoriées dans le tableau IV.2

	Courbe (Ep R=2)	Courbe (Ep R=4)	Courbe (Ep R=10)
la limite élastique σ_e	25,86	21.71	15,83
(MPa)			

Tableau IV.2 : valeurs de la limite élastique

I.2 Influence de la triaxialité :

Afin de mettre en évidence l'effet de la triaxialité sur le comportement de notre matériau nous avons eu recours à une série d'essais de traction à température ambiante sur les trois types d'éprouvette (R2, R4, R10) avec une vitesse de déformation constante $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Les courbes obtenues ont été données séparément pour chaque rayon, puis, pour plus d'éclaircissement, nous les avons rassemblées dans un même graphe. (figure III.8)

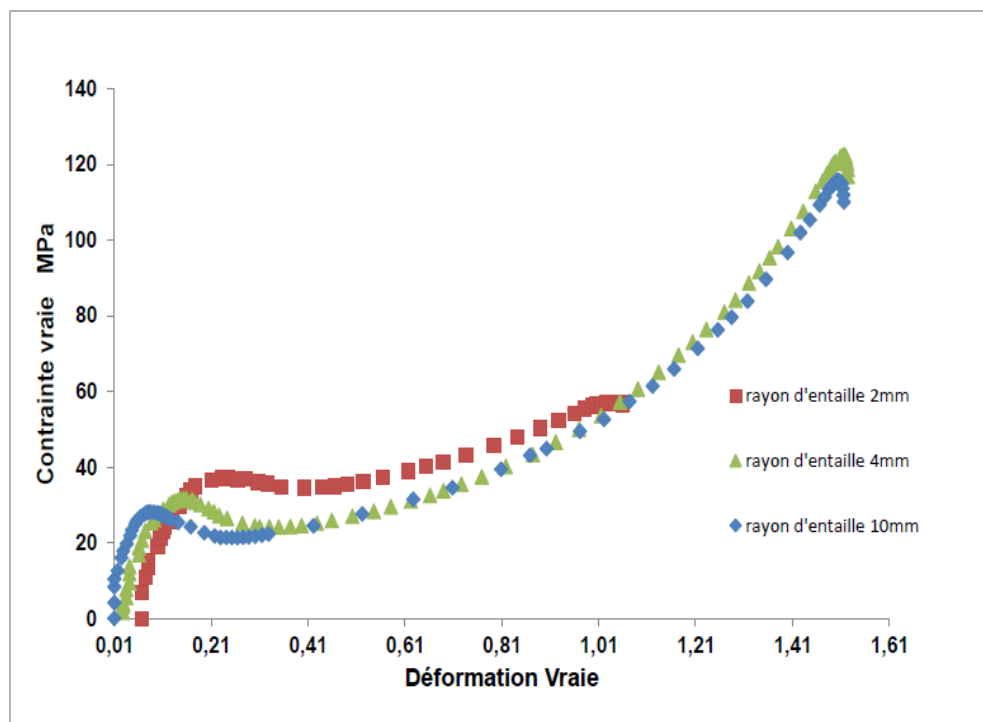


Figure III.8 : effet de la triaxialité sur le comportement en traction du PEHD

On remarque une suite logique sur le comportement, cependant il apparaît une différence entre les pentes respectives des parties quasi-linéaires et des niveaux de charge au niveau du seuil ainsi que l'allongement à la rupture entre les éprouvettes, ceci confirme bien l'effet du rayon de l'entaille qui se traduit par une augmentation du module de Young, un étalement de la phase de durcissement sur une grande partie et un accroissement de l'allongement avec l'augmentation du rayon d'entaille.

Afin de quantifier l'influence de ce paramètre, nous avons déterminé à partir des

courbes expérimentales le module élastique ou module d'Young et la charge maximale. Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau IV.3

Type d'éprouvette	module élastique MPa	la charge maximale MPa	L'allongement à la rupture %
Type1	198,960	57,086	106,30
Type2	310,215	122,528	151,76
Type3	791,497	115,765	152,92

Tableau IV.3 : caractéristiques mécaniques des différentes éprouvettes

Les résultats numériques du tableau montrent la sensibilité du module de Young, de l'allongement et du durcissement au rayon de l'entaille. En effet, ces évolutions sont directement liées à la contrainte équivalente. Dans le but de vérifier le taux de triaxialité généré par le rayon de l'entaille nous avons calculé par la relation :

$$T = \frac{\sigma_m}{\sigma_{eq}} = \frac{1}{3} + \ln \left(1 + \frac{D_0}{4R_{c0}} \right) \quad [33] \quad \dots(26)\dots$$

Avec : T triaxialité, σ_{eq} : Contrainte équivalente, σ_m : Contrainte moyenne

D_0 : diamètre minimal des éprouvette; R_{c0} : rayon en fond d'entaille des éprouvettes ;

Calcul de la contrainte équivalente : $\sigma_{eq} = \sigma_e \times F_B$

$$\text{Avec: } F_B = 1 / (1 + 4r / d) \ln (1 + d / 4r) \quad \dots(27)\dots$$

F_B : Constante de Bridgman, d : diamètre en fond d'entaille des éprouvettes, r : rayon de l'entaille

L'évolution de Contrainte équivalente, Contrainte moyenne en fonction de la triaxialité pour les différentes éprouvettes sont données dans le tableau IV.4

	T	σ_m	σ_{eq}
compression	-0,33	-4,29	13
traction R10	0,451116369	4,060047321	9
traction R4	0,605267049	6,476357422	10,7
traction R2	0,818841149	10,39928259	12,7

Tableau IV.4 : correspondance en valeurs de T, σ_m , σ_{eq}

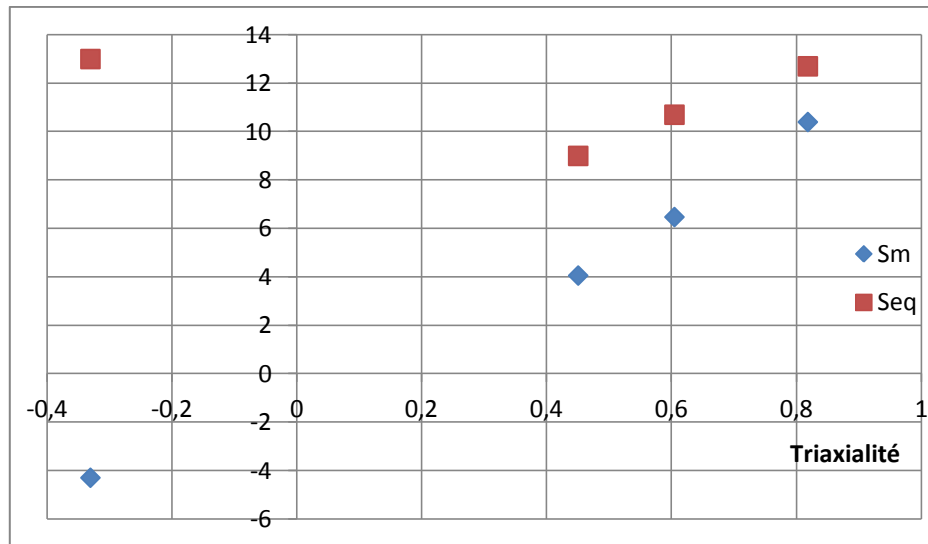


Figure III.9 : influence de T sur σ_m et σ_{eq}

La figure III.9 montre que la contrainte moyenne est sensible au rayon de l'entaille. En effet, pour un rayon de 2mm la contrainte moyenne est élevée (10,39MPa) contrairement au rayon de 10mm, le même constat a été fait pour la contrainte équivalente.

I.3 Résultat de compression :

Afin de vérifier la reproductibilité des résultats de compression et dans le but de voir le comportement du matériau étudié en cet essai nous avons procédé à quatre essais de compression dans les mêmes conditions ($\dot{\epsilon} = 0,033 \text{ s}^{-1}$ et la limite de l'essai est 60% de déformation). Les résultats obtenus sont rassemblés dans la figure III.10

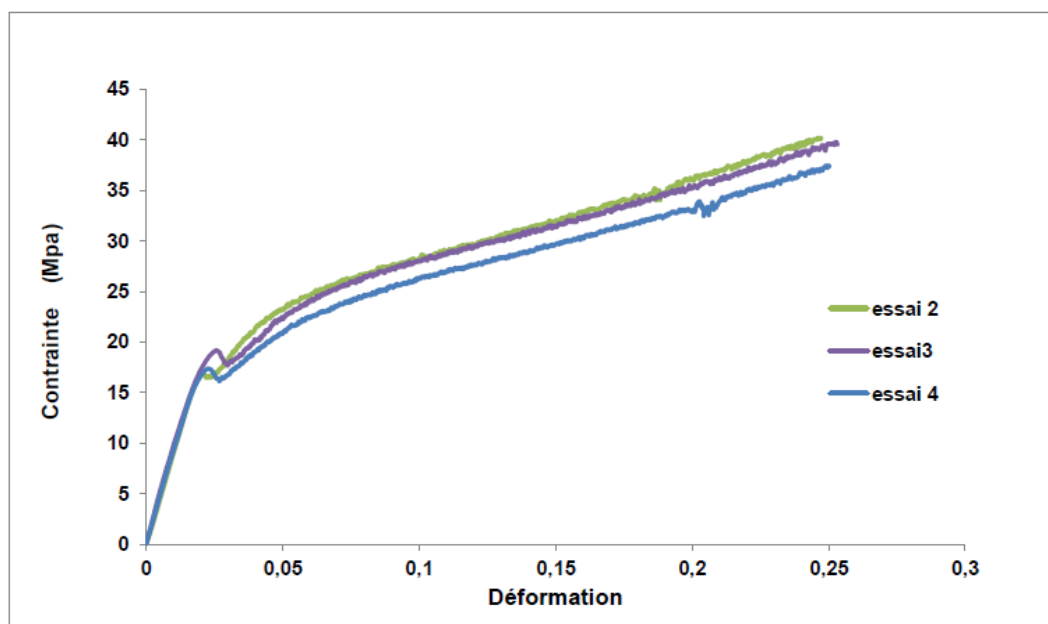


Figure III.10 : Courbe de compression d'éprouvette en PEhd

Nous remarquons une parfaite reproductibilité du comportement du matériau, toute fois on marque l'apparition d'une zone linéaire élastique délimité par un genou de compression suivi d'une zone à forte plasticité avant d'atteindre le durcissement. Par conséquent, on constate une petite variation des caractéristiques telles que σ_e et E.

I.4 Exploitation des courbes de compression pour la détermination « E » et « σ_e »

Comme pour le cas de la traction, nous avons appliqué la méthode de la tangente à l'origine des courbes (figure III.11). Les valeurs de la limite élastique et de module d'Young obtenues pour chaque essai sont présentées dans le tableau IV.5.

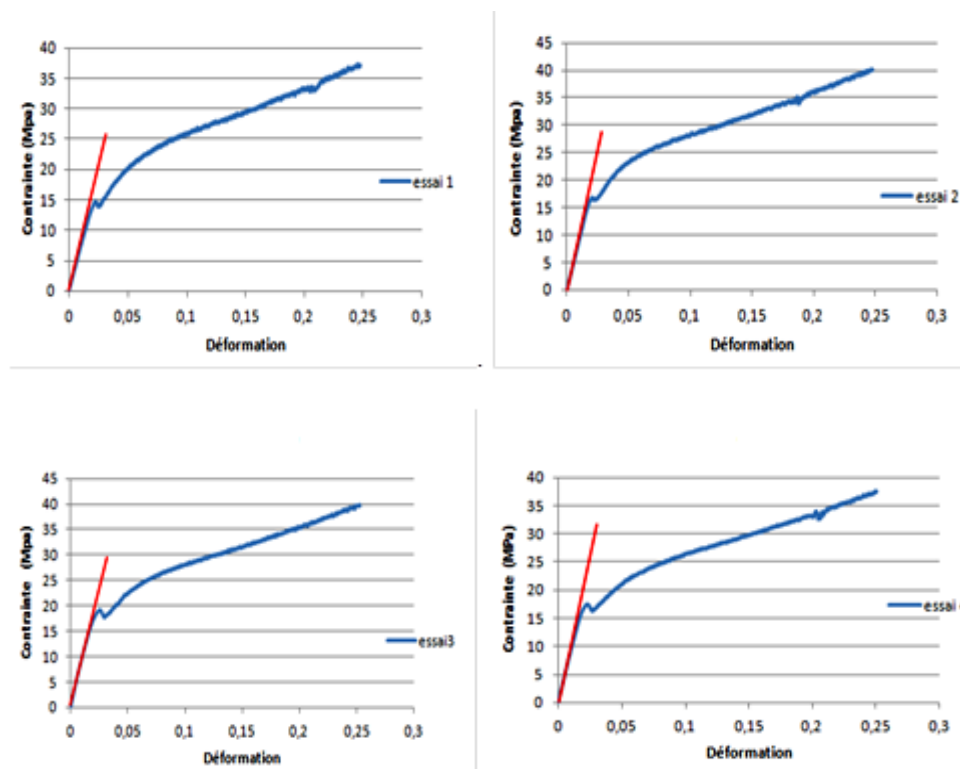


Figure III.11 : pente de la partie élastique des courbes contrainte –déformation des différents essais de compression

Essai	Module d'élasticité (MPa)	La limite élastique (MPa)
Essai 1	684,780753	14,00792074
Essai 2	895	15,01951026
Essai 3	873,46283	17,00254211
Essai 4	886	15,07555556

Tableau IV.5 : valeurs de module d'Young et limite élastique obtenus en compression

II. Résultat fluage /relaxation :

II.1 Explication d'une courbe de fluage :

La **Figure III. 12** représente l'allure générale de la courbe de fluage obtenu pour les essais à contraintes de 5kN, 10kN imposée, il faut noter que ces essais ont été interrompus avant rupture, lorsque le stade de fluage secondaire stabilisé était atteint, rendant accessible la vitesse de déformation minimale. Les contraintes appliquées lors des essais sont toutes inférieurs à σ_e . L'étape de mise en charge se traduit alors par une déformation élastique ϵ_0 de l'éprouvette liée à des mécanismes de dislocations [17], il y a surtout création et propagation des dislocations. En général, ces dislocations ne forment pas de structures cellulaires particulières.

La courbe de fluage pour les charges de 5kN et 10kN nous à permis de différencier deux stades de fluage durant 1000 min d'essai. Fluage primaire, fluage secondaire, Cependant pour les essais sous 12kN de charge nous avons constatés l'apparition d'un troisième stade appelé fluage tertiaire qui est du à la manifestation précoce du phénomène de striction figure IV.8.

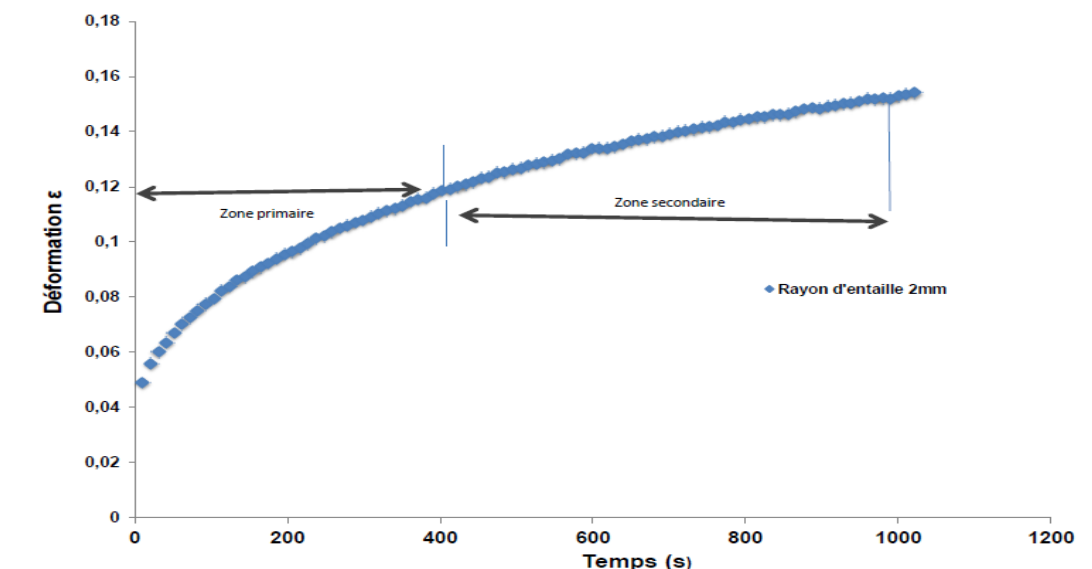


Figure III.12 : courbe de fluage présentant les deux stades du fluage sous contrainte constante sur une éprouvette à entaille de 2mm en PEHD

i. Le fluage primaire :

La première partie de la courbe s'étend de $t \in [0, 400]$ s marqué par l'apparitions d'une déformation élastique ϵ_0 et une décroissance de la vitesse de déformation avec le temps. Ce phénomène c'explique par le fait que les liaisons du réseau macromoléculaire ne sont pas orientées, il y a donc pas de restriction de mouvement ensuite dès que il commence à

s'orientées des interférences apparaissent entre elles d'où la résistance au fluage qui provoque une baisse de la vitesse de déformation [21]. Ce premier stade du fluage est appelé fluage primaire, ou fluage transitoire. A basse contrainte à température ambiante, le fluage primaire est le régime de fluage prédominant.

La mise en équation du fluage primaire fait intervenir le temps. On retiendra essentiellement la loi du fluage parabolique. [22]

$$\varepsilon = \varepsilon_0 + \beta t^m$$

Où : $0 < m < 1$; β constante du matériau

ii. Le fluage secondaire :

Le deuxième stade du fluage est nommé fluage secondaire ou fluage stationnaire, il va de $t \in [400, 1000]$ s. Il se caractérise par une vitesse de déformation constante. Cette vitesse de déformation est appelée vitesse de déformation minimale et correspond au paramètre de dimensionnement le plus important que l'on puisse tirer de la courbe de fluage [17]. La densité de dislocations reste stable au cours de ce stade. La sous-structure se forme et se détruit constamment : il y a équilibre entre les processus de formation et d'annihilation des dislocations. En revanche, la désorientation entre les sous-grains augmente avec le temps [22]. Le fluage stationnaire est couramment décrit par la loi puissance :

$$\dot{\varepsilon} = \beta \sigma^n \exp^{-\Delta H/kT}$$

Où : β et n sont des constantes du matériau et ΔH l'énergie d'activation du mécanisme contrôlant la vitesse de déformation.

$3 < n < 8$ pour la plupart des métaux purs et alliages courants.

II.2 Etude du comportement au fluage :

II.2.1 Effet de la triaxialité sur le comportement en fluage du matériau:

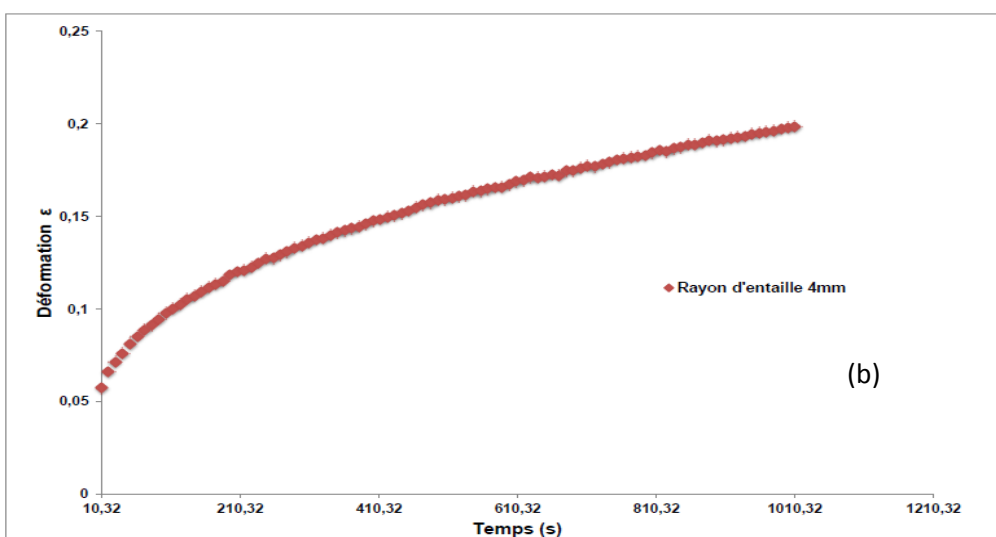
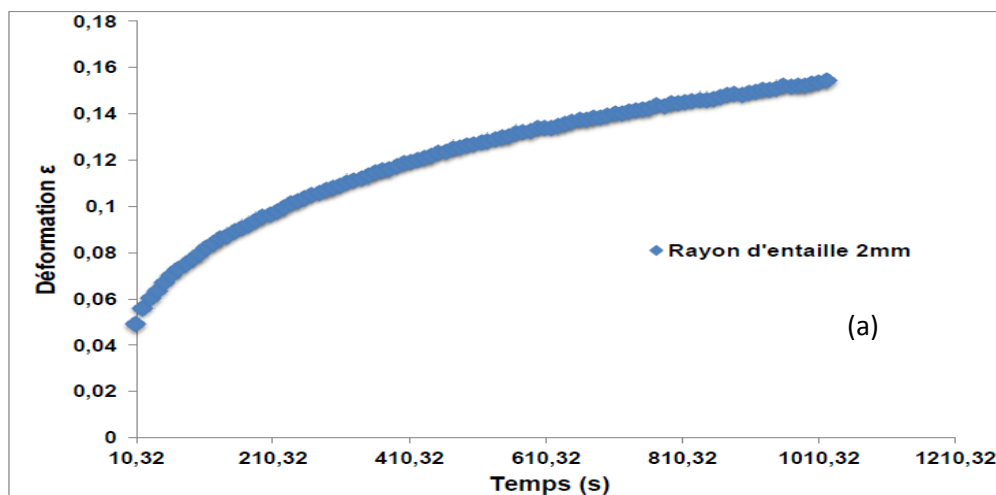
Pour confirmer les effets de la triaxialité constatés aux essais de traction à partir des 3 principaux rayons d'entaille étudiés, les essais de fluage ont été menés à une vitesse de déformation constante $\dot{\varepsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Sur les différents types d'éprouvettes avec des charges différentes 5kN, 10kN et 12kN. L'exploitation des courbes Déformation-Temps obtenus de ces essais permet de mettre en évidence le comportement élastique, viscoélastique et viscoplastique de notre matériau et la détermination de la déformation à des instants bien précis sur l'éprouvette. Aussi ça nous a permis de déduire l'allongement à la rupture, le module de Yong, la complaisance au fluage J et le coefficient de fluage α

Avec : $\alpha = d\varepsilon / d(\log t)$ et $J = \varepsilon / \sigma$

Les figures IV.6, 7, 8 illustrent les courbes obtenues lors des essais sur les éprouvettes entaillées, pour les contraintes de 5kN, 10kN, et 12kN respectivement l'allure générale de ces courbes est semblable ; elles montrent les stades de fluage présenté précédemment. Exception faite pour les charges de 12kN, ou nous avons constatés une augmentation brusque de la déformation au temps de fluage faible, ainsi qu'une apparitions d'un troisième stade de fluage appelé fluage tertiaire (paragraphe II.1.4.1.2).

On remarque dans les courbes une disproportion entre la déformation et le taux de triaxialité, d'où l'on constate l'accroissement de la déformation et la vitesse de déformation pour les rayons d'entailles les plus importants. Cependant, on constate aussi que la rupture survient a une déformation faible pour le rayon le plus petit de l'entaille (figure III. 13, 14 et 15). La valeur de déformation à rupture tend à augmenter lorsque le rayon 'R' augmente, ce qui justifie l'effet "de la triaxialité" sur le comportement du matériau.

Les courbes obtenues sont données séparément pour chaque rayon et intensité de charge puis, pour plus d'éclaircissement, nous les avons rassemblées dans un même graphe



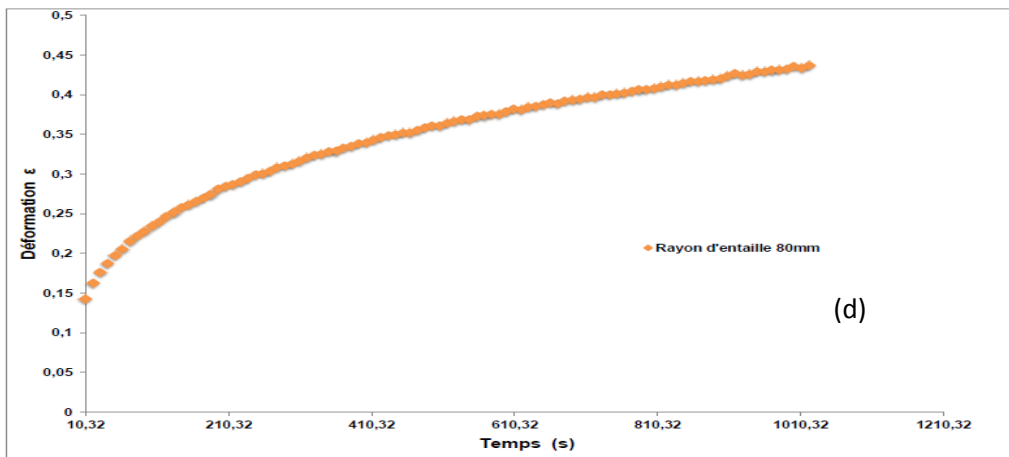


Figure III.13 : courbes de fluage des éprouvettes a / type 1, b/type 2 , d/ type 4 sous une charge de 5kN

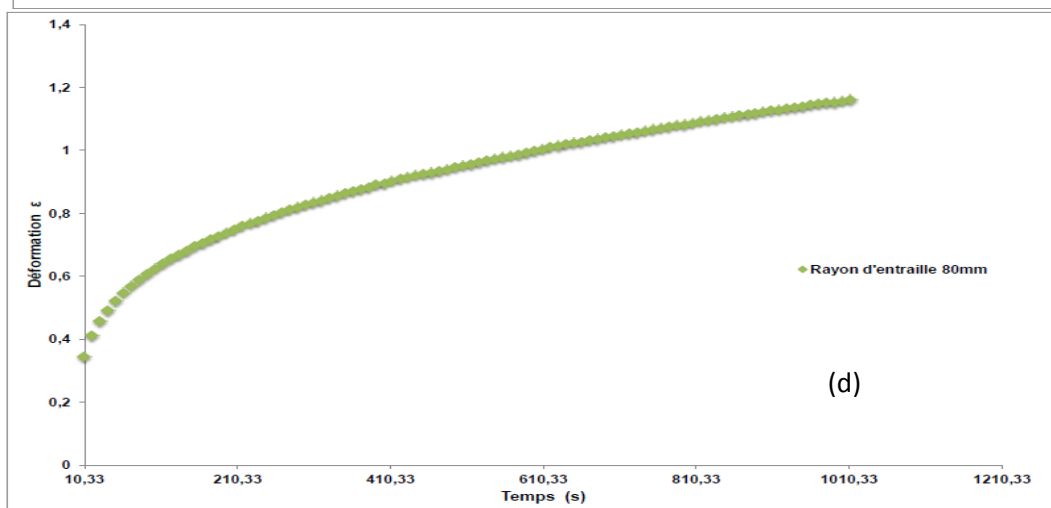
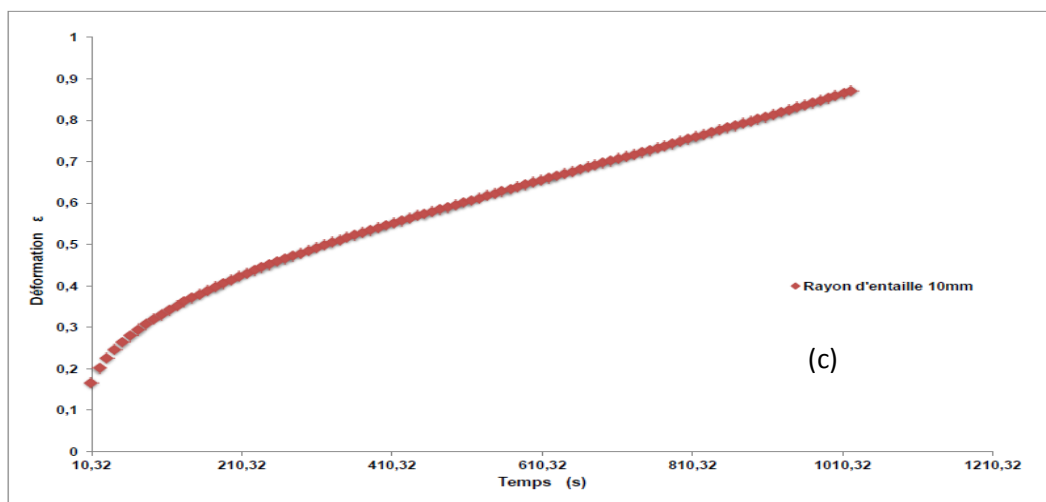


Figure III.14 : courbes de fluage des éprouvettes c/ type 3, d/ type4 sous une charge de 10kN

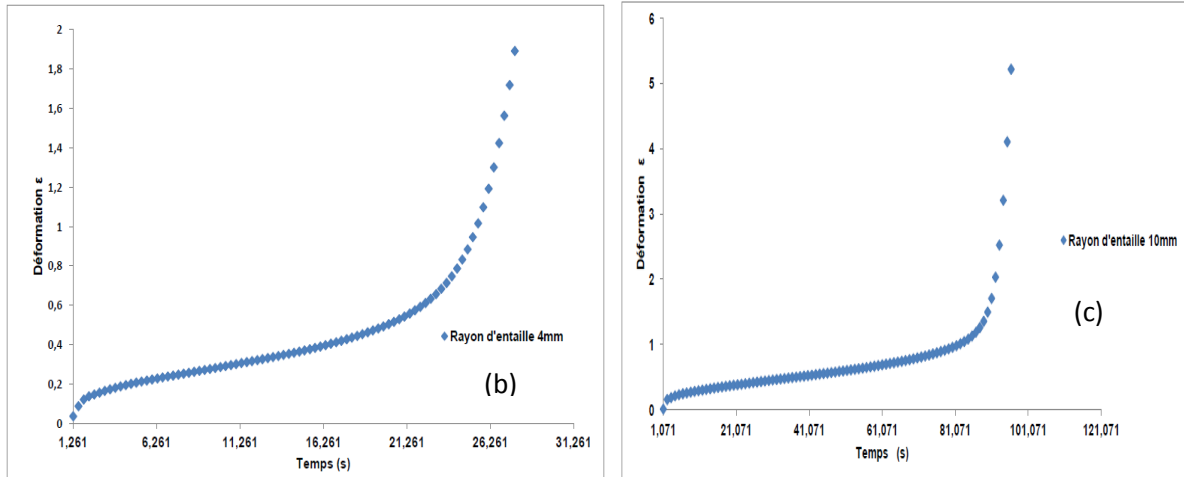


Figure III.15: illustration courbe de fluage des éprouvettes b/ type 2, c/ type3 sous une charge de 12kN

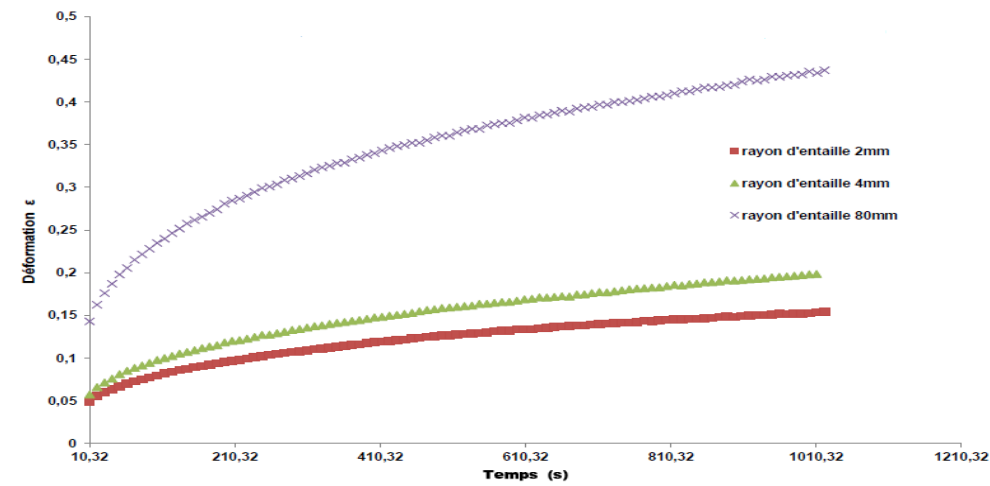


Figure III.16 :effet la triaxialité sur le comportement en fluage du PEHD sous charge de 5kN

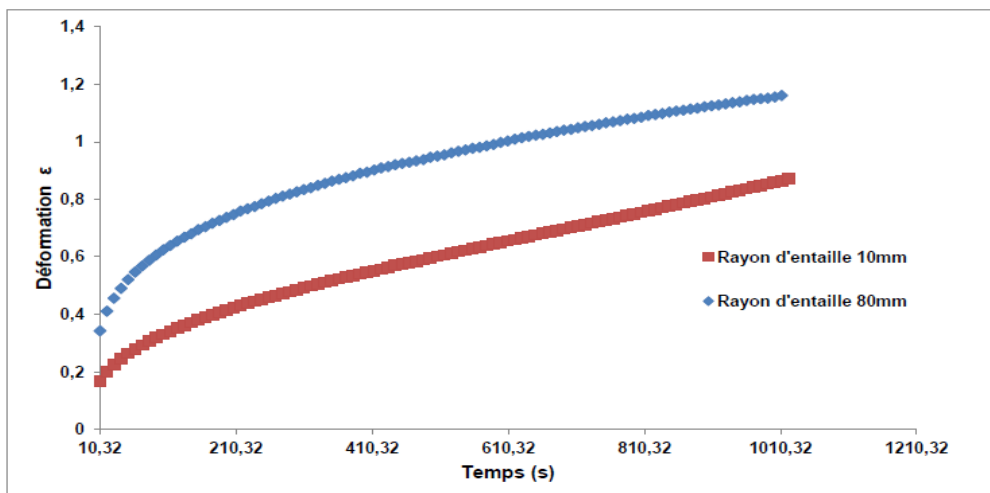


Figure III.17 : effet la triaxialité sur le comportement en fluage du PEHD sous 10kN

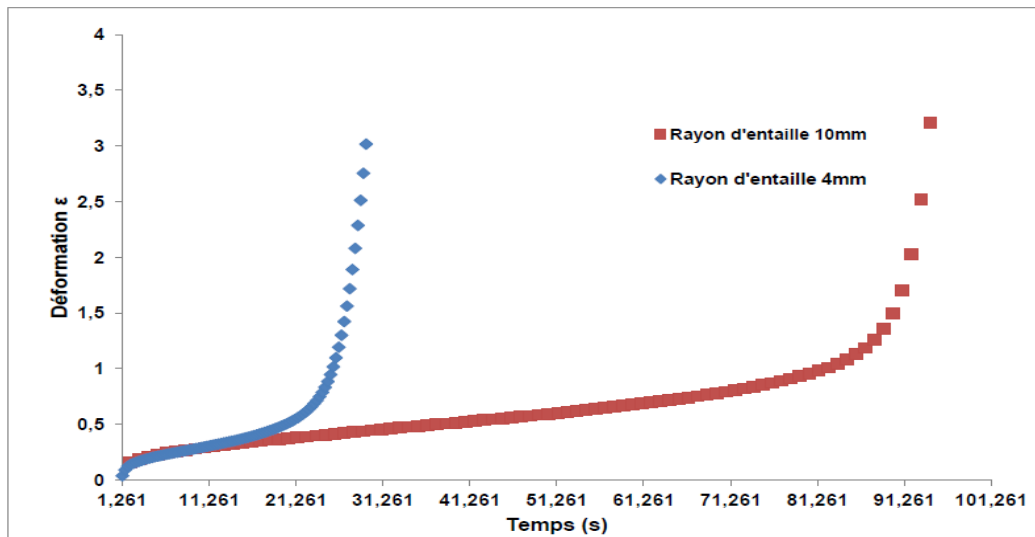
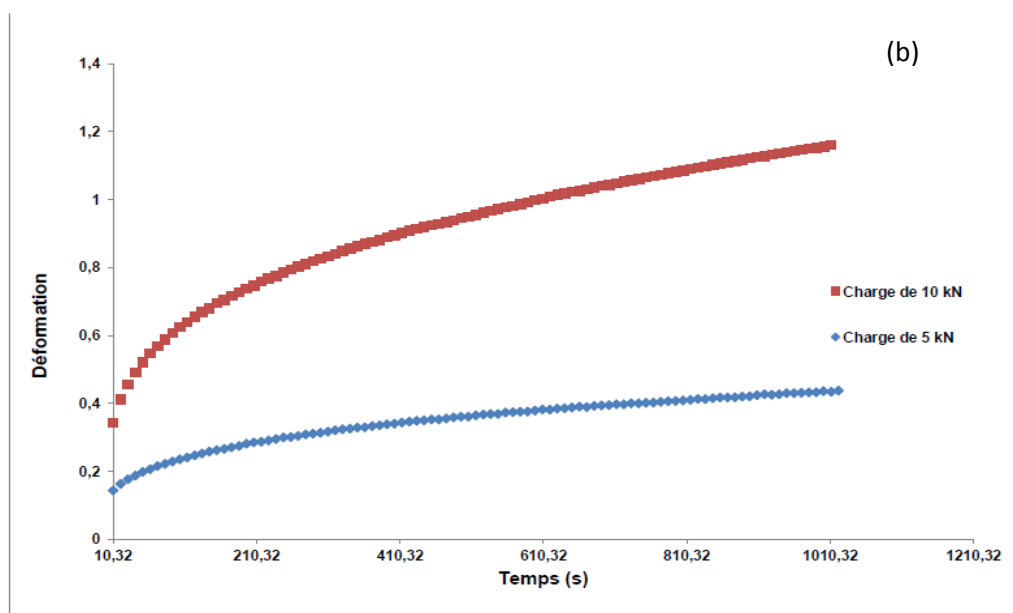


Figure III.18 : Effet la triaxialité sur le comportement en fluage du PEHD

II.2.2 Effet de la contrainte sur le comportement en fluage :

Dans le but d'investiguer l'effet de la contrainte imposée sur le comportement du PEhd en fluage, nous avons présentés ci-dessous les courbes de fluage de deux types d'éprouvettes, celle avec un rayon d'entaille de 4 mm et 80 mm sous une même vitesse de déformation $\dot{\epsilon}=10^{-3}\text{s}^{-1}$ mais pour des charges différentes.

Nous constatons qu'une élévation de la contrainte appliquée entraîne une augmentation des déformations instantanées et de la vitesse de fluage, une diminution des temps de fluage ainsi que de rupture, cependant on peut dire que la complaisance au fluage diminue ce qui veut dire que l'élasticité augmente.



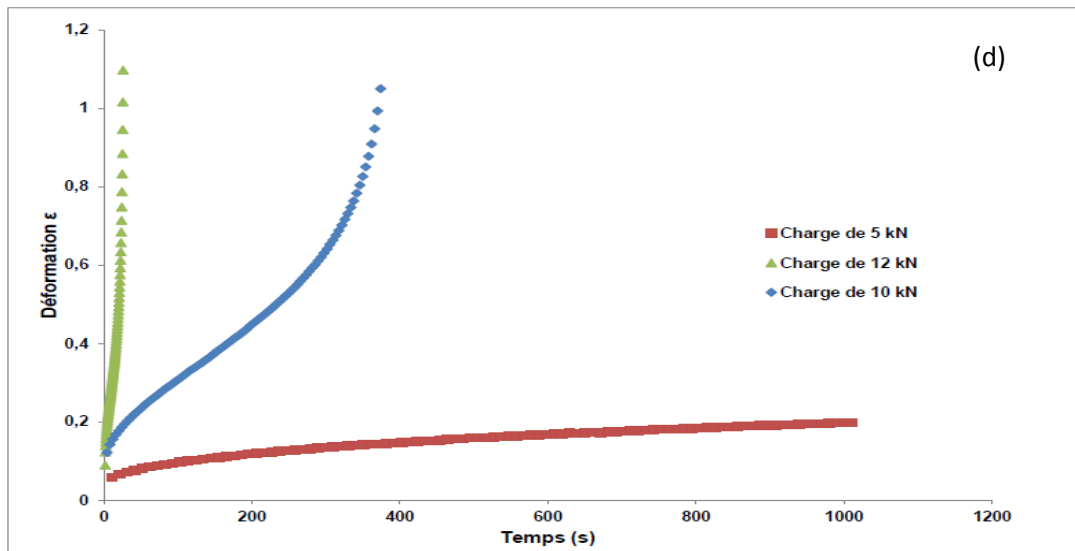


Figure III.19 : Influence de la contrainte sur le comportement en fluage du PEHD

II.3 Essai relaxation :

Sur la Figure III.20 nous avons représenté une courbe de relaxation obtenue d'un essai sur éprouvette en PEHD sous une déformation imposé $\epsilon = 0.08$ constante au cours de l'essai. Toutes les courbes des autres essais pour différentes déformation imposée ont la même allure que celle présenté, nous les présentons dans les figures comportant les courbes comparatives.

Un essai de relaxation permet essentiellement de connaître le module de relaxation, le temps et la contrainte conduisant à un niveau de sécurité recherchée et de déterminer le niveau de contrainte accommodé.

Dans l'essai, l'étape de mise en charge se traduit alors par une déformation élastique ϵ_0 de l'éprouvette et une contrainte maximale. La relaxation proprement dite se concrétise par une diminution de la contrainte atteinte au cour de la période de l'essai. La courbe de relaxation nous a permis de différencier trois stades :

Le premier stade se caractérise par une baisse brutale et considérable en un minimum de temps de la contrainte, qui est due au relâchement de la tension sur les chaines moléculaires et le repositionnement de la structure du matériau, puis s'ensuit une partie marqué par une baisse graduelle de la contrainte avec le temps qui s'explique par le retour élastique et l'élasticité du matériau. Enfin on remarque un état stabilisé de la contrainte pour le reste du temps de l'essai.

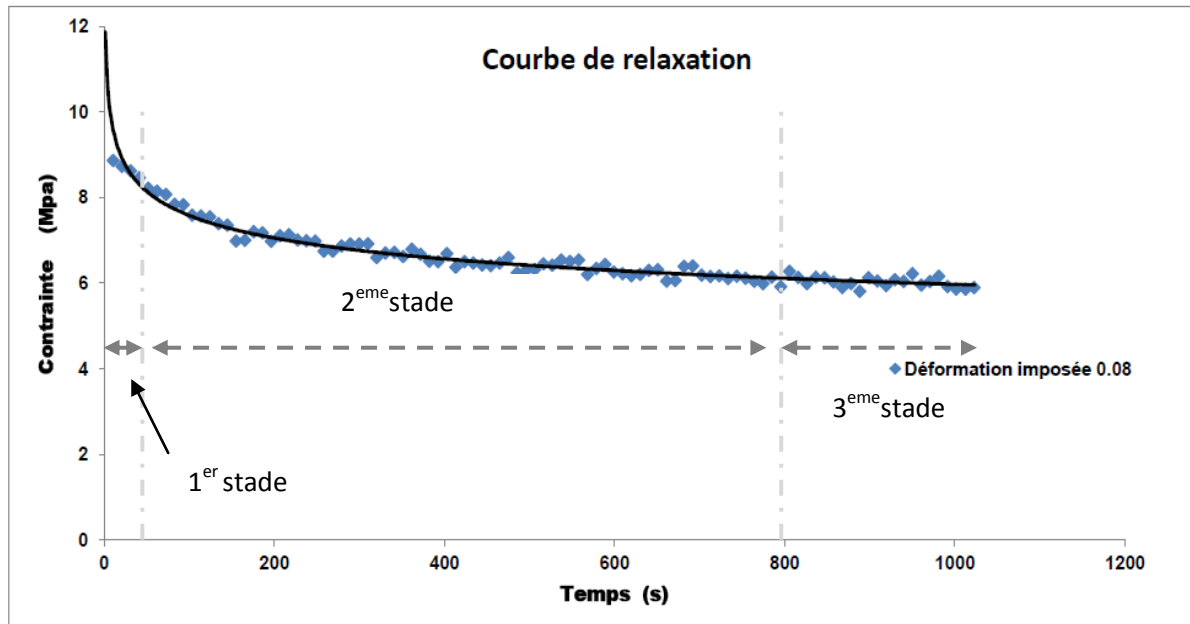


Figure III.20 : courbe de relaxation d'éprouvette en PEHD

II.3.1 Effet de la déformation imposée sur le comportement en relaxation :

Pour montrer l'effet qu'a la déformation imposée sur le comportement en relaxation nous avons procédé à des essais sous déformation imposée différente pour chaque type d'éprouvette. Le tableau IV.6 résume les valeurs correspondant à chacune d'elles

Eprouvette	Déformation ε		
Type 1	0.08	0.16	0.30
Type 2	0.15	0.29	0.56
Type 3	0.27	0.53	1.04

Tableau IV.6 : condition sur la déformation imposée pour chaque essai de relaxation

Nous présentons dans la figure III.21 les courbes de relaxation de l'éprouvette avec rayon d'entaille de 4mm sous différentes déformation imposée et vitesse de déformation 10^{-3} s^{-1} . Nous constatons que pour une augmentation de la déformation initiale la contrainte augmente et que le temps de relaxation reste presque le même pour les trois cas. Tandis qu'il apparaît que le niveau de chute de la contrainte et le phénomène de relaxation proprement dit est plus significatif lorsque la contrainte est faible ce qui est expliqué par le fait que seul la phase amorphe entre en déformation et lorsque la contrainte augmentation on assiste à une entrée de la phase cristalline se qui empêche le retour aisé à l'équilibre et engendre des contrainte résiduelle.

On dira alors que l'élévation de la contrainte entraine des mécanismes de déformation complexe et la recouvrance de l'état d'équilibre demande un temps plus important.

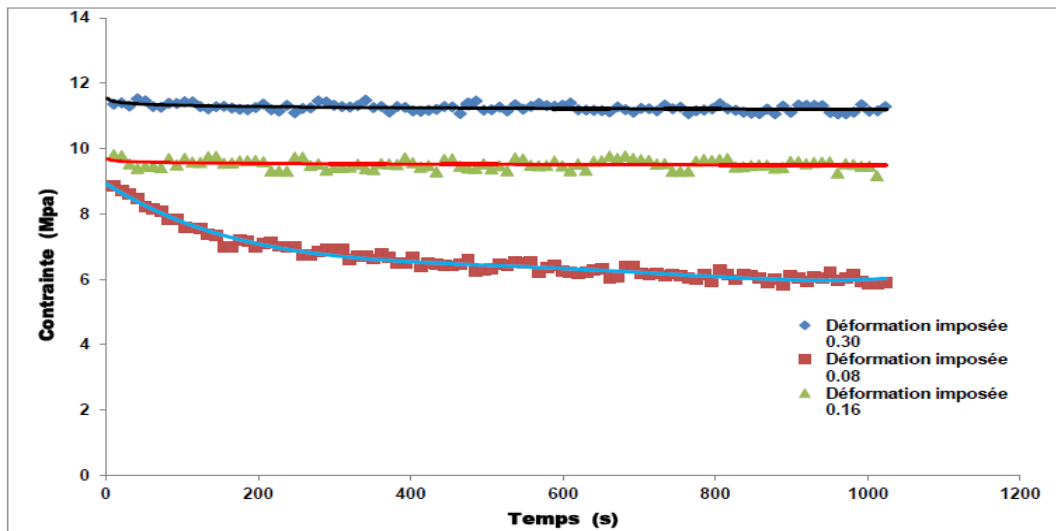


Figure III.21 : résultat de relaxation comparatif à différentes déformation imposées éprouvette à rayon d'entaille 2mm

Dans les essais de relaxation sur éprouvette à rayon d'entaille de 4mm et 10mm (figure III.22, 23) le même comportement a été constaté mis à part que les temps de relaxation pour cette fois était différents d'un essai à un autre. En effet, pour les "type2" le temps de relaxation a varié entre 200 s à 600 s pour des déformations imposées de 0.29, 0.56 respectivement. Alors qu'on a enregistré des temps de 1000 s pour les "type3" sous déformation imposée de 0.53, 1.04 et un temps de 100 s pour une déformation de 0.27.

Ajouté à ça, la diminution de contrainte jusqu'à des valeurs faibles lors des essais sur éprouvette le type 2 et un essai sur l'éprouvette de type 3 sous déformation imposée de 0.27 chose qui s'explique par la reprise d'une organisation moléculaire plus large au sein du matériau

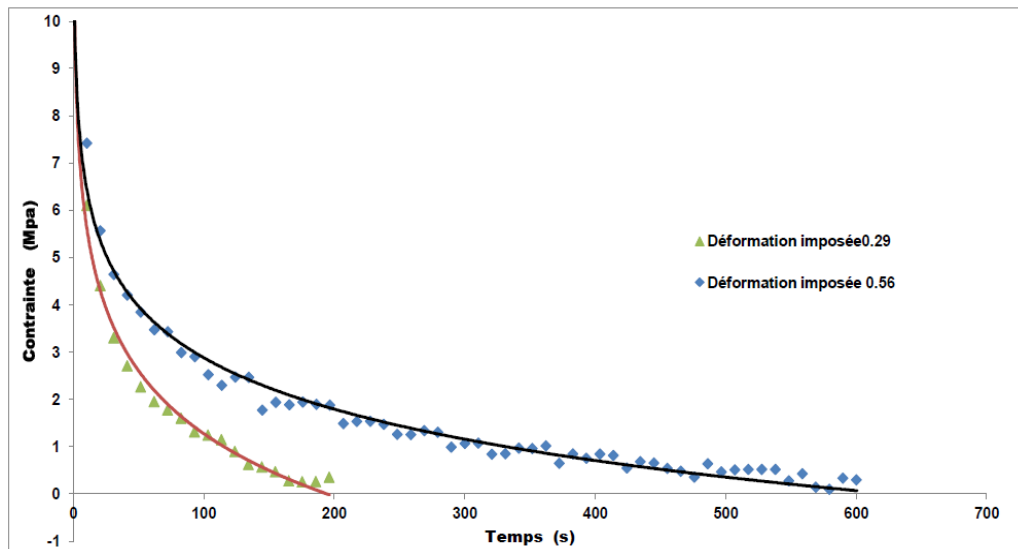


Figure III.22 : résultat de relaxation comparatif à différentes déformation imposées éprouvette à rayon d'entaille 4mm

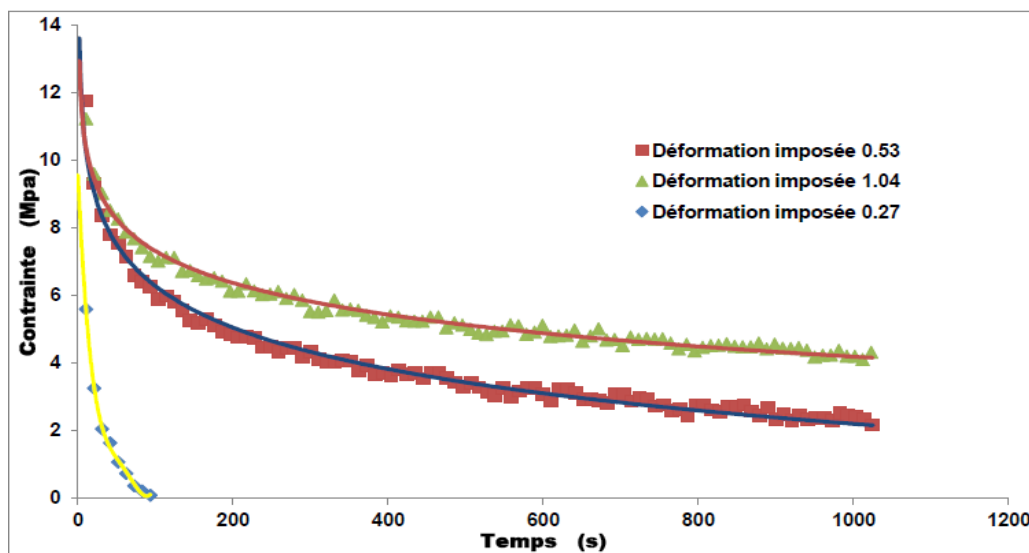


Figure III.23 : résultat de relaxation comparatif à différentes déformation imposées éprouvette à rayon d'entaille 10mm

Conclusion Générale

Cette étude a fait l'objet de la caractérisation d'un polymère semi cristallin qui est le PEhd. Le comportement au fluage à différentes contraintes ainsi que celui à la relaxation à différentes déformations imposées sous l'effet de la triaxialité ont été approchés. Les différentes phases du travail nous ont permis de consolider et d'enrichir nos connaissances en la matière des polymères ainsi que en usinage et en l'expérimentale.

Les conclusions qui découlent de ce travail restent valables pour le PEhd à notre point de vue.

- Les essais de traction uniaxiale et de compression à faible vitesse de déformation que nous avons réalisés nous ont permis de déterminer les caractéristiques du PEhd (limite d'élasticité, module de Young, allongement à la rupture,...etc.) et d'étudier l'influence du taux de triaxialité sur ces caractéristiques. En effet, à faible taux de triaxialité le module d'élasticité et l'allongement à la rupture augmente ce qui rend le matériau plus élastique et lui confère une bonne aptitude en déformation et vice versa. Cependant on a constaté aussi que la limite élastique tirée des essais de traction sont largement inférieure à celle tirée en compression. Ceci est expliqué par l'entassement des unités constitutives du polymère lors de la compression et donc le glissement va être plus difficile.

- De la campagne des essais de fluage à différentes charges nous avons montré l'interaction et l'évolution de la déformation avec la contrainte pour les différents taux de triaxialité. Nous avons pu constater pour un temps d'essai de 1000 min l'apparition de stade de fluage primaire et secondaire à charge de 5kN, 10kN. Par ailleurs, ça nous a permis de mettre en évidence l'effet de la contrainte et de la triaxialité sur le comportement qui s'est traduit par l'augmentation de la déformation avec la charge. Les essais de fluage à charge de 12kN ont montré un accroissement du temps de fluage avec la diminution du taux de triaxialité avant d'atteindre la rupture.

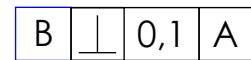
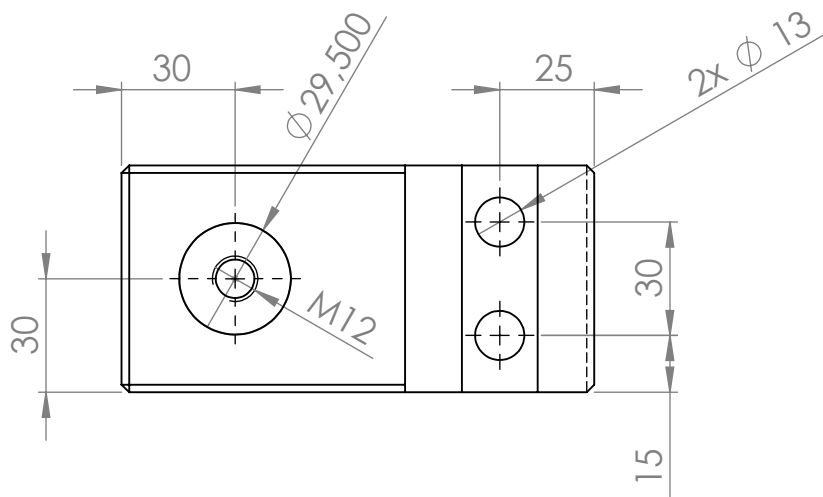
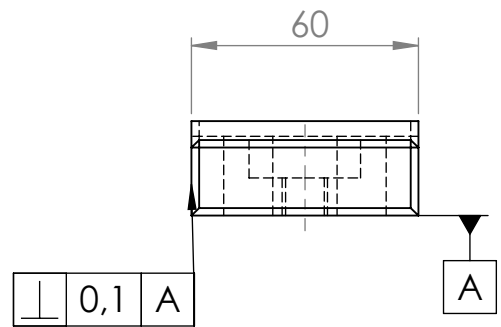
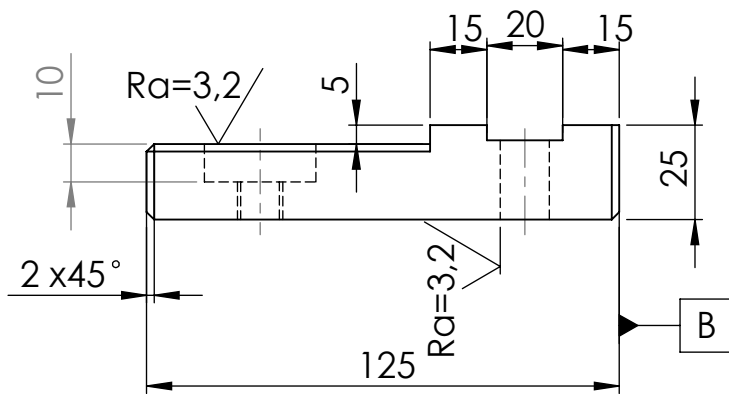
- Nous avons pu également lors des essais de relaxation mettre en évidence le phénomène de recouvrance à différentes déformations imposées à chaque type d'éprouvette. En effet, une atténuation de la contrainte enregistrée au début d'essai a été constatée pour différents temps et cela est directement lié au taux de triaxialité et au nombre de chaîne engagé dans le phénomène.


- Enfin, le travail ainsi réalisé nous a permis de développer une approche synergique expérimentale pour la caractérisation du comportement mécanique du polyéthylène à haute densité soumis au phénomène de fluage. Elle pourra notamment servir comme outil d'aide à la modélisation et à la proposition d'un modèle d'évolution des propriétés.

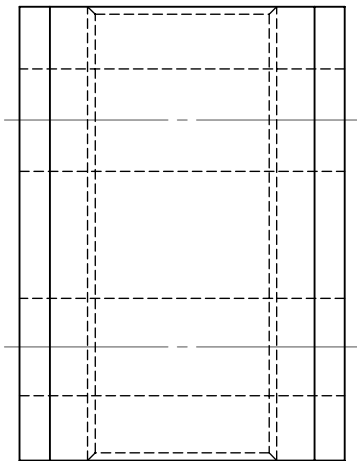
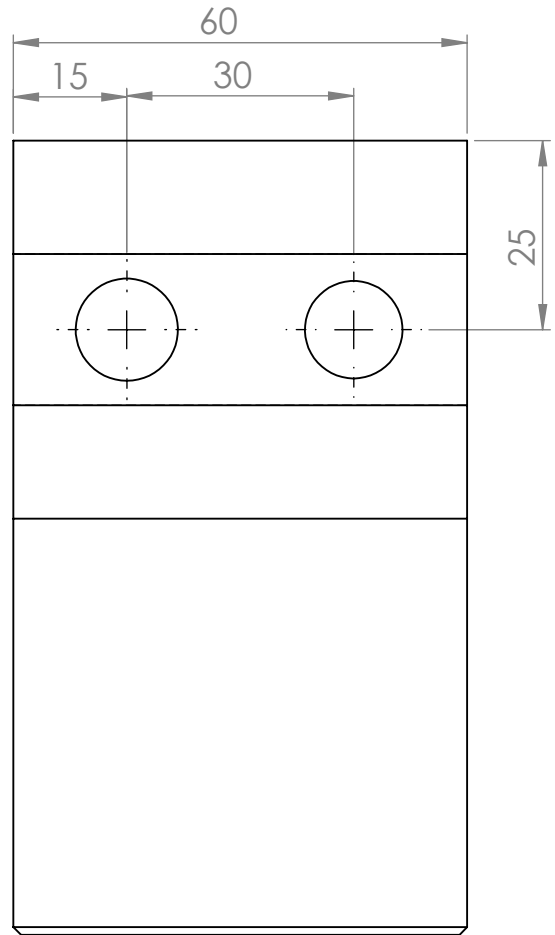
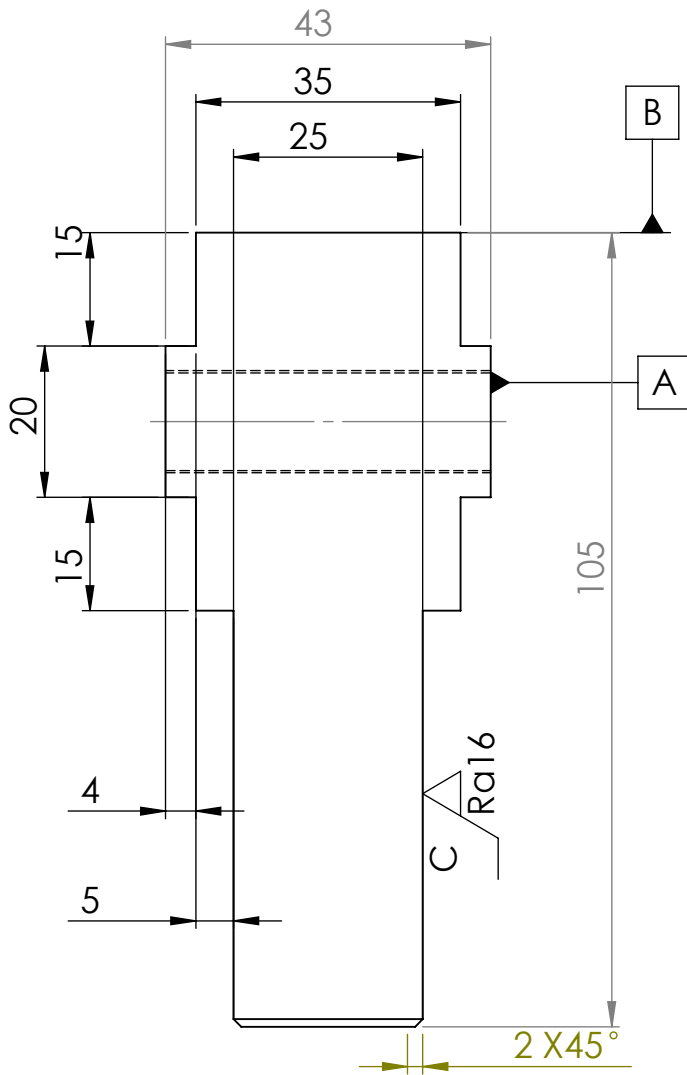
Références bibliographiques :


- [1] : Jean Bost, "Matière plastique I chimie et application", 2^{ème} édition, page 9
- [3] : William D, Cullister Jr, "science et génie des matériaux", 5^{ème} édition, modulo
- [4] : Marc Cerrega et all; "Matériel industriel matériaux polymères". 2^{ème} édition
- [5] : Michel frontanille, Yves Gnanou, "chimie et physico chimie des polymères", 2^{ème} et 3^{ème} cycle école d'ingénieur
- [6] : Kara Y, Mardjane R, "Caractérisation mécanique du polyéthylène à haute densité (PEHD) et l'influence des rayons de courbures ", TH/DEUA, UMMTO, 2008/2009 ;
- [7] : Gridaine D ; "caractéristique des polymères", cour module plasturgie, IU TROYES, 2009/2010 ;
- [8] : Patrica Karawczak ;" Essai mécanique des plastiques, caractéristiques instantanées" ; technique d'ingénieur, vol AM 3510
- [9] : Chatain M ; "comportement physique et thermomécanique en relation avec la structure, traité plastique et composite", technique d'ingénieur , A3110
- [10] : Pabiot J ;" les fonctions caractéristique rhéologique des hauts polymères plastique moderne et élastomère", technique d'ingénieurs, janvier 1970
- [12] : J P trotignon ;" matière plastique", édition Nathan ,2006 Paris
- [13] : Rida Arieby, "Caractéristique Mécanique et Modélisation Thermodynamique du comportement anisotrope du Pehd",TH/DOC , Nancy, 2007
- [14] : Johann Houlle ; "info plastique et caractéristique",([http:// infoplastiques.blogspot.com](http://infoplastiques.blogspot.com))
- [15] : Reynald Dossogne ; "polyéthylène haute densité PEHD" technique d'ingénieur, A3315
- [16] : Patrica Krawczak ; "Essai plastique renforcé traité plastique et composite", technique d'ingénieurs, AM5405 année 1997
- [17] : François saint Antonin ; "essai de fluage" technique d'ingénieur M140
- [18] : "relaxation de contrainte" (google)
- [19] : François Antonin ; Essai de relaxation isotherme technique d'ingénieur, M141
- [20] : DOMINIQUE François ; "Essai Mécanique et lois de comportement", édition Hermes science. Paris 2001

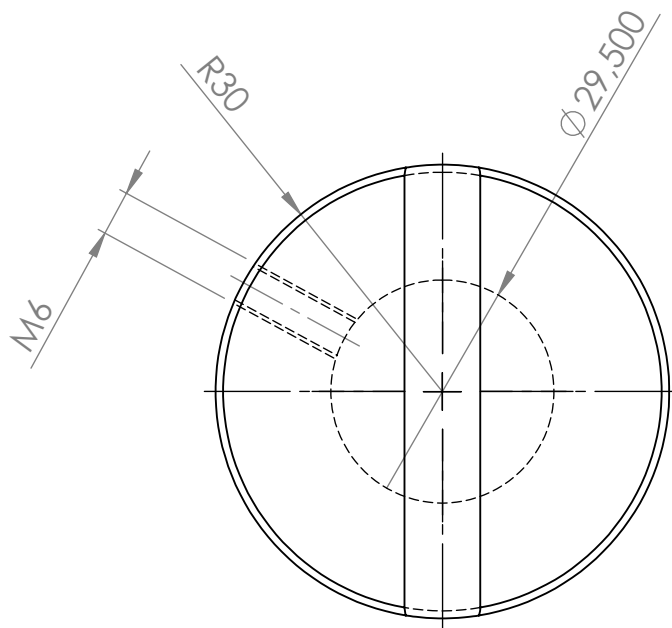
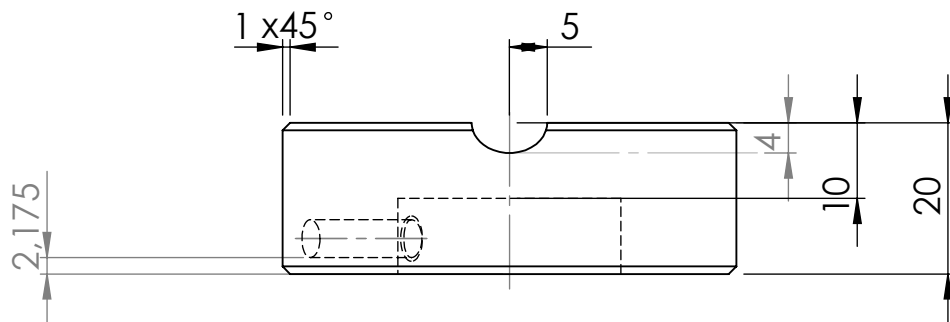
- [21] : MEDDANE S, AICHOUR M ; "Effet de la vitesse de déformation et du taux de triaxialité sur le seuil de plasticité du PEHD en traction, compression et cisaillement". TH/ING, Tizi Ouzou 2010
- [22] : BERRADJ M, LARBI S ; "contribution a l'étude du comportement Mécanique en fluage des matière composite à matrice organique en milieu contrôlé" ; TH/ING ,Tizi Ouzou 2007
- [23] : ALAIN Cornet, FRANÇOISE Hlawka, « science des matériaux propriétés et comportement des matériaux », Ellipse édition 2003.
- [24] : J-P-Trotignon, J- Verdu, M- Piperaud, A-Dobraczynski « matières plastiques Structures, Propriétés, Mise en œuvre, Normalisations », Edition Nathan 2006.
- [25]: S.J.K. Ritchie, P. Davis & P.S. "Leevers, Brittle-tough transition of rapid crack propagation in polyethylene, Polymer", 1998, vol: 39
- [26]: A. Marquez-Lucero, C. G'Sell & K.W. Neale, "Experimental investigation of neck propagation in polymers, Polymer", vol:30, 1989
- [27] : 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
- [28]: M. Ishikawa et I. Narisawa, "Crazing in semi crystalline thermoplastics, Advance in polymer science",91/92, 1990
- [29]: H.H. Kausch, R Gensler, C. Grein, C.JG Plummer, P. Scaramuzzino, "Crazing in semicrystalline thermoplastics", Journal of macromoleculas science, part B-Physics, 1999
- [30]: H. Peterlin, "Molecular model of drawing polyethylene and polypropylene", Journal of materials science, 6(6), 1971b
- [31]: Q.Fu, Y.Men et G. Strobl, "A molar mass induced transition in the yield properties of linear polyethylene, Polymer", 44(6), 2003
- [32]: Julien BIEBER et Fabien KAUFFMANN; "info plastique, Méthode de laboratoire" ([http:// infoplastiques.blogspot.com](http://infoplastiques.blogspot.com))
- [33] : BRIDGMAN P.W., "The stress distribution at the neck of a tension specimen", Trans ASME, 1944




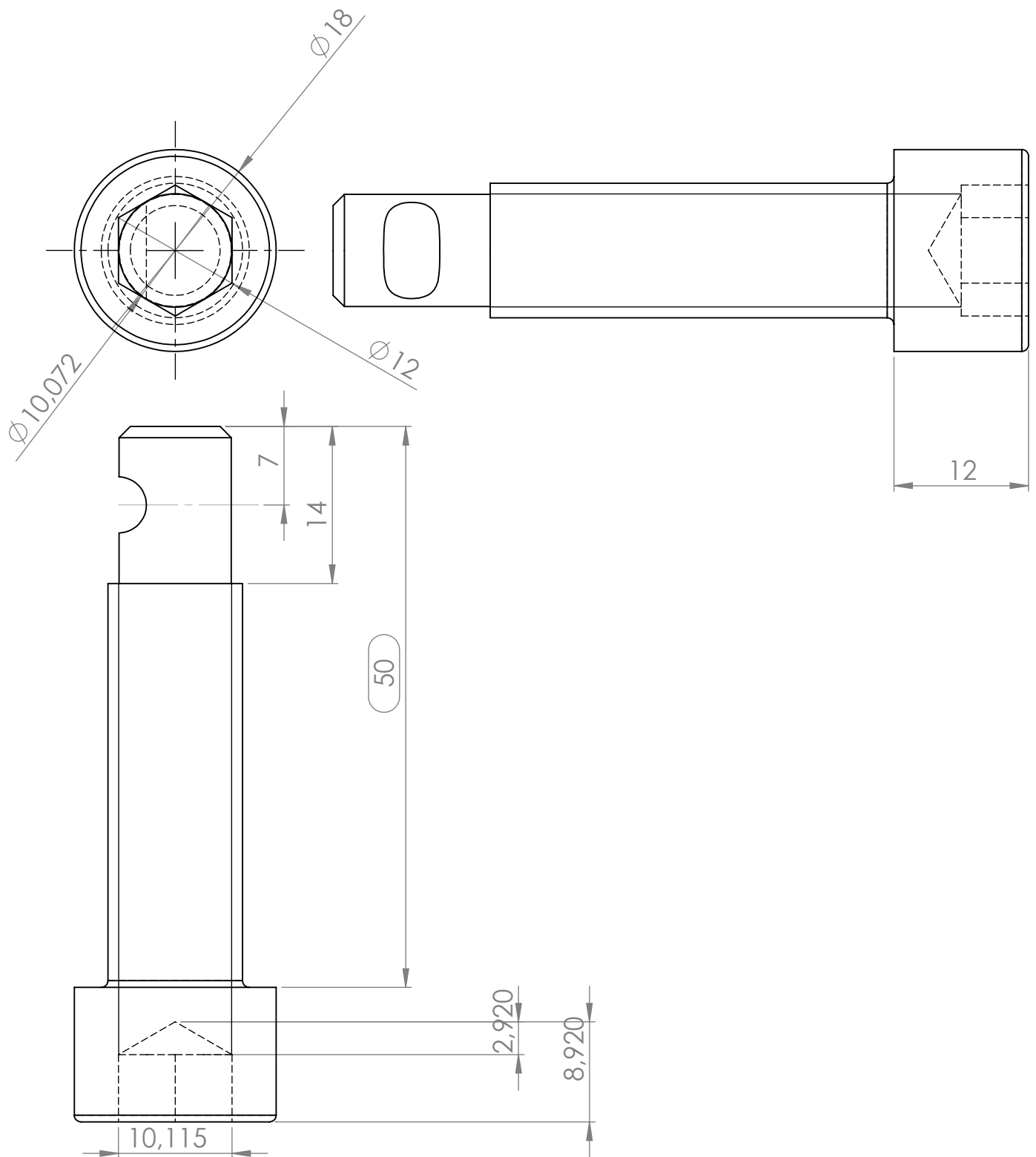
Matière: XC48	Tolérance générale: ± 0.5 Etat de surface générale Ra=6,4 sauf indication		
ECHELLE: 1:2 	Porte mors	Nom: KERMOUN	Langue fr
Université MOULOUD MAMMERI TIZI OUZOU		Date: 25/05/2013	




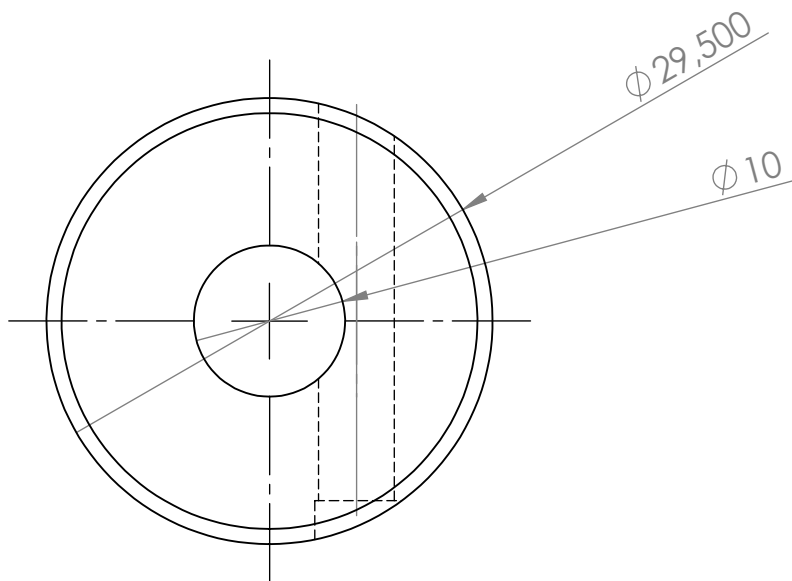
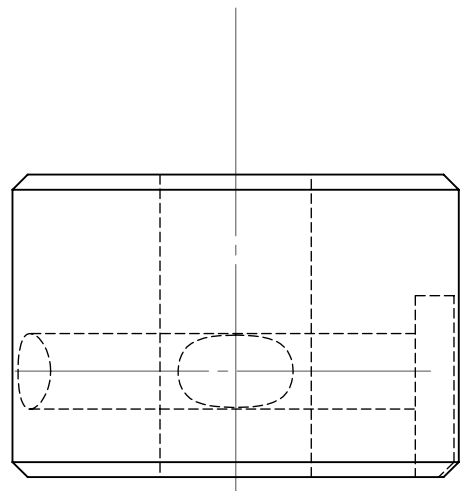
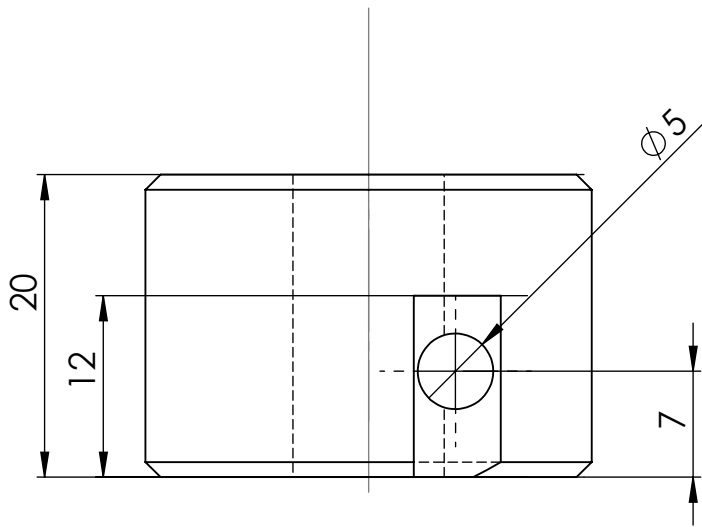
Matière:XC48	Tolérance générale ± 0.5 Etat de surface générale $\sqrt{Ra 12.5}$		
ECHELLE:1:1	Attache		Nom: KERMOUN
			Langue fr
Université MOULOU D MAMMERI TIZI OUZOU		Numéro: 1	Révision 0/0 Partie 5/8




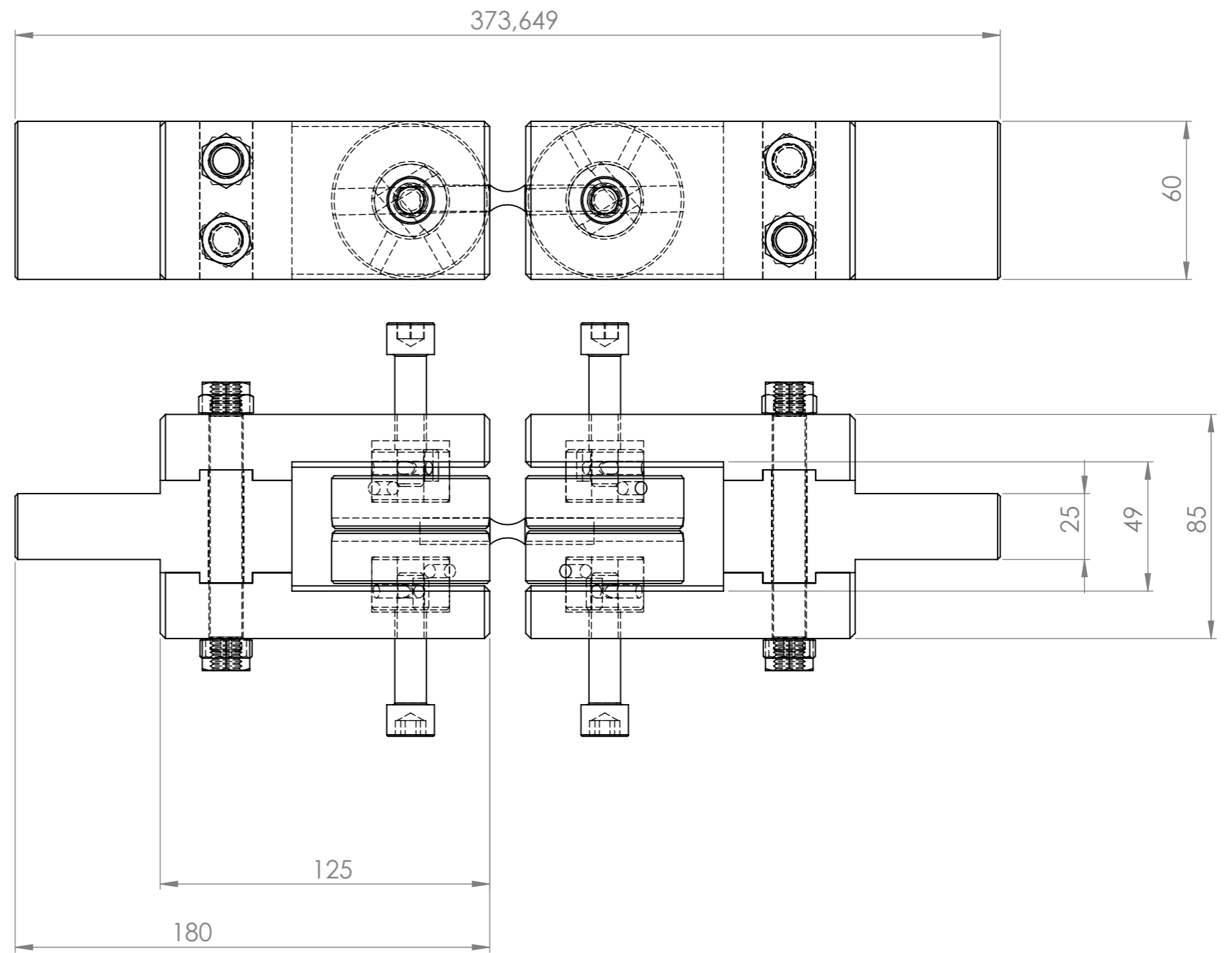
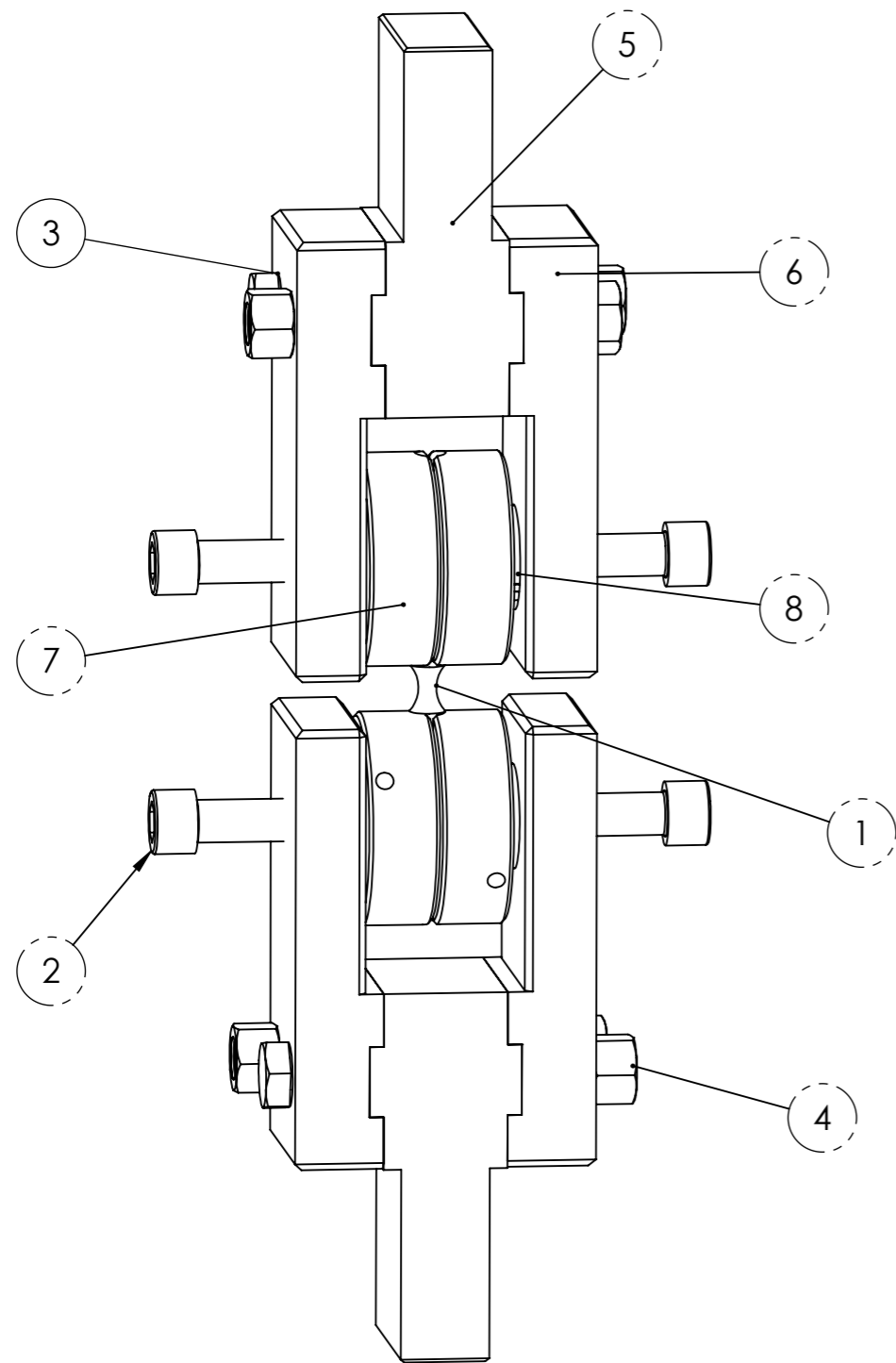
Matière: XC48	Tolérance générale ± 0.3 Etat de surface générale ∇ Ra 6,4	
ECHELLE: 1:1 	Pince de serrage	Nom: KERMOUN Date: 25.05.2013
Langue fr		
Université MOULOUDMAMMERRI TIZI OUZOU		Numéro: 3 Révision 0/0 Partie 7/8




Matière: XC48	Tolérance générale ± 0.1 $\sqrt{\text{Ra } 3.2}$ Etat de surface générale		
ECHELLE: 2:1 	Vis de réglage	Nom: KERMOUN	Langue fr
Université MOULOUD MAMMERI TIZI OUZOU		Date: 25.05.2013	



Matière :XC48	Tolérance générale ± 0.1 $\sqrt{Ra6,4}$ Etat de surface générale		
ECHELLE:2:1 	Cylindre d'entrainement	Nom:KERMOUN	Langue fr
Université MOULOU D MAMMERI TIZI OUZOU		Date: 25/05/2013	



No. ARTICLE	NOM DE PIECE	DESCRIPTION	QTE
1	Pièce5	Eprouvette en PEhd	1
2	ISO 4762 M12 x 50 --- 50C	Aucune	4
3	ISO 4014 - M12 x 90 x 30-C	Aucune	4
4	Hexagon Nut ISO - 4034 - M12 - S	Aucune	4
5	Attache	Xc 48 non trappé	2
6	Porte mors	Xc 48 non trappé	4
7	Pince de serrage	Xc 48 non trappé	4
8	Cylindre entrainant	Xc 48 non trappé	4

Echelle: 1:2 	Déspositf de traction des éprouvette en PEHD	Nom : KERMOUN	LANGUE fr	
		Prénom : Ali		
Université Mouloud MAMMERI tizi ouzou		DATE: 25/05/2013	Révision 00	PARTIE 1/1