

UNIVERSITE DES SCIENCES ET DE LA TECHNOLOGIE
HOUARI BOUMEDIENE



Faculté de Génie Mécanique et de Génie des Procédés

*Mémoire présenté pour l'obtention
du diplôme de magister*

En Génie Mécanique

Spécialité : Mécanique et Fatigue des Matériaux

Par : M^{me} GOUIGAH née TIGHIOUART KARIMA

Thème :

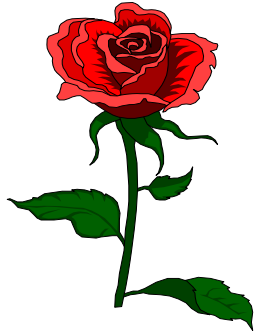
***Etude du comportement au Fluage du
Polyéthylène à Basse
Densité (PEBD) dans des solutions
agressives***

Soutenu Publiquement le 28/01/04 devant le jury composé de :

M^R T. BOUKHAROUBA
M^R A. CHERIFI
M^R A. AHMED BENYAHIA
M^R M A. BELOUCHRANI
M^R M. BOUAZIZ

*Professeur à l'USTHB
Chargé de Cours à l'USTHB
Maître de Conférences à l'USTHB
Maître de Conférences à l'EMP
Maître de Conférences à l'ENP*

*Président
Directeur de Mémoire
Examineur
Examineur
Examineur*



Dédicaces

Je dédie ce modeste travail,
tous d'abord à la mémoire de
mon défunt père,
A tous ceux qui m'ont
encouragé à travailler,
En commençant par mon époux,
Mes enfants,
Ma mère,
Ma sœur Samira,
Mes frères,
Ma belle sœur Nacima,
Mon beau frère Mourad,
Ma belle mère,
Mes amis (ies) et
surtout ma chère *Samira. D,*
Et je rends grâce à dieu pour
tout ce qu'il m'a donné.

Remerciements



Au terme de ce travail, je tiens a remercier, mon directeur de thèse M^R A.CHERIFI pour le suivi surtout dans les périodes difficile et mon enseignant M^R A.AHMED BENYAHIA pour son aide précieux accordé, pour l'aboutissement de ce travail.

Je remercie également mon enseignant et président du jury M^R T. Boukharouba pour son dynamisme et sa prise en charge du magister,

Je remercie également mon enseignante et Doyenne de la faculté de G M & G P M^{me} R. MAACHI pour son dynamisme et son soutien,

Je remercie aussi, M^R M A. BELOUCHRANI, M^R M. BOUAZIZ, d'avoir accepter d'examiner ce modeste travail, et je les remercie aussi pour toutes les remarques constructives qu'ils m'ont faites.

Mes remerciements vont aussi au personnel de L'I.A.P de Boumèrdes, pour l'aide qu'ils m'ont apportée,

Mes vifs remerciement vont aussi au personnel de CERHYD de Dar El Beida pour tous les conseils constructifs et l'intérêt accordé à la recherche,

Sans oublié le personnel de la Faculté de Génie Mécanique et de Génie des Procédés.

Résumé

L'objectif de cette étude est d'établir une description du comportement des polyéthylènes à basse densité en fluage sous faibles contraintes dans des milieux ambiants, savonneux et salin. Les matériaux choisis sont le PEBD de Skikda (Algérie) et PEBD -CE (Communauté Européenne).

Des essais de caractérisation par traction simple (résistance, module d'élasticité) et des essais de fluage à court et moyen termes, sont effectués.

Les résultats des essais de caractérisation montrent que le polyéthylène de Skikda semble être plus complaisant que celui de la CE, car il présente une rigidité et des résistances limites plus faibles que celui de la CE, mais avec une déformation à la rupture plus grande.

A température ambiante et sous de faibles charges, une description totale des différents stades de comportement habituellement observés dans un essai de fluage est impossible à notre stade d'étude. De même, à court et moyen termes, aussi bien le milieu salin que le milieu savonneux n'ont aucun effet significatif sur le comportement du polyéthylène à basse densité. Ainsi, les petites différences enregistrées ne sont nullement dues au milieu d'essai ou à sa concentration, des essais dans de l'eau distillée l'ont confirmé.

Abstract

The aim of this study is to establish a description of the behaviour of the PEBD in creep under weak loading soapy and saline in ambient environment. The chosen materials are the PEBDS polyethylene of Skikda (Algeria) and PEBD - EC (European Community).

Characterization testing by simple traction (resistance, module of springiness) and creep testing to short and middle terms are done.

The results of the characterization tests show that the polyethylene of Skikda seems to be more complaisant than the one of the EC, because it presents rigidity and of the limit resistance weaker than the one of the EC, but with a distortion to the bigger rupture.

In an ambient temperature and under loads, a total description of the different stages of behaviour usually observed in a creep test is impossible. In the same way, to short and middle terms, as well the saline environment that the soapy environment doesn't have a meaningful effect on the behaviour of the polyethylene to low density. Thus, the small recorded differences are not at all due to the trial environment or to its concentration, tests in the distilled water confirmed it.

SOMMAIRE

INTRODUCTION GENERALE

I- SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

I-1- Rappels théoriques

I-1-1- Propriétés mécaniques aux limites

I-1-2- Comportements physiques et thermomécaniques

I-1-3- Comportement à long terme (vieillessement physique)

I-1-4- Comportement des matériaux en milieu marin

I-1-5- Rhéologie

I-1-6- Fluage

I-2- Etat de l'art sur le comportement au fluage du polyéthylène

II- MATERIAUX ET MATERIELS

II-1- Matériaux utilisés

II-1-1- Le matériau polyéthylène à basse densité PEBD (SKIKDA)

II-1-2- Le matériau polyéthylène à basse densité PEBD (CE)

II-1-3- Les solutions utilisées

II-2- Matériels utilisés

II-2-1- Machine de traction

II-2-2- Matériel utilisé pour les essais de fluage

III- TECHNIQUES EXPERIMENTALES

III-1- Préparation des éprouvettes

III-2- Procédure expérimentale

III-2-1- essai de caractérisation par traction simple

III-2-2- Essai à long terme (fluage)

IV- RESULTATS ET DISCUSSIONS

IV-1- Caractérisation mécanique des éprouvettes vierges

IV-2- Essais de fluage

IV-2-1- Milieu ambiant

IV-2-2- Milieu salin

IV-2-3- Milieu savonneux

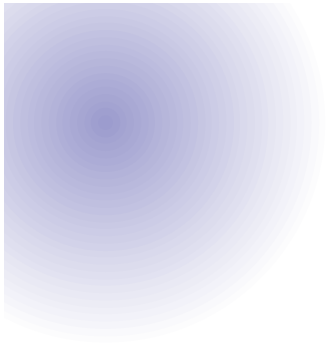
IV-2-4- Analyse comparative des résultats des différents milieux

IV-3- Essai de fluage de très court terme

IV-4- Effet de concentration du milieu d'essai sur le comportement en fluage à court terme du polyéthylène

IV-5- Caractérisation des éprouvettes testée au fluage

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES



Introduction générale

Il y a plus d'un siècle que la première matière plastique a été mise au point par *J.W. Hyatt*, imprimeur de l'Etat de New York, à l'occasion d'un concours devant conduire au remplacement de l'ivoire dans la fabrication des boules de billard.

Les ingénieurs, et les chimistes, ont alors créé une véritable chimie de synthèse, élaborant les matières plastiques à l'aide de corps purs et non plus à partir de matières naturelles, c'est ainsi qu'en 1909, par condensation du formol et du phénol, *Bakeland*, ingénieur Belge, créait la *bakélite* [1]. Leur structure fut précisée vers 1930, et leur véritable développement commença vers 1960. Leur production, depuis 1980, dépasse en volume celle des métaux.

Aujourd'hui, les plastiques sont présents dans tous les domaines de l'activité humaine, de l'emballage le plus simple 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, pour chacune des propriétés particulières. De plus, les procédés de fabrication, qui permettent d'obtenir aisément et sans usinage les formes les plus complexes et les plus variées.

Ce succès est aussi la consécration des efforts scientifiques et technologiques que les chimistes ont accompli 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

un réel engouement de la part des consommateurs ce qui par ailleurs incite les recherches scientifiques dans ce sens [3].

L'Algérie aussi, est un pays producteur des matériaux polymériques qu'on retrouve dans divers types de construction, ce qui les classe parmi les matériaux très recherchés. Cependant, le produit national n'est pas sans concurrence très accrue avec le produit d'importation. Ceci exige du produit national des fiches techniques détaillant toutes les caractéristiques techniques avec les résultats des essais de qualité requis. Ainsi, il serait impératif que le producteur Algérien soit conscient de la nécessité d'une recherche de qualité d'une manière continue et ce à travers des essais de labo et in situ.

En général, les produits Algériens sont testés pour leurs propriétés instantanées, mais en revanche ils ne le sont pas pour le comportement à long terme. Sachant que la nature des polymères fait que leurs caractéristiques changent dans le temps, une caractérisation sous sollicitation à long terme ne serait que bienvenue pour la commercialisation nationale et internationale.

Ce type de caractérisation, bien que rapporté dans la littérature, reste encore non approfondi. C'est pourquoi toute recherche en ce sens serait nécessaire et apporterait un plus aussi bien à la communauté scientifique qu'au monde industriel.

En fait, à travers la littérature, ce sont surtout les polyéthylènes à haute densité qui sont le plus souvent étudiés. Ces études touchent dans la majorité des cas aux effets des fortes contraintes à un niveau de température différent de l'ambiante. Quant à l'effet des faibles contraintes dans un milieu ambiant, le cas plus fréquent en Algérie, il reste à prospector. C'est pourquoi, nous nous proposons d'établir une description du comportement des polyéthylènes à basse densité (PEBD) sous faibles contraintes et à long terme sans pour autant rechercher à décrire tous les stades du fluage.

En fait, cette description du comportement à long terme se fera pour différents milieux à savoir : milieu ambiant, solutions saline et solution savonneuse.

Une recherche d'amélioration des caractéristiques du polyéthylène par étirement prolongé sera abordée.

Sur ce, le présent travail est composé des chapitres suivants :

- ◆ **Chapitre I :** consacré à une synthèse bibliographique composée de deux parties. La première est réservée à des généralités et un ensemble de rappels théoriques, traitant du comportement des polymères. Quant à la seconde, elle aborde une recherche sur le comportement du polyéthylène à long terme.
- ◆ **Chapitre II :** seront présentés les matériaux et matériels utilisés dans cette étude.
- ◆ **Chapitre III :** réservé aux techniques expérimentales, une description des procédures suivies pour les différents types de caractérisations sera détaillées.
- ◆ **Chapitre IV :** seront présentés l'ensemble des résultats expérimentaux obtenus et leur discussion.

Nous finirons cette étude par une conclusion générale et des recommandations.



Introduction

La diversité des sollicitations et leur simultanéité d'action au niveau des structures et des matériaux engendrent des comportements conséquents très complexes. Cette complexité dans le comportement dépend aussi du type de matériau. Par cette étude une attention particulière sera accordée à l'analyse du comportement à long terme des polyéthylènes. Un rappel théorique sur les phénomènes physiques que subissent les matériaux polymériques sous diverses sollicitations ainsi que les différentes lois de comportements qui les régissent seront passés en revues. En plus, une revue bibliographique particulière sur le comportement du polyéthylène sollicité à long terme sera exposée.

I-1 Rappels théoriques

C'est le comportement viscoélastique qui caractérise les polymères. Le préfixe "*visco*" veut dire que le matériau possède certaines des caractéristiques des liquides visqueux, ce qui implique une dépendance du facteur temps. Suivant ce comportement, les polymères peuvent avoir 3 types de réaction à la déformation par contraintes non destructives (relativement faibles), selon la durée de l'application de celles-ci: *élasticité instantanée* (ou de Hooke), *élasticité retardée* ou différée (haute élasticité) et *écoulement visqueux*.

a) *Élasticité instantanée (ou loi de Hooke)* [2]

Le matériau se comporte comme un solide élastique à la suite d'applications rapides de la contrainte; c'est pourquoi le rapport contrainte-déformation est constant et indépendant du temps. Au niveau moléculaire, l'élasticité instantanée peut s'expliquer par une légère déformation des liaisons de valence par étirement ou distorsion ou par des changements de distance entre chaînes voisines. Ceci se produit à des températures inférieures à celle du point de transition vitreuse (T_v), températures auxquelles la chaîne de polymères est fixée dans une de ses nombreuses conformations possibles.

b) Élasticité retardée [2]

Lorsque l'application des forces se fait plus lentement, le rapport *contrainte - déformation* est fonction du temps. La déformation peut devenir considérable, mais si on supprime la force, elle disparaît. Le comportement élastique retardé correspond à des changements de la conformation des molécules et se produit au voisinage ou au-dessus du point de transition vitreuse (T_v). Au-dessus de (T_v), le polymère est caoutchouteux. Normalement, les molécules se répartissent au hasard, en forme d'hélice ou zigzag par rotation libre autour des liaisons simples de la chaîne principale.

I-1-1 Propriétés mécaniques aux limites

Dans des applications techniques, la déformation est un facteur bien plus important pour les plastiques que pour les autres matériaux. Le projeteur doit donc bien connaître le comportement mécanique des matériaux polymériques pour ne pas dépasser les contraintes maximales permises afin d'éviter des ruptures.

La figure (I-1) illustre les différents comportements en traction de quelques plastiques et permettent de déterminer plusieurs paramètres utiles. La pente initiale de la courbe permet de déterminer une valeur du module de Young (module d'élasticité) qui est une mesure de rigidité. La courbe permet aussi de connaître la contrainte à la limite élastique du matériau, sa résistance et son degré d'allongement à la rupture. L'aire située entre la courbe et l'axe de déformation (allongement) représente l'énergie à la rupture et donne une mesure de la ténacité du matériau polymère.

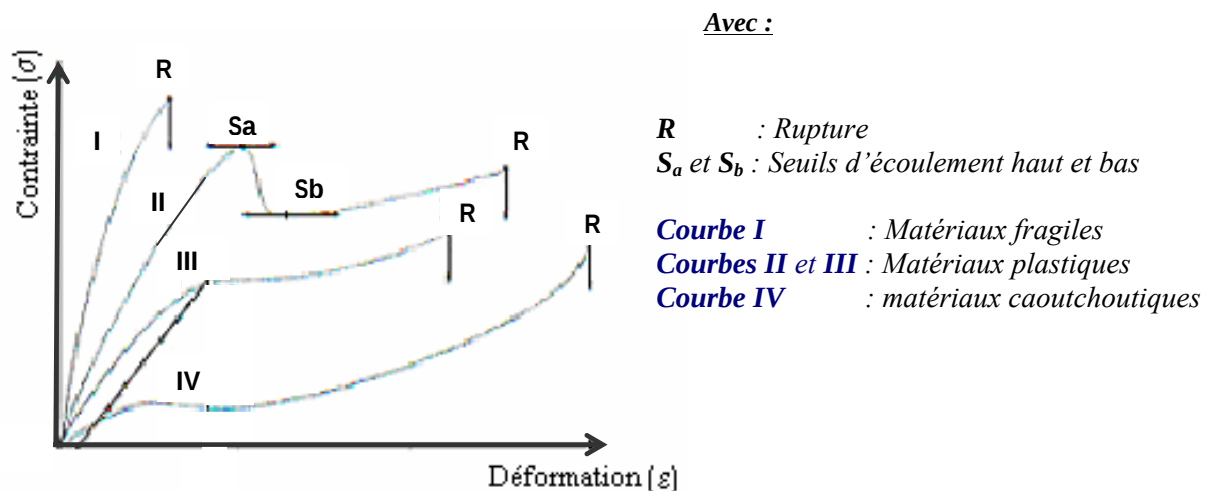


Figure 1-1 : Courbes traction-allongement

La contrainte relative au coude de la courbe permet de mesurer la résistance du matériau et sa capacité de résister à la déformation permanente. La contrainte au point de rupture donne une mesure de la contrainte nécessaire pour rompre le matériau, communément désignée contrainte de rupture.

Habituellement la courbe d'un matériau polymère amorphe à une température bien inférieure à (T_v) présente une pente initiale indiquant un module d'élasticité très élevé, une résistance modérée, un faible allongement à la rupture et une aire minime en dessous de la courbe (contrainte- déformation). En général, la déformation de ces matériaux est élastique jusqu'à la rupture, traduite par une cassure fragile. Dans ce sens nous citons des exemples de matériaux polymériques à température ambiante tel que le polystyrène, le poly (méthacrylate de méthyle) et de nombreuses résines phénol-formol. Néanmoins, le module d'élasticité, la résistance des polymères durs reste très élevée où, leur allongement à la rupture est de l'ordre de 5%. Quant à (déformation-contrainte) la courbe, traduit généralement la rupture du matériau au droit de la limite d'écoulement plastique.

Le tableau (I-1) donne quelques indication sur le comportement (*contrainte - déformation*) de différents groupes de polymères à titre d'exemple [4].

Caractéristiques des matériaux polymères	Type de matériaux polymères			
	Dur et fragile	Dur et résistant	Dur et tenace	Mou et tenace
	PS, PMMA, Phénoliques	PVC rigide, Mélanges de PS	PE, PTFE	PVC plastifié, Caoutchoucs
Module d'élasticité	Élevé	Élevé	Élevé	Faible
Contrainte à la limite élastique	Nulle	Élevée	Élevée	Faible
Résistance à la rupture	Mod.	Élevée	Élevée	Mod.
Allongement à la rupture	Faible	Mod.	Élevé	Élevé
<i>PS : polystyrène</i> <i>PE : polyéthylène</i> <i>PMMA : poly (méthacrylate de méthyle)</i>				
<i>PTFE: polytétrafluoréthylène</i> <i>PVC : poly (chlorure de vinyle)</i>				

Tableau I.1 : Indication sur le comportement des polymères (Contrainte -Déformation)

I-1-2 Comportements physiques et thermomécaniques

Dans le domaine expérimental, la caractérisation s'avère plus complexe notamment pour les polymères. La loi de mise en charge en fonction du temps préconise une bonne précision vue leur caractère viscoélastique. C'est pourquoi nous avons opté pour les essais instantanés, à long terme, mécanique de la rupture (rhéologie à l'état solide).

Les plastiques sont des matériaux viscoélastiques et, le plus souvent, des mélanges complexes. Les relations que l'on peut établir entre les contraintes (σ) qui leur sont imposées et les déformations (ϵ) qui en résultent font intervenir le temps t . Pour s'en convaincre, il suffit d'appliquer, par exemple, une charge constante de traction uniaxiale à une barre de matière plastique, on constate alors que la déformation qui est mesurée immédiatement après la mise sous charge continue à augmenter. Il est évident qu'un modèle simple, purement élastique, ne permet pas de décrire ce comportement [5-6].

I-1-2-1 Essais mécaniques, caractérisations instantanées des plastiques

Les essais mécaniques sous sollicitation mécaniques permettent la mesure des propriétés dans des conditions combinées d'environnement, la température, l'humidité, les liquides et les gaz. Afin d'obtenir les caractéristiques indispensables aux calculs de prévision du comportement en service (ou calculs d'ingénierie) par essais à long terme permet de déterminer les caractéristiques de conception tel que le module de fluage, la résistance statique ou dynamique, la résistance à la fissuration sous contrainte dans divers environnements. Ces essais permettent en effet de mesurer la perte de rigidité en fonction du temps, conséquence des effets de relaxation moléculaire ainsi que les temps de résistance sous l'action de charges constantes ou cycliques, qui dépendent notamment des mécanismes d'amorçage et de propagation de fissures [7].

Généralement, les essais de traction sont normalisés et donnent des courbes $F/\Delta L$ (force / déplacement) du matériau, qu'on convertit à des courbes contrainte nominale - déformation nominale (ou courbe conventionnelle σ_n/ϵ_n) où :

$$\sigma_n = F / S_0 \quad (I.1)$$

$$\epsilon_n = \Delta L / L_0 \quad (I.2)$$

L'évolution de la contrainte conventionnelle en fonction de la déformation conventionnelle avec la représentation des caractéristiques d'un essai de traction est illustrée par la figure (I-3).

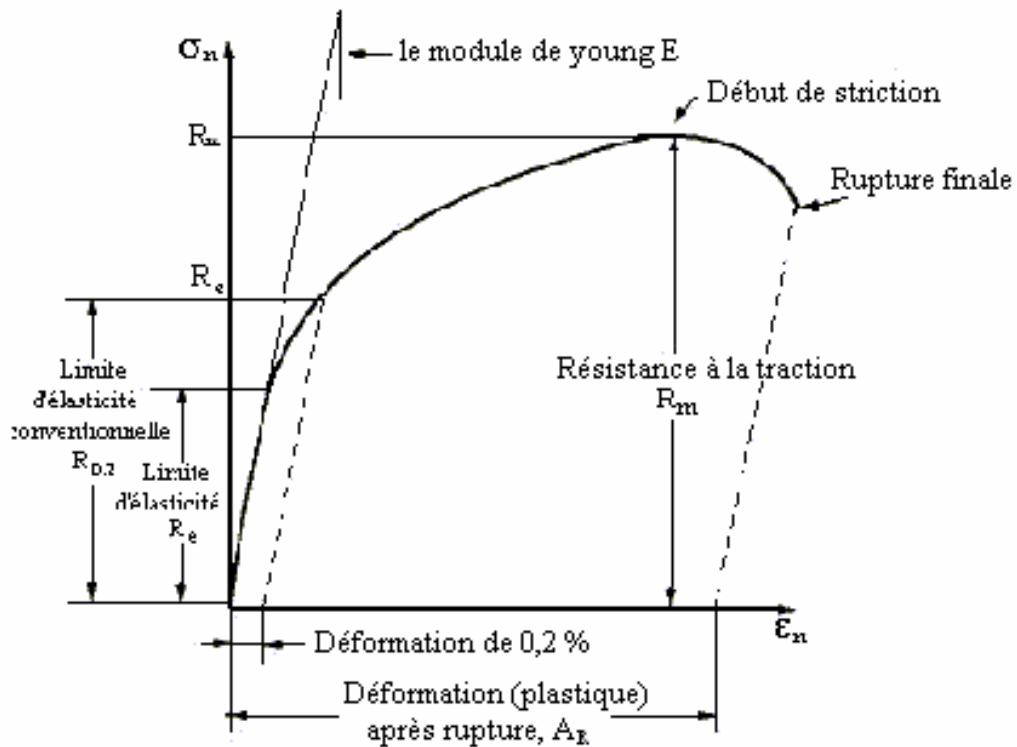


Figure I-3 : Courbe contrainte-déformation

Généralement, pour les plastiques on mesure la longueur maximale atteinte juste avant la rupture, les valeurs de R_e et R_m pour le polyéthylène à faible densité, sont données dans le tableau (I-2) [8].

Déformation	R_e [MPa]	R_m [MPa]
PEBD	6 – 20	20

Tableau I-2 : Caractéristiques (R_e et R_m) du PEBD

La limite d'élasticité conventionnelle c'est la contrainte qui crée une déformation permanente égale à un pourcentage prédéfini de la longueur initiale de l'éprouvette. On utilise fréquemment $R_{0,2}$ qui correspond à une déformation permanente de 0,2%.

Si la déformation plastique se localise dans la striction et l'échantillon rompra à cet endroit ; une section droite de l'échantillon donnée peut transmettre une force ($S.\sigma$) où S est son aire et σ sa résistance. Si ($S.\sigma$) *augmente* avec la déformation, l'échantillon devient *stable*, par contre, si ($S.\sigma$) *décroît*, il devient *instable* et on dira qu'on a une striction. La condition critique de la striction est donnée par :

$$S . \sigma = F = \text{constante} \quad (\text{I.3})$$

Dans la mesure où les propriétés des matériaux viscoélastiques dépendent du temps, de la température et de vitesse de sollicitation, un essai instantané ne peut en aucun cas être représentatif du comportement du matériau lorsqu'il est soumis à une contrainte ou une déformation constante pendant une période de temps prolongée. D'une manière générale, il est d'usage de distinguer les essais à charge imposée (fluage) et les essais à déformation imposée (relaxation).

I-1-2-2 Mécanisme de fluage (Solides viscoélastiques)

Il y a deux mécanismes de fluage, le *fluage par dislocations* (qui donne le comportement en loi puissance) et le *fluage par diffusion* (qui donne la loi linéaire de fluage visqueux). Les deux mécanismes suivent une *loi d'Arrhenius* [10].

Les polymères ont une large gamme de comportements mécaniques ; *fragiles à basse température*, ils deviennent plastiques, viscoélastiques, caoutchoutique, et enfin visqueux au fur et à mesure que la température augmente. L'état mécanique du polymère dépend de sa masse moléculaire et de température. Chaque état mécanique correspond à un certain domaine de température réduite T/T_g (T_g : Température de transition vitreuse).

Un polymère mis sous charge se déforme d'une quantité qui augmente avec la durée de chargement t et elle est fonction de la température T . La déformation est élastique lorsqu'on décharge, elle disparaît (bien que cela puisse prendre du temps).

Le module d'Young E dépendant à la fois du temps et de la température est défini par le rapport de la contrainte à la déformation élastique (ϵ) (figure I-4).

$$E = \frac{\sigma}{\epsilon(t, T)} \quad (\text{I.4})$$

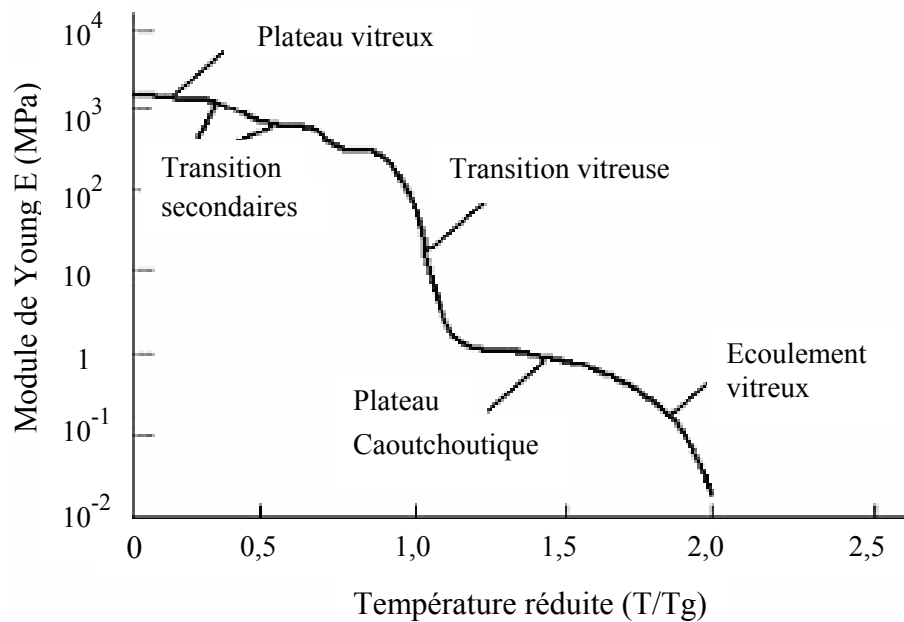


Figure I-4 : Evolution schématique du module d'Young E d'un polymère linéaire avec la température, pour une durée d'essai donnée[10]

I-1-2-3 L'étirage à l'ambiante

A environ 50°C au-dessous de (T_g) , les thermoplastiques deviennent plastiques (d'où leur nom). La courbe *contrainte-déformation* typique du polyéthylène (figure I-5) présente trois régions aux petites déformations, le polyéthylène à un comportement élastique linéaire ; pour une déformation de $0,1\%$ environ, la déformation plastique survient et le polymère s'étire. La résistance est une propriété beaucoup plus compliquée que la rigidité. De plus (par exemple, la simple lumière du jour) est susceptible d'attaquer et de fragiliser le polymère, ce qui réduit sa résistance.

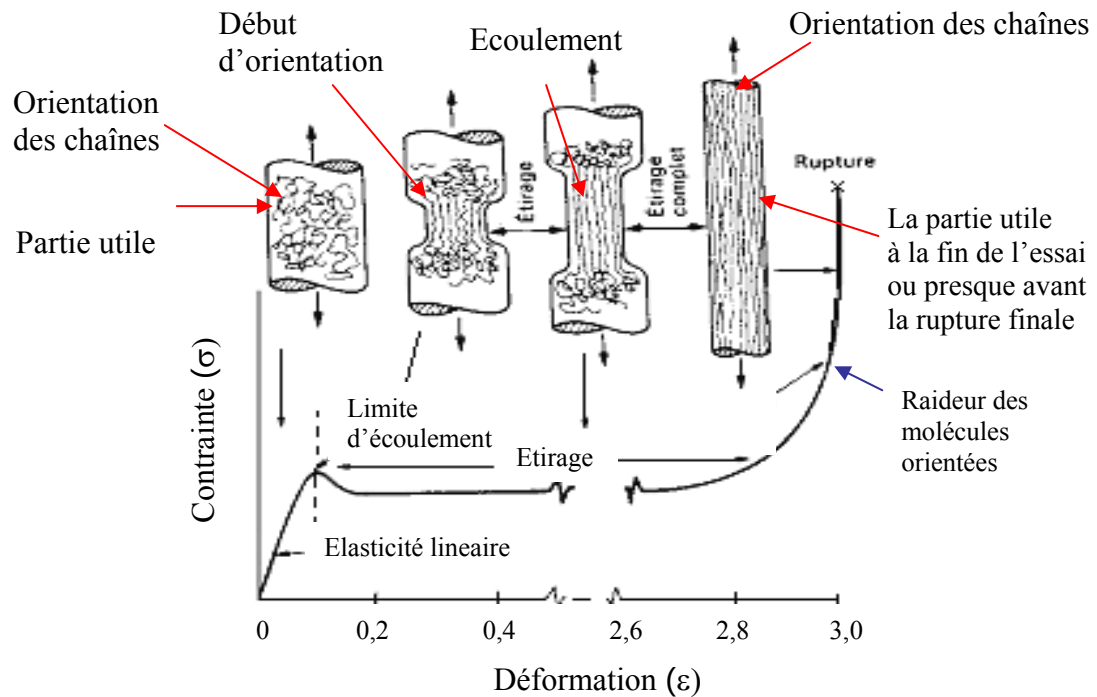


Figure I-5 Courbe d'étirage à froid [10]

De nombreux polymères, parmi lesquels le **PE**, le **PP** et le Nylon, peuvent être étirés à température ambiante.

I-1-3 Comportement à long terme (vieillessement physique)

On appelle vieillissement c'est le changement des propriétés physico-mécaniques sont à signes apparents (visible). On peut distinguer les mécanismes suivants :

- *Mécanismes résultant de transfert de masse liés à la pénétration de solvants :*

Les solvants (eau incluse) peuvent pénétrer dans l'édifice macromoléculaire, détruire localement les interactions entre chaînes et leur donner assez de mobilité pour subir des réarrangements morphologiques importants en présence de contraintes mécaniques.

- *Mécanismes sans transfert de masse évolution de la morphologie :*

La morphologie d'un polymère n'atteint pas l'état stable immédiatement après le refroidissement qui suit l'opération de mise en œuvre. Dans certains cas, les segments de chaînes de la phase amorphe conservent encore assez de mobilité pour donner lieu à une évolution de la morphologie (par exemple ; cristallisation d'un film **PE** polyéthylène au

cours du stockage par exemple). Les restructurations morphologiques peuvent avoir des conséquences importantes sur les propriétés physiques et en particuliers mécaniques.

I-1-4 Comportement des matériaux en milieu marin

Les matériaux sont utilisés en milieu marin doivent répondre aux exigences de services face aux agressions chimiques et mécaniques du milieu. Les critères d'endommagement sont les points clés du comportement mécanique des matériaux composites (matrice polymérique et renforts minéraux ou organiques) [11].

I-1-5 Rhéologie

I-1-5-1 Méthode phénoménologique globale

Les lois de comportement des matériaux se divisent généralement en trois grandes méthodes de formulation ; La première est ***l'approche microscopique*** qui modélise les phénomènes de déformation et de rupture aux échelles atomique et cristalline ou moléculaires et qui détermine le comportement macroscopique à l'aide d'une intégration des variables microscopiques à l'élément de volume. La seconde est ***l'approche thermodynamique*** qui étudie le milieu continu homogène équivalent au milieu réel et qui représente les phénomènes physiques microscopiques par des variables internes macroscopiques. La troisième, est ***l'approche de la vue fonctionnelle*** qui mène aux lois héréditaires de type intégral, elle fait intervenir les fonctions (exprimées en variables macroscopiques) caractéristiques des matériaux. Nulle de ces trois vues ne permet l'identification directe car les variables microscopiques (densité des dislocations, densité des cavités, texture,...) sont difficilement mesurables et ne facilitent pas les calculs pratiques. Pour cela on a recours à la méthode phénoménologie globale qui étudie l'élément de volume de matière à travers des lois de causes à effet qui existe entre les variables mesurables (entrées et sorties du processus étudié). Les variables accessibles de l'élément de volume sont celles que l'on peut déduire des quatre grandeurs mesurables classiques de la mécanique tels que, la déformation, la force, le temps et la température.

I-1-5-2 Analogies rhéologiques élémentaires

La classification des matériaux rigides, visqueux, élastiques, plastiques et parfaitement plastique est donnée par l'allure qualitative de la réponse des matériaux aux essais caractéristiques qui pour chaque schéma est développée une théorie mathématique

qui lui correspond. Cette théorie mathématique est simulée par des groupements d'éléments mécaniques dont les réponses à des sollicitations sont similaires à celles des matériaux. Ces modèles appelés analogiques servent à donner une approche concrète des équations du comportement. L'analogie se limite au comportement et non aux mécanismes physiques [16].

I-1-5-3 Schématisation des comportements réels

La représentation du comportement d'un matériau par un modèle schématique ne se fait qu'en fonction de l'utilisation souhaitée et de la précision désirée. Lorsque l'on applique une contrainte indépendante du temps, on étudie le comportement du matériau à un instant donné. Les contraintes sont alors de différentes natures : traction, compression, torsion, flexion et cisaillement. Les matériaux peuvent alors avoir un comportement élastique dit réversible, plastique ou viscoélastique (le corps reprend sa forme initiale avec un retard après déchargement).

Les modèles peuvent être réalisés sous formes de réseaux électriques à l'aide d'analogies mécaniques-électriques, ainsi on peut schématiser les comportements des différents états du matériau, par exemple les équations de Newton et de Hooke peuvent être matérialisés par les comportements en traction d'un amortisseur à huile et d'un ressort à spires non jointives (tableau I-3).

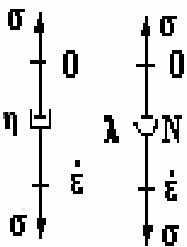
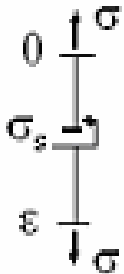
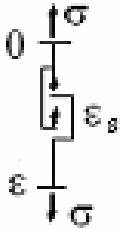
Comportements	Visqueux (amortisseur)	Elastique (le ressort)	Plastique (le patin)	(la butée)
Schématisation	La viscosité linéaire ou non linéaire	L'élasticité linéaire	Un seuil de contrainte	Un seuil de déformation
Modèles analogiques				
Modèles Mathématiques	$\sigma = \eta \dot{\epsilon}$ $\sigma = \lambda \cdot \dot{\epsilon}^{1/N}$	$\sigma = E \cdot \epsilon$ $\sigma = f(\epsilon)$	$-\sigma_s < \sigma < \sigma_s$	$-\epsilon_s \leq \epsilon \leq \epsilon_s$

Tableau I-3 : Modèles analogiques d'éléments mécaniques

Ces différents éléments mécaniques peuvent être associés soit en série, soit en parallèle ou enfin en groupements mixtes illustrés par le tableau (I-4). Les solides viscoélastiques présentent souvent un phénomène de vieillissement, il est décrit par un ressort et un amortisseur couplé ; par contre les solides élastoplastique qui au seuil de (σ_e) ont une déformation élastique linéaire et indépendante de la vitesse de déformation et les solides viscoplastiques présentent des déformations permanentes après cessation des sollicitations mais subissent un écoulement de fluage en fonction de la durée de sollicitation.

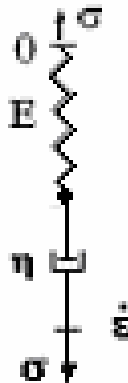
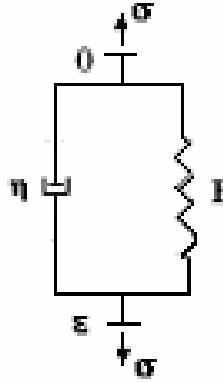
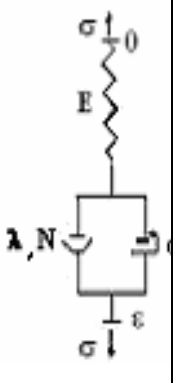
Comportements	Viscoplastique (fluide visqueux) (Le ressort - amortisseur en série)	Viscoplastique (solide élastique) (Le ressort - amortisseur en parallèle)	Elasto-plastique (le ressort - patin en série)	Elasto – visco - plastique
Modèles	MAXWELL	KELVIN-VOIGT	SAINT VENANT	BINGHAM-NORTON
Schématisations analogiques				
Modèles Mathématiques (Réponse au test de fluage)	$\varepsilon = \sigma_0 (1/E + t/\eta)$	$\sigma = \sigma_0 H(t)$ $\varepsilon = \sigma_0/E \cdot [1 - \exp(-E.t/\eta)]$	$ \sigma \leq \sigma_s$ $\rightarrow$ $\varepsilon = \sigma/E$	$\sigma \geq \sigma_s \rightarrow$ $\left\{ \begin{array}{l} \varepsilon = \varepsilon_e + \varepsilon_p \\ \text{et} \\ \sigma = E \varepsilon_e \\ \sigma = \sigma_s + \lambda \cdot \dot{\varepsilon}_p^{1/N} \end{array} \right.$

Tableau I-4 : Schématisation analogique de différents comportements

I-1-5-4 L'équation rhéologique de déformation

Les comportements d'un matériau soumis aux différents modes usuels de déformation peuvent se ramener à une équation unique, reliant les grandeurs macroscopiques mesurées ou définies constantes.

$$F(\sigma, \varepsilon, \dot{\varepsilon}, T) = 0 \quad (I.5)$$

Cette équation représente un cas très simplifié d'équation rhéologique de déformation. Elle définit le comportement plastique idéal d'un solide et n'est en général applicable que dans des conditions très particulières de température (déformation à très haute ou à très basse température) [17].

I-1-6 Fluage

Le fluage est la dérive du matériau en déformation induite pendant le maintien constant de la température dans le temps. La déformation varie rapidement dans les premières heures puis à peu près linéairement avec le logarithme du temps. Cette déformation est de nature viscoplastique et dépendante du temps de maintien.

Les thermoplastiques ont pour la plupart un comportement viscoélastique à température ambiante c'est-à-dire que leurs propriétés sont en fonction du temps d'application des charges.

En théorie, le fluage est un phénomène qui se manifeste dans un matériau par une augmentation de la déformation en fonction du temps, lorsqu'on lui applique instantanément un chargement constant, correspondant à un type de sollicitation (traction, flexion, compression, etc).

Dans un essai de fluage, on fixe deux paramètres excitants qui sont la température et la charge et on a en réponse la variation de la déformation en fonction du temps. L'interprétation des différentes formes de courbes de fluage permet de connaître le comportement rhéologique de matériaux [19].

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 I-6). L'essai de fluage est défini par la norme (NF A 03-355).

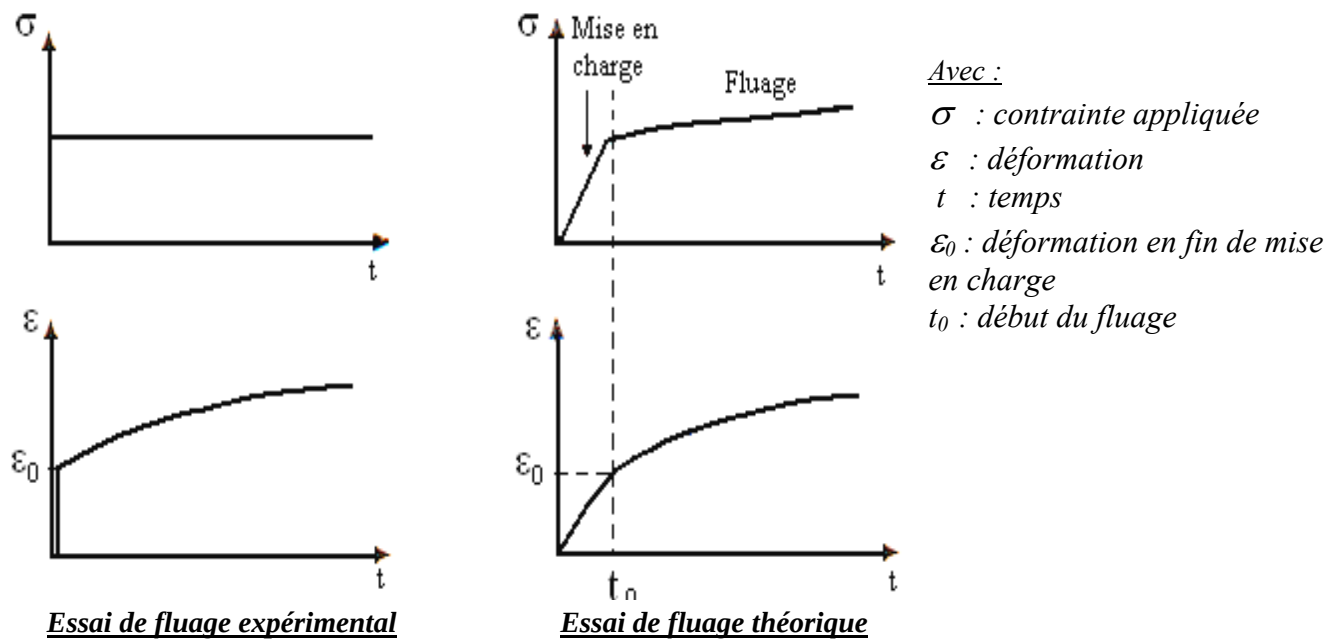


Figure I-6 : Exemple de courbes de fluage

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. Le fluage sera alors contrôlé par la déformation plastique qui résulte de l'application d'une charge constante.

I-1-6-1 Courbes de fluage $\varepsilon(t)$ et conventions

Deux catégories principales de présentation graphique, portant soit sur un essai ou un faisceau d'essai. Pour *un essai*, on peut reporter soit par la déformation (ou la contrainte) en fonction du temps pour une température donnée (figures I-7 a et b). La vitesse de déformation minimale donne l'étendue du fluage secondaire. L'effet du temps sur les propriétés des matériaux au fluage est bien mise en évidence quand on trace les courbes de déformation en fonction de $(\log t)$ plutôt que suivant une échelle linéaire ; les temps courts sont ainsi dilatés et les temps longs sont contractés.

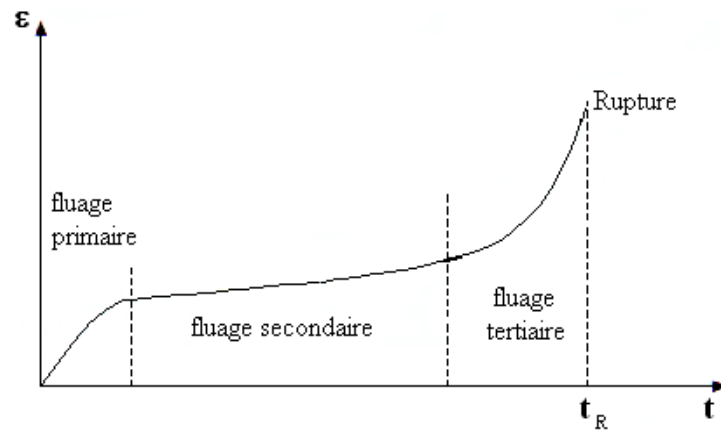
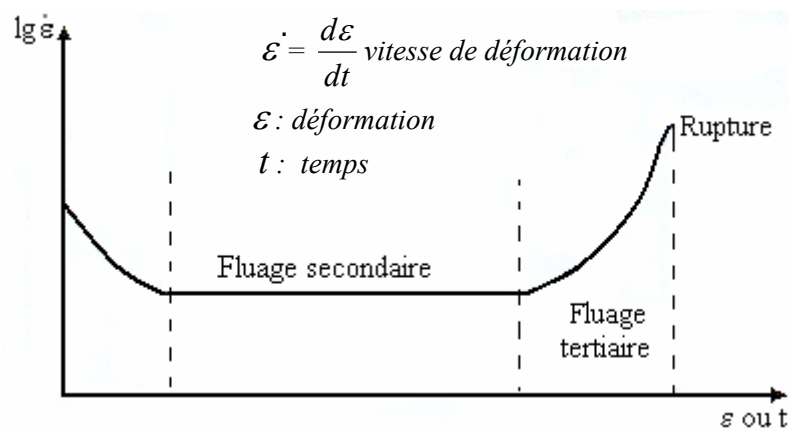
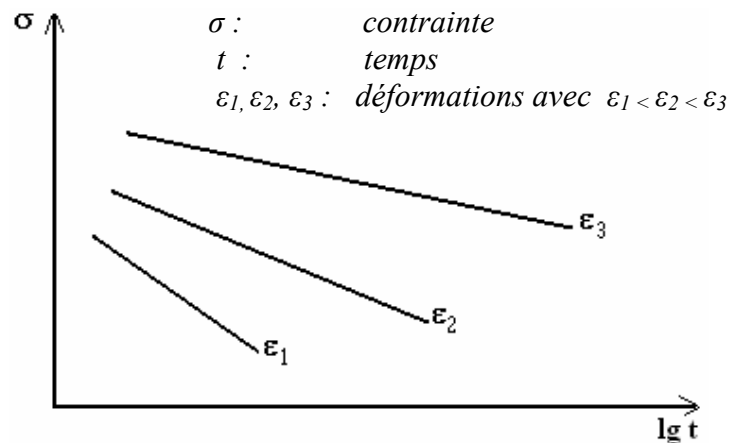


Figure I-7-a : Différents stades de fluage [14]

Figure I-7-b: Courbe de fluage $\varepsilon = f(t \text{ ou } \varepsilon)$ [14]

Pour un faisceau d'essai, les représentations les plus classiques tels que les courbes contraintes / logarithme temps pour une température donnée et pour différents niveaux de déformations (figure I-8) ; ces courbes permettent de déterminer une durée de vie pour une déformation critique.

Figure I-8 : Courbe de fluage $\sigma = f(t)$ pour différentes déformations plastiques [14]

A une température donnée, on obtient, selon la contrainte, les courbes de déformation-temps (ε) (t) représentées à la figure I-9, l'ordre (a), (b), (c) correspondant aux contraintes croissantes. On observe également les mêmes types de courbe pour une contrainte identique, mais des températures croissantes.

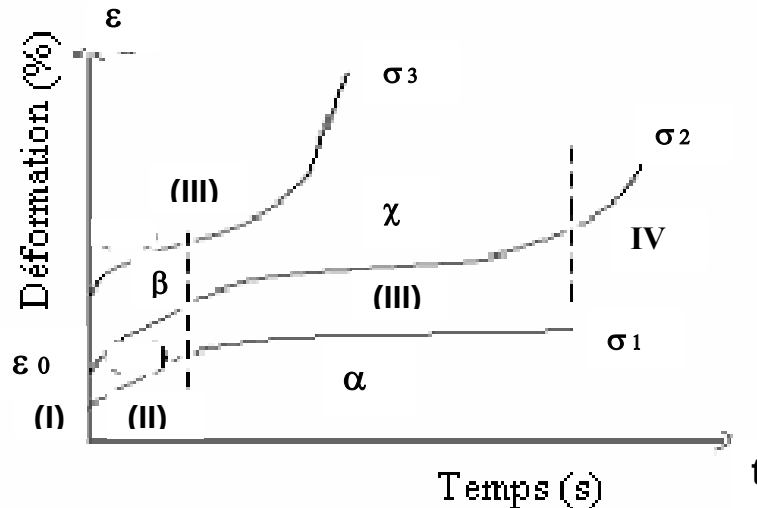


Figure I-9 : Courbes de fluage typique [16]

La courbe $\varepsilon(t)$ σ_1 correspond au fluage (α). Il se produit à des températures suffisamment basses ($T < 0,3 T_f$) et pour des niveaux de contraintes suffisamment faibles. Après une courte période transitoire, la vitesse de fluage s'annule pratiquement. La déformation totale reste toujours faible et ne conduit pas à la rupture, ce fluage caractérise la stabilité des pièces de construction usuelles.

La courbe $\varepsilon(t)$ σ_2 correspond à des contraintes et à des températures intermédiaires, données dans l'intervalle $0,1 T_f < T < 0,8 T_f$ (T_f température de fusion). Après une déformation initiale (ε_0) qui suit immédiatement la mise en charge (stade I), on distingue généralement trois stades de fluage.

► *Le stade II* appelé aussi fluage primaire, transitoire ou fluage (β), pendant lequel la vitesse de fluage (ou vitesse de déformation) diminue fortement avec le temps ce qui correspond à une augmentation de la résistance du matériau ou encore à une consolidation. Comme les contraintes et les températures sont constantes, ce chargement est uniquement dû aux modifications de sous-structure de dislocations introduites avec la déformation

initiale (ε_0), celle-ci se réorganise en fonction des conditions de restauration imposées par le fluage, et les déplacements de dislocations correspondants produisent la déformation observée.

MOTT [15,20] a montré qu'une telle réorganisation conduit bien à la loi observée pendant ce stade :

$$\varepsilon - \varepsilon_e = At^m \quad (I.6)$$

$$\text{avec : } m = 1/3$$

En effet (m) augmente légèrement avec la contrainte ou la température, et varie entre 0,3 et 0,6 selon les conditions.

► *Le stade III* appelé aussi fluage secondaire, stationnaire, ou encore quasi-visqueux. Ce stade apparaît lorsque la sous-structure de dislocations, réorganisée au stade précédent a atteint une structure permanente qui n'évolue pratiquement plus dans la suite. Ce régime permanent d'écoulement plastique est aussi appelé fluage-restauration pour exprimer l'équilibre entre deux processus antagonistes ; le durcissement dû à la déformation et la restauration favorisée par la contrainte et la température. Il en résulte une vitesse de déformation du fluage constante avec le temps.

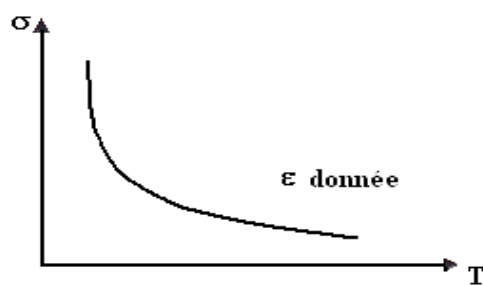
► *Le stade IV* appelé fluage tertiaire, ou accéléré, pendant lequel on observe une augmentation de la vitesse de déformation du fluage jusqu'à la rupture, qu'il faut associer à l'apparition d'un endommagement sensible à l'échelle mécanique, même si on prend soin de maintenir la contrainte appliquée constante.

Enfin, la courbe $\varepsilon(t) - \sigma_3$ représente l'évolution de la courbe $\varepsilon(t) - \sigma_2$ sous forte contrainte, et à température suffisamment élevée ; le stade III est fortement réduit, et peut même disparaître.

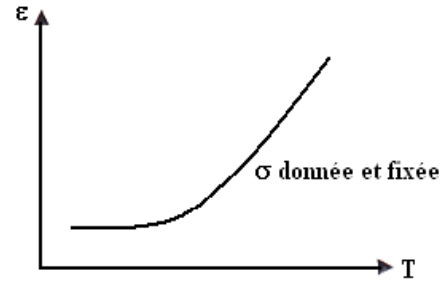
D'une manière générale, la vitesse de fluage augmente avec la contrainte (σ) et la température (T). La durée du fluage primaire et tertiaire augmente avec (σ) et (T), tandis que celle du fluage secondaire diminue.

La figure I-12, montre un faisceau de courbes établi pour une contrainte fixe (σ) et à différents niveaux de températures (T_1, T_2, T_3, T_4). Si nous faisons un essai à une température (T_1) et sous une contrainte (σ_2) plus importante que (σ), nous obtenant la

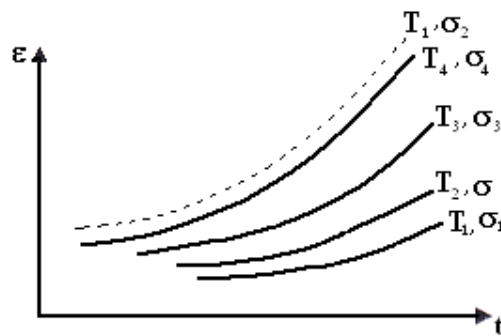
déformation qui est représentée par une courbe (en pointillés) se superposant à la courbe (en trait continu) établie pour une contrainte (σ) et une température (T_4). Ce qui signifie qu'une élévation de la température équivaut à une augmentation de la contrainte [21, 22].



a) Variation de σ en fonction de la température [21]



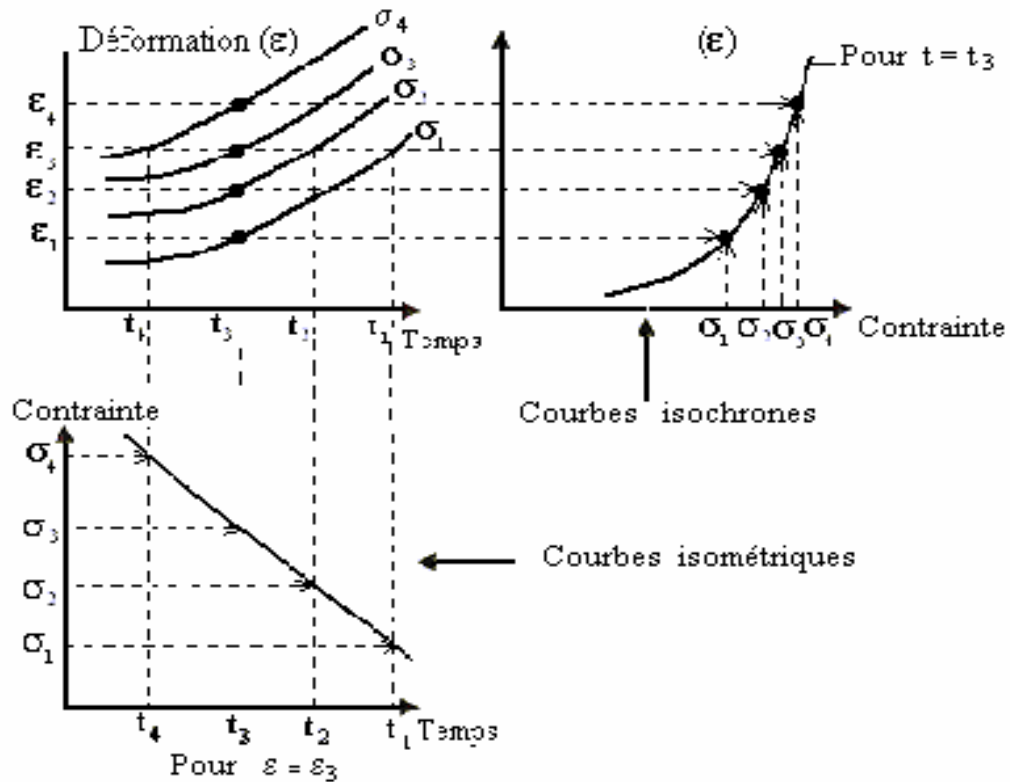
b) Variation de ε en fonction de la température [21]



c) Température variable à contrainte constante

Figure I-13 : Courbes d'influence de la température [21]

Le fluage déterminer, après plusieurs essais sous différentes charges inférieures à la limite élastique, les courbes isochrones et les courbes isométriques qui sont représentées dans la figure I-13.

Figure I-13 : *Courbes isochrones et isométriques* [22]

◆ Courbes isochrones

A partir d'un certain nombre de courbes (ϵ_i) fonction de (t_i) pour différents niveaux de contraintes σ_i , nous pouvons pour un temps donné relever les déformations correspondantes au niveau de contraintes et en tracer la courbe pour un temps donné et les courbes à différents temps.

◆ Courbes isométriques

Elles sont obtenues de la même procédure que pour les courbes isochrones mais pour un niveau de déformation donnée.

I-1-6-3 Analyse quantitative de la viscoélasticité

Pour un polymère viscoélastique linéaire, le principe de Boltzmann indique que la déformation en fluage est une fonction mécanique du matériau qui est $\sigma(t)$ et chaque incrément de contrainte apporte à la déformation totale une contribution indépendante, donc la déformation totale peut être calculée en sommant la déformation viscoélastique produite par chaque incrément de contrainte. Ce principe permet de prévoir le comportement d'un matériau soumis à une contrainte variant de manière complexe au cours du temps si l'on connaît la fonction de complaisance déterminée par l'essai de fluage.

Si le cycle de contrainte $\sigma_1(t)$ provoque la déformation $\varepsilon_1(t)$ et le cycle $\sigma_2(t)$ la déformation $\varepsilon_2(t)$, la somme des cycles $\sigma_1(t) + \sigma_2(t)$ (c'est le problème de superposition) entraîne la somme des déformation $\varepsilon_1(t) + \varepsilon_2(t)$. Par voie de conséquence :

$$\sigma_2 = k \sigma_1 \quad \text{et} \quad \varepsilon_2 = k \varepsilon_1 \quad (\text{I.10})$$

Avec : k : constante

un corps est doté d'une mémoire si l'application de la contrainte $\sigma(\tau)$ dans un petit intervalle de temps compris entre $\tau + d\tau$, entraîne, au temps postérieur (t) , une déformation résiduelle $d\varepsilon(t)$. Si la même contrainte est appliquée entre $\tau + d\tau$ et $\tau + \tau d\tau$, il s'ensuit que $d\varepsilon(t)$ est inchangée, car la différence des temps écoulés est négligeable, $d\varepsilon(t)$ sera proportionnel à $\sigma(\tau)d\tau$ et dépendra de $t - \tau$ et l'on pourra écrire :

$$d\varepsilon(t) = \sigma(\tau) f'(t - \tau) d\tau \quad (\text{I.11})$$

$f'(t - \tau)$ est la fonction mémoire à contrainte imposée

Une déformation élastique instantanée actuelle est donnée par :

$$\varepsilon(t) = \sigma_0 / E_0 + \int_0^t \sigma(\tau) f'(t - \tau) d\tau \quad (\text{I.12})$$

Pour le cas d'une fonction de fluage, si l'on applique (en traction par exemple) un échelon de contrainte, nous obtenons l'équation suivante :

$$\sigma(t) = \sigma_0 H(t) \quad (\text{I.13})$$

$H(t)$ fonction échelon ou fonction de *HEAVISI* telle que :

$$\begin{aligned} H(t) &= 0 \quad \text{pour} \quad t \leq 0 \\ \text{et} \quad H(t) &= 1 \quad \text{pour} \quad t > 0 \end{aligned}$$

I-2 Etat de l'art sur le comportement au fluage du polyéthylène

Bien que la littérature traitant du comportement des polyéthylènes sollicités à long terme soit riche, les cas des polyéthylènes à basse densité et surtout dans les milieux agressifs reste peu entrepris. En effet, la plupart des travaux rapportés par la littérature utilisent des polyéthylènes à hautes densités. Ceci justifie le choix de notre sujet à savoir le comportement au fluage du polyéthylène à basse densité. Cependant, et pour mieux entreprendre ce sujet, nous commençons par passer en revue quelques travaux rapportés dans la littérature, traitant le comportement à long terme du polyéthylène, toutes densités confondues.

C. K. Chai, et N. G. McCrum, (1984) [23-26] ont rapporté que le vieillissement physique déforme la courbe de la relaxation ou le spectre de ralentissement. Seuls les temps de relaxation inférieur ou égal au temps de vieillissement font translater la courbe de la relaxation le long de l'axe du temps. En outre, ils affirment que la complaisance (compliance) du matériau change avec le temps de vieillissement. Ces deux mécanismes devraient rendre difficile ou impossible la construction d'une courbe maîtresse (composée) par translation des courbes d'écoulement obtenues à différents temps de vieillissement.

Selon Struik (1989) [27-29], l'effet principal du vieillissement est la translation de la courbe de relaxation le long de l'axe des temps sans changer sa forme. Le même auteur, rapporta en 1987 [28] que pour les polymères semi-cristallin, chauffés au dessus de la température de transition vitreuse (T_v), la phase amorphe pourrait être divisée en deux parties :

- une partie, proche de la surface cristalline, peut rester vitreuse et vieillit de la même façon qu'un polymère amorphe à une température inférieure à T_v ,
- une autre partie, se trouvant loin de la surface cristalline, atteint sa transition vitreuse et par conséquent ne vieillit pas.

J. Kubát et al. [30] (1989), en se basant sur le travail de Skruik [28], ont développé un modèle qui décrit l'effet du vieillissement sur le comportement en relaxation de contrainte du polyéthylène à haute densité testé à température ambiante. Leur modèle prédit l'échec de la superposition des courbes de relaxation obtenues pour différentes courbes de vieillissement, ce qui concorde bien avec les résultats expérimentaux à cette température. Si les résultats de cette recherche sont généralisés, ils indiqueraient que la valeur du module de

la relaxation augmente avec le temps de vieillissement. Ceci conforte l'idée de *Chai et McCrum*, mais en d'autre part, il n'y a pas de contradiction avec l'hypothèse de *Struik*.

En 1989, *P. J. Henderson et A. J. Wallace* [30] ont rapporté les résultats d'un programme de recherche traitant la dureté et le fluage dans un polyéthylène à liaisons croisées. Le matériau est élaboré sous forme de plaques dont certaines sont irradiées à différentes doses (kGy). Ils ont confirmé que la relation (dureté-temps) développée par *Mulhearn* [31] pour les métaux reste applicable pour les polymères et elle est donnée par :

$$H = A t^{-h} \quad (I.14)$$

Où H : dureté, A et h sont des constantes déterminées expérimentalement. Par la même, ils ont montré une parfaite similitude entre la relation (dureté / temps) et la relation (module de fluage / temps). Ainsi, ils ont proposé l'équation suivante :

$$M = A t^{-m} \quad (I.15)$$

Où M : le module de fluage, A et m sont constantes déterminées expérimentalement. A ce titre d'exemple, m représente les pentes des différentes droites du diagramme (figure I-14). Quant à A , il représente les ordonnées de ces droites à l'instant $t = 0$.

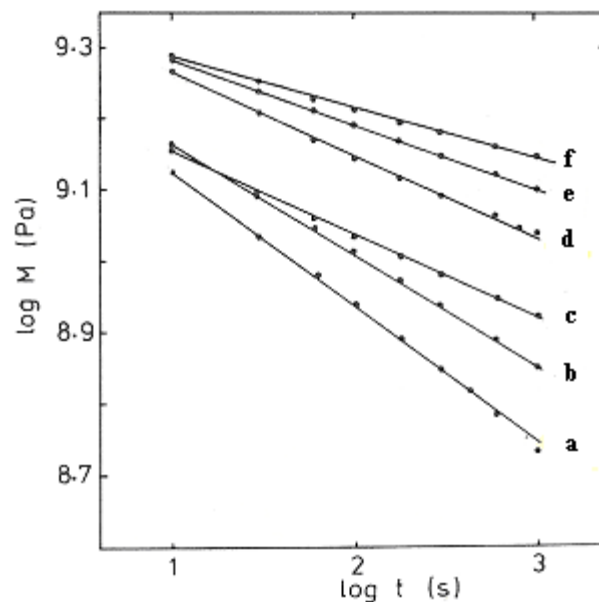


Figure I-14 : Ln du module de fluage (M) en fonction du ln de temps (t) [30]

Charge appliquée : a-c, 16 MPa; d-f, 4 MPa.

Courbes a, d, 0 kGy ; b, e, 100 kGy ; c, f, 500 kGy

Par cette étude, ils ont montré que les comportements de fluage généralement lents peuvent être caractérisés à travers des essais de dureté très rapides et ils ont trouvé qu'à très court terme, le module de fluage est indépendant de la contrainte appliquée et qu'il devient égal au module d'élasticité déterminé à travers un essai de traction uniaxial pour une vitesse de chargement très rapide.

M. Welanders en 1990 [33], a étudié le comportement au fluage et en relaxation à des niveaux de contrainte élevées des polymères semi-cristallins (PEHD). L'évolution des diagrammes de contrainte/déformation pour différents dosages de silane (traitement) est illustrée par la figure I-15. Il a montré que le module initial d'élasticité par traction augmente avec l'ajout des sphères de verre. Mais si les sphères ne sont pas traitées au silane, les contraintes atteintes pour de grandes déformations sont faibles, ce qui serait dû à la faiblesse de l'interface sphère de verre - PEHD. Alors que l'amélioration de cette interface par traitement des sphères de verre rend le composite du matériau plus fragile.

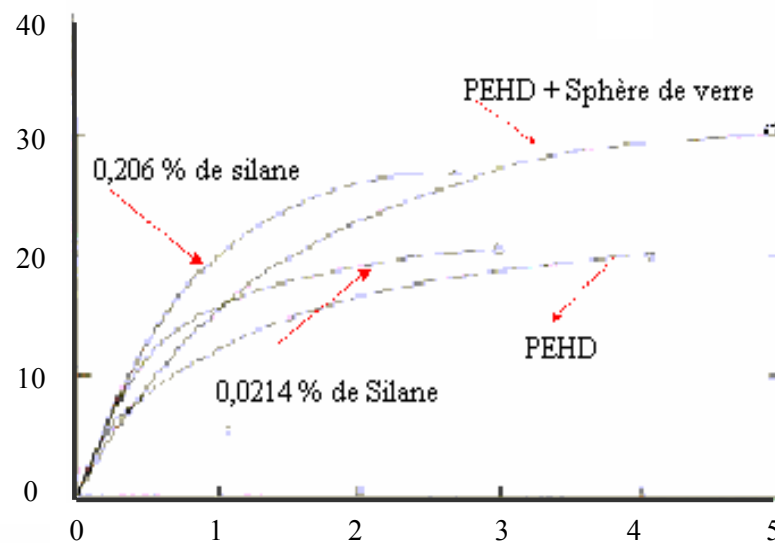


Figure I-15 : Contrainte/déformation pour différents dosages de traitement au silane [33]

L'auteur a montré que l'effet des grandes contraintes appliquées sur le comportement au fluage n'est pas le même que celui des petites contraintes. En effet pour les contraintes faibles, la superposition des courbes de comportement par translation pour l'obtention d'une courbe maîtresse de fluage reste difficile. Par contre à contrainte élevée, la superposition est possible après une faible extension du temps de fluage. Cependant la

déformation à court terme de fluage diminue en augmentant le temps de vieillissement. Ceci peut être lié à la diminution de la complaisance J_u (à $t=0$) en augmentant le temps de vieillissement. L'effet de diminution de la complaisance serait évident pour les contraintes élevées par le caractère viscoélastique non linéaire du PEHD. Ce caractère viscoélastique non linéaire se manifeste aussi pour les faibles contraintes (figure I-18). Il a constaté aussi que l'augmentation du temps de vieillissement fait diminuer la complaisance pour une contrainte et un temps de fluage donné.

J. M. Crisman [32, 33] en 1991 a étudié le comportement à la rupture par le fluage uniaxial d'un copolymère (éthylène - hexène) sous différentes contraintes et à des températures allant de 24°C à 75°C. Il a montré deux modes de rupture :

- un amorçage de fissuration et de propagation. Ce type de rupture se produit surtout dans les polyéthylènes linéaires,
- une apparition de striction (le cas le plus fréquent). Au-delà du point d'apparition de la striction, la courbe de fluage connaît un plateau sur lequel presque aucun autre fluage ne peut se produire (figure I-16). Il a rapporté que la déformation correspondant à l'apparition de la striction varie beaucoup et dépend de la température et de la contrainte appliquée.

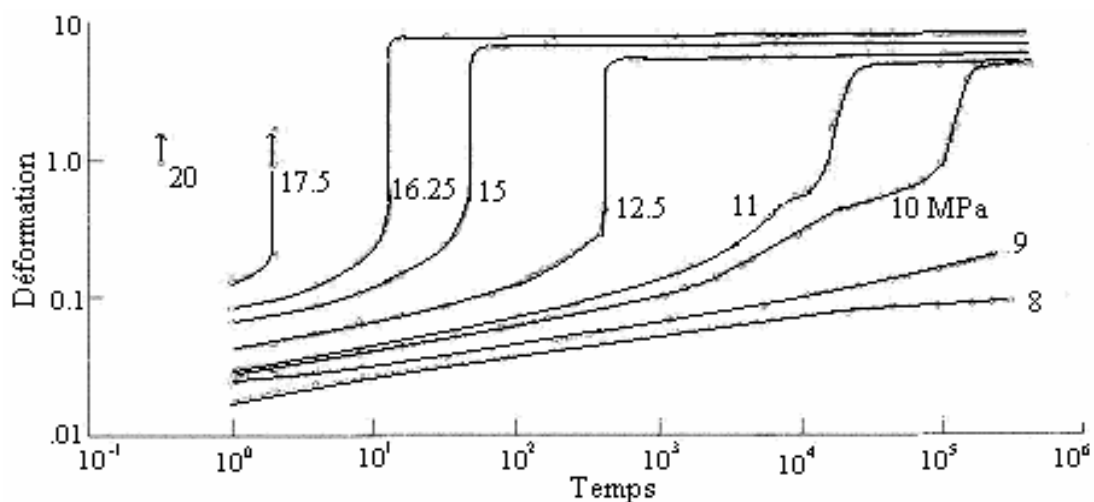


Figure I-16 : Contrainte en fonction du temps pour un copolymère éthylène-hexane soumis à un fluage uniaxial [32, 33].

N indique le temps et la contrainte auxquels la striction s'est produite, à la température 24°C. En fait le comportement est plutôt atypique pour beaucoup de polyéthylènes, dont la striction se produit généralement à une déformation aux environs de 0,3 et moins. A une température de 24°C, la déformation correspondant à la striction diminue avec l'augmentation de la contrainte, alors qu'elle augmente à une température de 75°C.

L'auteur a remarqué qu'à une température de 24°C et pour des contraintes de 9,5 et 10 MPa, les courbes de fluage connaissent une variation sous forme d'épaule juste avant l'apparition de la striction.

Dans la même étude, l'auteur a essayé de modéliser le comportement en fluage pour différents niveaux de contraintes et sous différentes valeurs de température. Une approche alternative purement empirique est utilisée, elle consiste à prendre le temps d'apparition de la striction comme mesure de la durée de vie du matériau sous traction uniaxiale. Le traitement des données est simplifié d'avantage par une représentation logarithmique (temps d'apparition de la striction en fonction de la contrainte appliquée) d'une courbe composée de fluage donnée par la figure I-20.

Les équations de translations qu'il a établies sont données par :

$$Tn_1 (24^\circ\text{C}) = 4,55 \times 10^{23} \sigma^{-18,7} \quad \text{pour } \sigma > 10 \text{ MPa} \quad (\text{I.16})$$

$$Tn_2 (24^\circ\text{C}) = 3,81 \times 10^{64} \sigma^{-59,7} \quad \text{pour } \sigma < 10 \text{ MPa} \quad (\text{I.17})$$

En 1992, *IKV-RWTH A* [33], dans le cadre d'une étude sur le comportement des cordes au fluage, a étendu un modèle de fluage des fibres au fluage des cordes. Les caractéristiques sous fluage des échantillons moulés et tressés ont été trouvés identiques.

De même, *Paul SMEETS* et al. (2001) [35] ont étudiés le comportement au fluage des cordes métalliques en HMPE dans le secteur de la marine. Ils ont remarqué que pour une utilisation pratique dans l'industrie de cordes, un modèle de fluage des fibres devrait être étendu à celui des cordes. En effet, ils se sont basés sur l'hypothèse que la corde est un assemblage de fibres simples et une extension du modèle de fibres pour les cordes devient possible. L'allongement du HMPE en corde peut être considéré comme parallèle à celui du HMPE en fibres. Ceci stipule que les comparaisons sont faites pour des niveaux de charge /

unité de volume identique. Cependant, ceci devrait limiter dans le sens que le fluage d'une corde est souvent prévu pour une certaine fraction de sa charge à la rupture.

I-3 Conclusion

Après un rappel théorique détaillé sur le comportement des matériaux polymériques et sur les modèles développés qui les régissent, le comportement en fluage du polyéthylène est traité sous forme de revue bibliographique. Cependant, la quasi-totalité des travaux rapportés dans cette littérature concerne les polyéthylènes à haute densité. C'est pourquoi, comme nous l'avons signalé en introduction générale, nous avons choisi d'étudier le comportement à long terme du polyéthylène à basse densité.



II-1-Matériaux utilisés

Il s'agit du polyéthylène à basse densité connu sous le nom du PEBD. Il s'agit d'un thermoplastique d'oléfine le plus anciennement préparé industriellement et est constitué des polymères et copolymères de l'éthylène, du propylène et des hydrocarbures éthyléniques plus lourds.

Historiquement, Il était admis avant 1932 que l'éthylène n'était pas polymérisable, ce qui a entraîné le lancement d'un programme de recherche sur les réactions de chimie organique effectuées à 3000 bars par le Hollandais Michel [37] ; cependant, avant cette date, les chimistes d'I.G.Farben [38] avaient pu obtenir des oligomères (huile, cire) et bien plus tôt, en 1890, BAMBERGER et TSCHIRNER [39] ont obtenu du polyéthylène linéaire à partir du diazométhane dissout dans de l'éther. En 1933, Fawcett et Gibson [40] observent des traces de cire blanche sur les parois du réacteur grâce à l'association de l'éthylène et benzaldéhyde à une pression de 1400 bars et une température de 170°C. Deux ans après ils ont obtenu 8 grammes de PE dans un réacteur de 80 mL grâce à une pollution à l'oxygène. En 1946, 24 usines fonctionnent déjà aux USA et en Grande-Bretagne.

Deux polyéthylènes seront utilisés pour cette étude : le premier est un produit local (PEBD – ENIP CMP, Skikda), le second est importé (PEBD -CE). Cependant, pour des raisons de retard d'acquisition le second matériau ne sera pas caractérisé pour le long terme.

Le premier matériau (local) sera testé dans trois différents milieux : milieux ambiants, une solution savonneuse et de l'eau salée à différentes concentrations plus de l'eau de mer.

II-1-1 : Le polyéthylène à basse densité PEBD (SKIKDA)

Le polyéthylène à basse densité (PEBD), dénommé le BD grade 30 (BD30), selon la normalisation C35/2, fourni par la société SOGEP (Kouba) et fabriqué par l'entreprise nationale de l'industrie pétrochimique, complexe matière plastique de Skikda (ENIP CMP, Skikda). Il est livré sous forme de granulés (Figure II. 1), emballé dans des sacs de 25 Kg et mis sur des palettes d'une tonne enveloppées de film thermorétractable. Il est à noter qu'il est très recommandé de stocker le polyéthylène à l'abri de l'humidité et de la lumière. Les caractéristiques du PEBD (BD30) C35/2, sont résumés dans le tableau (II-1).



Figure II-1 Polyéthylène en granulé

CARACTERISTIQUES	UNITE	SPECIFICATION	METHODE DE MESURE
MFI (melt flow index)	g/min	1.1±0.3	ASTM-1238
Densité à 23°C	g/cm ³	9.27±0.0015	ASTM D-1505
Contamination sur film	Nbr/dm ²	0.04	PE020
Défaut (Fish-eyes)	Nbr/dm ²	0.45	PE 020
Epaisseur min. à l'étirage	mm	0.02	PE 021
Antioxydant	ppm	80±30%	PE 036
Agent de glissement	ppm	400±30%	PE 024

Tableau II-1 : Les caractéristiques du PEBD (BD 03) C35/2

II-1-2 : Le polyéthylène à basse densité PEBD (CE)

Le polyéthylène PEBD (Communauté Européenne), importé et livré sous forme de granulés par l'unité 2 (ENIP) de Hussein Dey dans des sacs de 25 Kg. Les propriétés de rétraction obtenues sur une gaine extrudée d'épaisseur de 120 microns sont les suivantes : - taux de gonflage : de 3.75, - retrait transversal : 40%, - retrait longitudinal : 43%, - force de rétraction : 0.45 Kg/cm^2 et force de cohésion : 7 Kg/cm^2 . Quant aux caractéristiques techniques générales, elles sont résumées dans le tableau II.2.

Propriétés	Normes		Valeurs moyennes	Unités S.I	Valeurs moyennes
	ASTM	DIN			
Densité	D1505	53479	0.922	g/cm^3	0.922
Résistance de la limite d'écoulement	D638	53455	130	MPa	12.7
Résistance à la rupture	D638	53455	180	MPa	17.6
Allongement à la rupture	D638	53455	650	%	650
Module d'élasticité	D638	53455	2500	MPa	245
Température de fusion	D2117	-	114	K	387

Tableau II-2 : les caractéristiques du PEBD (CE)

II-1-3 : Les solutions utilisées

Trois solutions ont été utilisées : une solution savonneuse, de l'eau salée à différentes concentrations et de l'eau de mer.

- **Solution savonneuse :**

Le savon est sous forme de liquide identifié par Alcool Ethoxylate Propoxylate, il s'agit d'un extrait sec en poudre de couleur blanche (ivoire) et la densité à 20°C varie entre $1.50 \text{ (g/cm}^3\text{)}$ à $2.00 \text{ (g/cm}^3\text{)}$, fourni par la société Granitex. Les propriétés physico-chimiques sont résumées dans le tableau (II.3) donné par une fiche technique (juin 1998) fourni par ENAD.

Caractère ionique	non ionic
Apparence à 20°C	Liquide
Matière active (%)	100
Solubilité	Soluble dans l'eau et les dissolvants les plus polaires et les plus aromatiques.

Tableau II-3 : Propriétés physico-chimique

- Solutions salines :

Nous avons utilisé plusieurs solutions salines :

- l'eau distillée avec trois différentes concentrations (100%, 50%, 25%) en sel de table, c'est à dire pour 200g de sel de table pour 800 ml d'eau distillée.
- l'eau de mer utilisée provient de la côte est d'Alger dont l'analyse minéralogique est résumée dans le tableau II.4. Cette analyse est faite surtout pour connaître le taux de salinité. Cette eau de mer est analysée aussi après utilisation pour vérifier s'il y a diffusion du sel dans le polyéthylène.

	Avant essai	Après essai
PH	8,07	8,08
CO ₃ ⁻ (mg/l)	0	0
CL ⁻ (mg/l)	25529,0	24961,7
O ₂ (mg/l)	11,3	11,3
Conductivité (m S/cm)	80	82
Salinité (g / l)	40	41
MES (g / l)	0,08	0,02

Tableau II-4 : Analyse minéralogique

La concentration réelle en sel de table ne peut être prise en compte telle qu'on l'entend car l'humidité se trouvant à son intérieur viendrait fausser les résultats. Un calcul rigoureux en terme de concentration basé sur le poids de l'extrait sec en sel se trouvant dans le sel de table serait nécessaire. Pour ce, nous avons commencé par déterminer la concentration de saturation et qui correspond à : 200g dans 800ml de l'eau distillée.

II-2- Etude expérimentale

La caractérisation mécanique instantanée de nos matériaux est faite au niveau du laboratoire CERIHYP de Dar El-Beïda sur une machine de traction universelle de marque INSTRON (Model 1158) de capacité allant à 5 KN et d'une vitesse de déplacement de la traverse maximale de l'ordre de 10 mm/mn. La machine est dotée d'un système d'extensométrie que l'on place sur l'éprouvette, d'une table traçante et d'un système d'acquisition sur ordinateur (figure II-2).



Figure II-2 : Machine d'essais

II-2-2 : Essais de fluage

La caractérisation à long terme (essai de fluage) se fait soit sur des bancs de grande précision acquis sur le marché et qui sont très onéreux, soit sur des bancs d'essais conçus spécialement par les chercheurs eux-mêmes, surtout lorsqu'il s'agit de matériaux de faible résistance. Ces derniers ne sont pas présentés avec tous leurs détails de conception dans les rapports de recherches et publications. On n'y trouve qu'un sommaire mode d'emploi parfois accompagné d'un simple schéma cinématique. Dans le cas des matériaux polymériques dont le comportement à long terme varie suivant les conditions de chargement mécanique et thermique, un matériel d'investigation adéquat devrait être conçu.

En général, les essais de fluage sont réalisés sur des machines à charge contrôlée (servo-hydraulique) et parfois à l'aide d'un matériel simple utilisant la force de la pesanteur matérialisée par une masse constante fixée à l'éprouvette. Bien souvent, et pour avoir des contraintes plus fortes, un système d'amplification de la charge à l'aide d'un bras de levier est utilisé.

Avant de présenter le banc d'essais utilisé dans cette étude, nous allons passer en revue quelques uns rapportés dans la littérature.

Le banc d'essai de fluage présenté par A. Askadsky et al. en 1983, (figure II-3) est à charge constante. L'éprouvette chargée se trouve dans une enceinte éclairée et dotée d'une cellule photoélectrique. Ce système permet de suivre l'évolution de l'essai jusqu'à la rupture, comme il permet de prendre des photos de l'éprouvette à n'importe quel moment de l'essai.

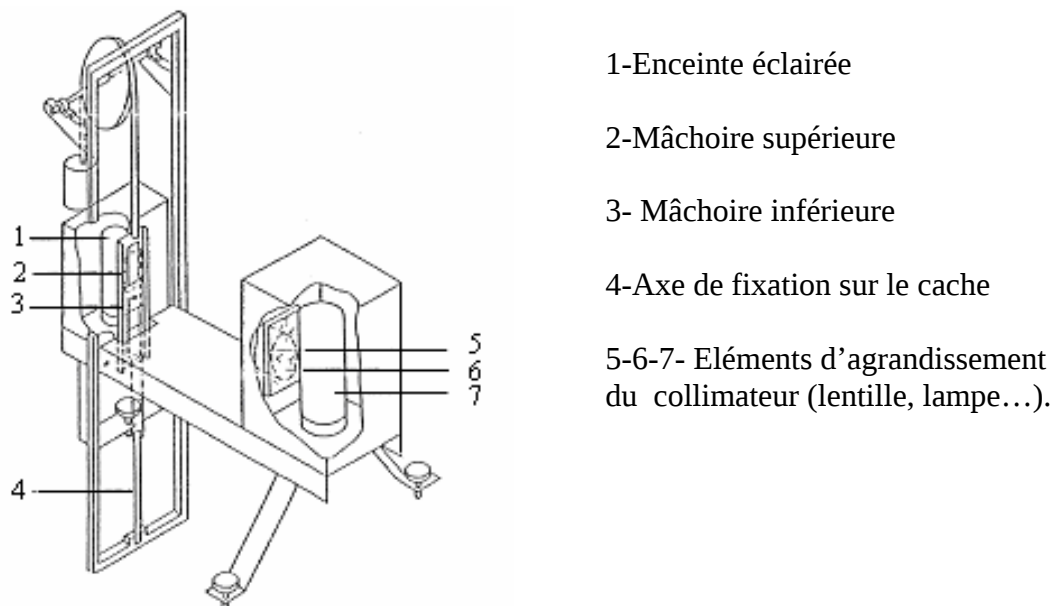
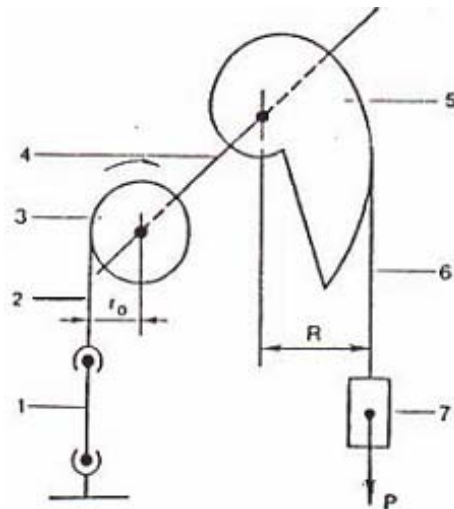


Figure II-3 : *Banc d'essai de fluage avec collimateur* [41]

Le même auteur A. Askadsky a aussi présenté dans son livre le schéma d'un banc de fluage à bras de levier variable et utilisé par Tomashevsky [42]. L'éprouvette est maintenue entre deux mâchoires prismatiques tractées par une charge appliquée au bout d'un bras de levier. Ce dernier amplifie l'influence de la charge sur l'éprouvette. La particularité de cet appareil réside en son bras de levier qui décroît proportionnellement avec la diminution de la section de l'éprouvette afin de conserver au cours de l'essai une contrainte constante au niveau des sections droites de l'éprouvette. Les lois de déformation

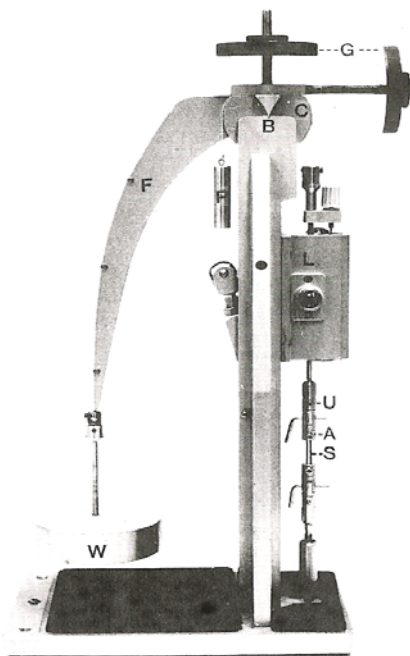
du matériau permettent un calcul précis des formes et dimensions de la came- bras de levier (figure II-4).



- 1- Epreuve
- 2- Câble de chargement
- 3- Poulie circulaire
- 4- Axe principale de rotation
- 5- Came de chargement à rayon variable
- 6- Câble porte charge
- 7- Charge

Figure II-4 : Banc d'essai de fluage à contrainte constante et à bras de levier variable [42]

Andrade et B.Chalmers, ont utilisé un banc d'essai de fluage à charge (contrainte constante) illustrée par la figure II-5, qui peut travailler aussi bien à bras de levier variable que fixe. En fait, pour une contrainte constante, on utilise un bras de levier variable et vis versa.

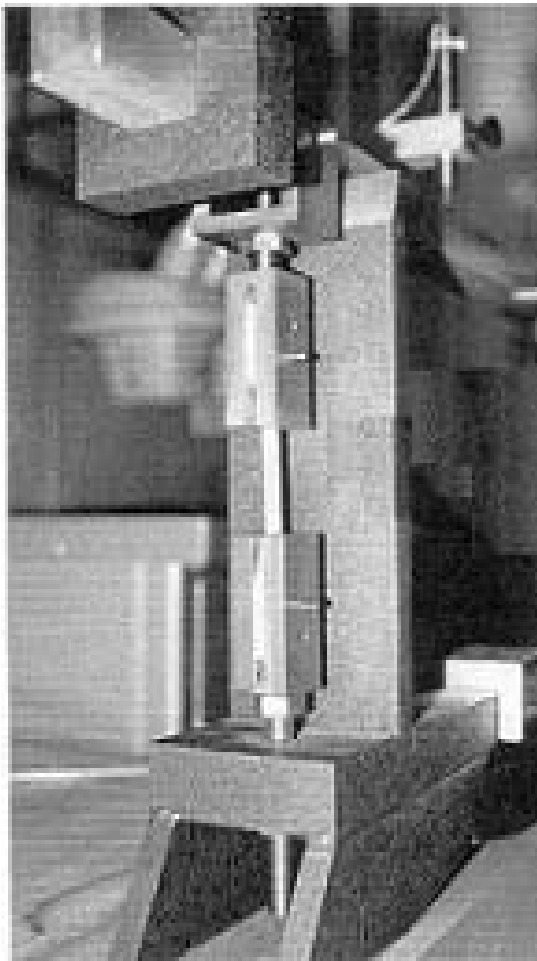


- Où A : mâchoire
- B : point de pivot
- C : bras de rayon fixe
- F : bras de rayon variable
- G : contre-poids
- L : transformateur
- S : éprouvette
- U : joint
- W et P: poids morts

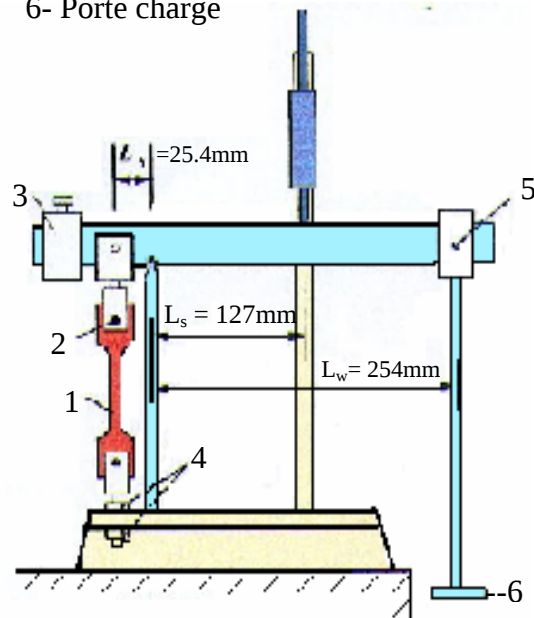
Figure II-5 : Banc d'essai de fluage à charge ou à contrainte constante [43]

J. C Blivet. [44] à étudié le fluage en traction simple dans un milieu à température contrôlée sur un banc d'essai. Cet appareil n'utilise pas de bras de levier, la charge est directement suspendue à l'éprouvette et cette dernière est fixée à un support horizontal. L'éprouvette d'essai et le système d'application de la charge se trouvent dans une enceinte à température contrôlée grâce à la circulation d'un liquide chauffé.

Une machine portable d'essai de fluage a été conçue par le laboratoire. La machine est schématisée dans la figure (II-6). Un transformateur différentiel à variation linéaire (LVDT) est utilisé comme capteur de déplacement. Il est attaché à l'appareil pour mesurer indirectement l'allongement de l'éprouvette.



- 1- Eprouvette
- 2- Mâchoire supérieure
- 3- Contre poids de réglage
- 4- Mâchoire inférieure et son système de blocage
- 5- Support porte charge coulissant
- 6- Porte charge



Figures II-6 : Schéma d'une machine de fluage [45]

A. Chérifi en 1999 a conçu et fabriquer un banc d'essais sur lequel on peut réaliser des essais de fluage à température contrôlée, figure (II-7). Le banc, muni de trois bras de levier fixes, permet de tester à la fois trois éprouvettes. C'est ce banc que nous allons utiliser pour réaliser nos essais de fluage.



Figure II-7 : Banc d'essai utilisé

Le banc d'essais dont le schéma cinématique est illustré par la figure (II-8), se compose d'un bâti (1) formé d'une base carrée simulée à une assise, des montants verticaux servant d'appui et d'une barre transversale qui sert de support pour les autres éléments, ajouté à tout cela quatre nervures dans le but d'augmenter la rigidité de l'ensemble. Un support (3) est fixé sur la barre transversale du bâti afin d'articuler le bras de chargement (2), à l'arrière de ce dernier s'articule autour de l'axe (4) le porte charge (5) qui sert d'assise pour les charges (6) qui sont supportées par l'élément ayant la forme de U. Les éléments (3), (4) et (7) possèdent la même forme tout ayant un fonctionnement différent et rôle respectif pour chacun. Par contre l'élément (8) a pour rôle de supporter le contre poids. De cette façon l'éprouvette (9) en polymère se trouve serrée entre les mâchoires (10). Le porte comparateur (11) est fixé sur la mâchoire inférieure du bâti. La tige de réglage (12) est en contact avec le palpeur du comparateur (13) et un porte tige de réglage (14) qui sert de liaison entre les mâchoires.

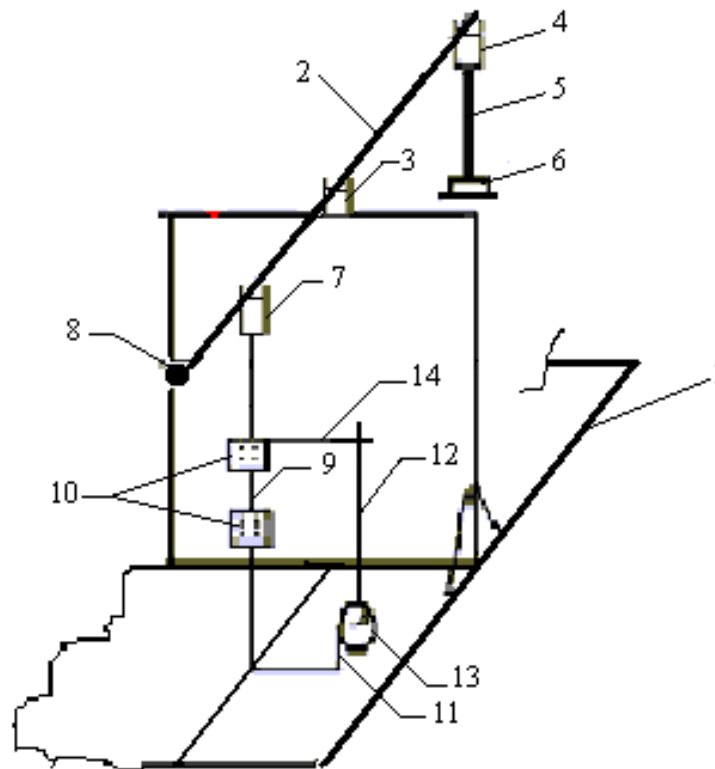
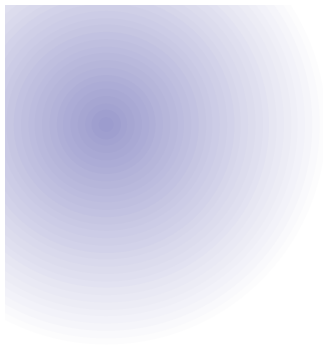


Figure II-8 : Schéma cinématique d'un seul bras du banc d'essai de fluage [46]

Il faut rappeler que pour les essais dans un milieu liquide, les éprouvettes sont émergées dans des solutions agressives nécessite l'utilisation d'un bac. Il était impératif d'apporter quelques adaptations par modification de certains éléments du banc d'essais, entre autres les tiges filetées fixant les mâchoires inférieures et bac. Pour ce dernier, nous avons choisi le polyméthacrylate de méthyle (PMMA), qui se présente habituellement sous forme de plaque ou sous forme de poudre. Ce choix est fait sur la base des bonnes propriétés que ce matériau présente à savoir :

- sa transparence et sa limpidité comparable à celle du cristal (Transmission 92 %),
- sa très bonne tenue dans le temps même sans adjuvants ou stabilisants.



Introduction

Le présent travail est consacré à l'étude du comportement en milieu agressif, du polyéthylène à basse densité sous l'effet de charges constantes appliquées à long terme et à la caractérisation de ce matériau. En fait, la caractérisation après fluage est envisagée juste pour vérifier l'éventuel gain par les caractéristiques mécaniques sous forme de durcissement par étirement. La diversité des milieux en terme de variation de température, de solutions chimiques en contact direct avec le matériau polymérique peut entraîner des comportements différents, voire des endommagements conséquents différents. Ceci devrait être élucidé pour une utilisation saine et sans danger de ces matériaux dans leurs différents domaines d'application. En fait, ils doivent répondre aux exigences des normes en vigueur.

Dans cet objectif, les essais de la présente étude seront réalisés sur des polymères couramment utilisés localement (PEBD ENIP, Skikda). Les essais seront réalisés dans différents milieux agressifs afin de prévoir leur comportement au fluage et d'en tirer les conséquences. L'essai mécanique arrêté pour cette étude sera le fluage uniaxial en traction en milieu agressif et milieu ambiant. Les essais de traction aussi bien sur des éprouvettes saines que sur des éprouvettes utilisées pour le fluage dans les milieux salins seront entrepris.

III-1 - Préparation des éprouvettes

Les éprouvettes seront élaborées dans un moule par injection, car ce dernier permet d'obtenir deux sortes d'éprouvettes normalisées selon (NF EN ISO 527): dont l'une est utilisée en général pour les essais de traction; quant à la seconde, de forme rectangulaire, elle est utilisée pour les essais de rupture par fluage.

Le PEBD brut, sous forme de granulés, est mis dans une trémie de la machine à injection disponible à l'I.A.P (Institut Algérien du Pétrole à Boumèrdes). Les granulés sont déversés par quantité d'environ 30g (quantité égale à la capacité du moule) et comprimés par une presse. La matière est chauffée jusqu'à fusion et homogénéisée dans un cylindre chauffé, en suite elle est injectée dans un moule froid et fermé sous pression. Après refroidissement à une pression stable, l'éprouvette est retirée du moule et prête pour les essais. Pour des raisons d'élaborations du programme d'essais que nous avons arrêté, les éprouvettes ont été réalisées en deux dates différentes (série 1 : en fin mai 2002, série 2 : en fin septembre 2003) et le processus de moulage avec ses conditions de mise en œuvre (pression, température, vitesses, durées de cycles) sont résumés dans le tableau (III-1). Il faut remarquer que les conditions d'élaboration des deux séries ne sont pas les mêmes. Ceci devrait se traduire au niveau des résultats de la caractérisation. La figure (III-1) représente le principe du moulage.

	Machine				Vitesse de la vis	Pression (maintien)	Pression d'injection
	Température intérieure	Température de la buse					
	T ₁ (°C)	T ₂ (°C)	T ₃ (°C)	T ₄ (°C)			
1 ^{ere} série	140	140	140	150	250	55	40
2 ^{eme} série	150	155	160	165	180	60	45

Tableau III-1 : Conditions de moulage des éprouvettes d'essais

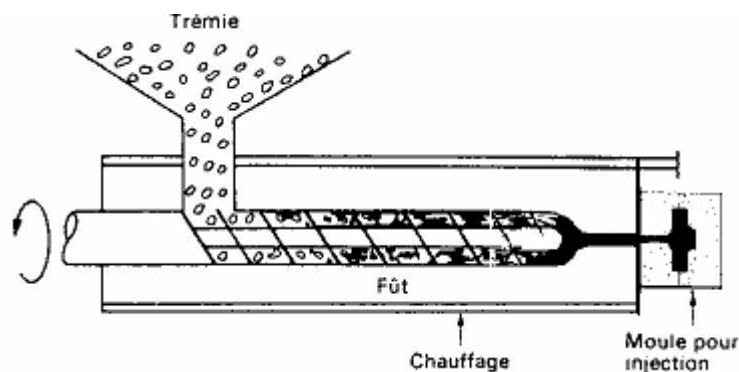


Figure III-1 : Moulage par injection

Le schéma de l'éprouvette de traction normalisée est illustré par la figure (III-2), quant à ses caractéristiques géométriques, elles sont présentées dans le tableau (III-2).

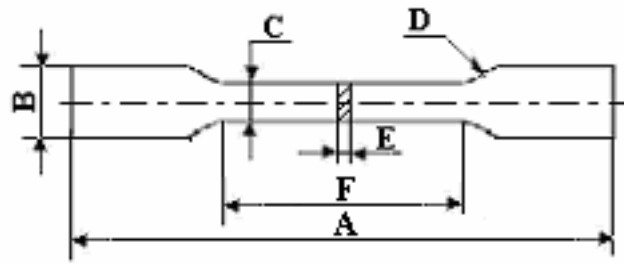


Figure III-2 : Epreuve de traction

Repère	Désignation	Valeur (mm)
A	Longueur totale minimale	155
B	Largeur des extrémités (ou tête)	18
C	Largeur de la partie calibrée	12
D	Rayon de raccordement	15
E	Epaisseur	3,5
F	Longueur de la partie calibrée	70

Tableau III-2 : Caractéristiques géométriques de l'éprouvette

Il faut rappeler que l'épaisseur des éprouvettes et les conditions de refroidissement influent sur le taux, la géométrie et la réparation des cristallites dans les polymères semi-cristallins ou sur la morphologie de phase des thermoplastiques hétérogènes. Quant aux conditions de moulage par injection, elles sont susceptibles d'influencer sur les propriétés des éprouvettes moulées et par là sur les résultats des essais.

III-2- Procédure expérimentale

Dans cette partie nous allons présenter la succession des opérations à réaliser afin de mettre en oeuvre les protocoles d'essais de fluage et de traction. Nous montrerons comment nous y prendre pour placer les éprouvettes et les charges, les moyens et les méthodes de mesure du temps et du déplacement associé. Nous expliquerons aussi certaines astuces qui nous ont permis la mise en place des essais en milieu agressif.

III-2-1 Essai à long terme (fluage)

Il faut noter qu'avant la mise en charge de chaque éprouvette, nous procédons à l'équilibrage du banc d'essais. Cela consiste à chercher une parfaite horizontalité de la barre supportant les poids morts par ajout de ces derniers de part ou d'autre. La mise en marche de l'essai se fait par soulever le poids, monter l'éprouvette dans les mâchoires, fixer le temps initial, placer le palpeur du comparateur en début de course fixé à t_0 , relâcher le poids et lire les déplacements en fonction du temps.

Il faut signaler qu'au début des essais, on enregistre un accroissement rapide dans le déplacement, ce qui nécessite un prélèvement des données chaque 15 seconde. Après un certain temps (environ 10 minutes), les déplacements deviennent plus lents et le temps de prélèvement devient espacé. Pour cela nous avons adopté la répartition suivante des temps de relevé des déplacements : un relevé toutes les 5 s pendant 2 min, un relevé toutes les 10 s pendant les 5 min suivantes, un relevé toutes les 15 s pendant les 5 min suivantes, un relevé toutes les 30 s pendant les 10 min suivantes, un relevé toutes les 1 mn pendant les 5 min suivantes, un relevé toutes les 2 mn pendant les 10 mn suivantes, un relevé toutes les 5 mn pendant les 15 mn suivantes, un relevé toutes les 10 mn pendant les 60 mn suivantes, et enfin un relevé toutes les 15 mn pendant les heures suivantes de la journée, au-delà de 24 heures d'essai les déplacements se stabilisent, deux relevés suffisent.

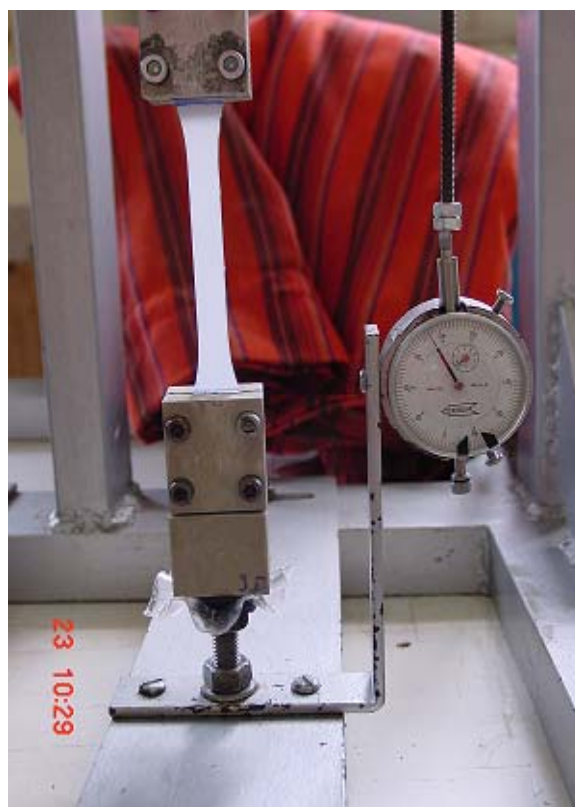
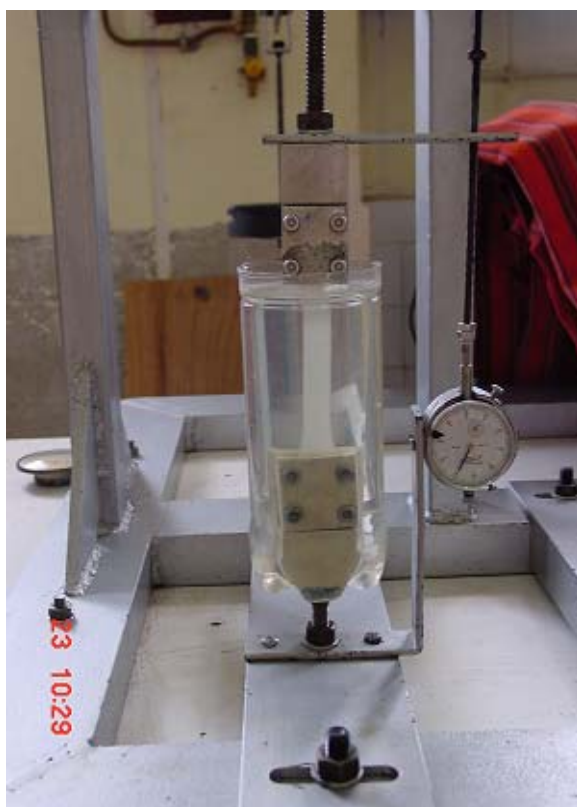
Les essais où les éprouvettes sont immergées dans une solution agressive. Le mode de chargement en milieu liquide est réalisé exactement de la même manière que dans un milieu ambiant.

Toutefois, la hausse de la température provoquait parfois une évaporation partielle du liquide (certains essais en milieu agressif ont eu lieu en plein été). Nous avons alors procédé à un relevé continu de température du milieu par l'utilisation d'un thermomètre et par la remise à niveau par un ajout de liquide choisi à chaque fois que c'est nécessaire.

Les éprouvettes soumises au fluage dans différents milieux sont illustrées par la figure (III-5 : a, b).



a) milieu ambiant



b) milieu savonneux et salin

Figure III-5 : Essais de fluage dans les différents milieux

III-2-2- Essai de caractérisation par traction simple

L'essai de rupture par traction reste l'un des essais expérimentaux les plus utilisés pour la caractérisation mécanique des matériaux. La caractérisation mécanique consiste en fait en la détermination des constantes de l'ingénieur en se basant sur les lois qui régissent le comportement des matériaux. Les essais sont réalisés en traction quasi statique à déplacement contrôlé avec une vitesse de 10 mm/mn jusqu'à la rupture. Les essais ont été conduits sur trois éprouvettes saines plus l'ensemble des éprouvettes de la 2ème série testées en fluage pour chaque milieu (figure III-4)

Les résultats d'essais nous permettent de représenter les diagrammes contraintes/déformations, dont l'exploitation permet de déterminer le module d'élasticité E , la limite d'élasticité R_e , la résistance à la traction R_m et la déformation à la rupture ε_R .

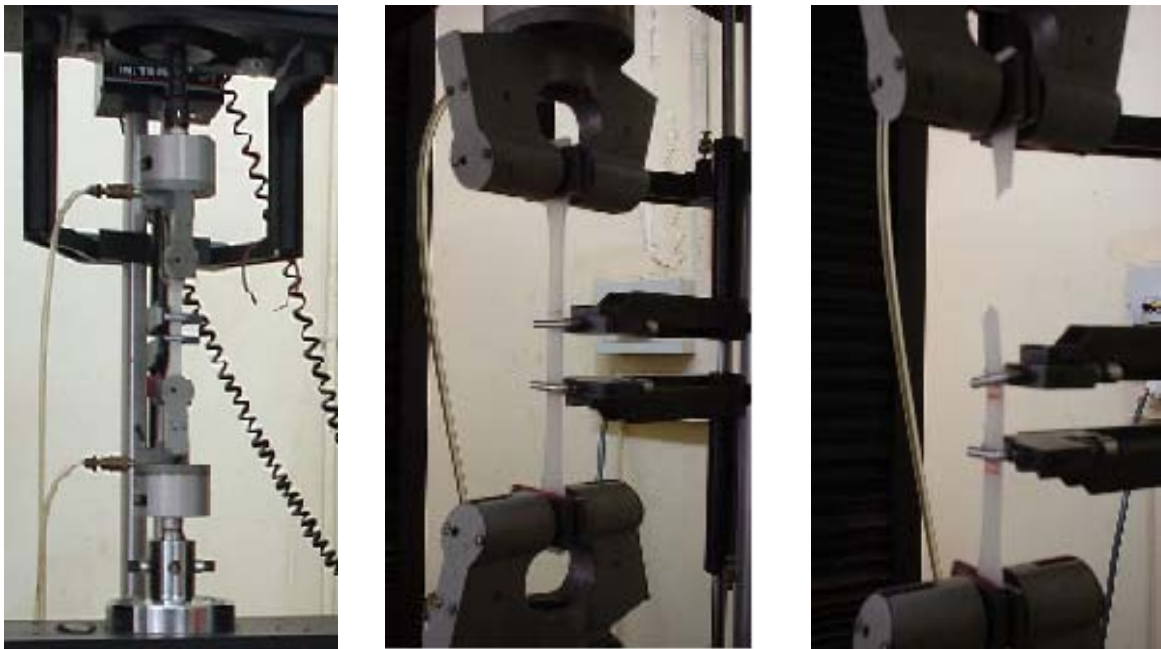
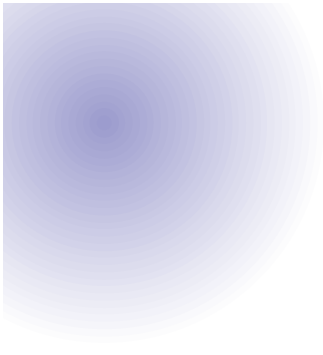


Figure III-4 : Essai de traction,



Introduction

Comme nous l'avons déjà avancé, cette partie est réservée au dépouillement des résultats obtenus et à leur discussion. Il s'agit des résultats d'essais mécaniques sur le polyéthylène (PEBD Skikda). Des essais de caractérisation mécaniques en traction et des essais de fluage en milieu ambiant et dans des milieux agressifs sont effectués, sur des éprouvettes normalisées (NF EN ISO 527) moulées par injection.

IV-1 Caractérisation mécanique des éprouvettes vierges :

Six éprouvettes seront testées (trois éprouvettes de chaque série). Les essais sont réalisés à une vitesse de 10 mm/mn (déplacement contrôlé). La figure (IV-1) montre les six éprouvettes après essais. Nous remarquons que sur cette dernière présente des ruptures de forme différentes, ce qui engendre une différence au niveau des résultats.

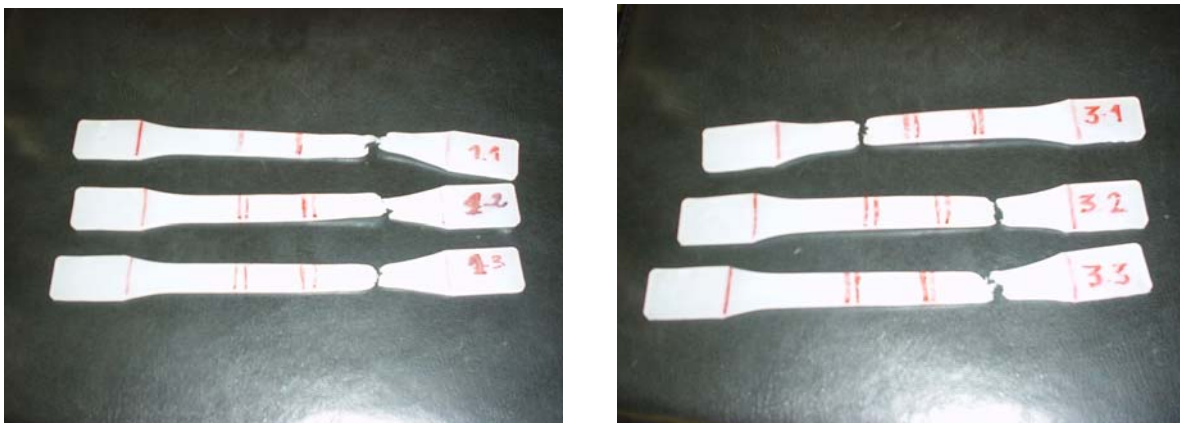


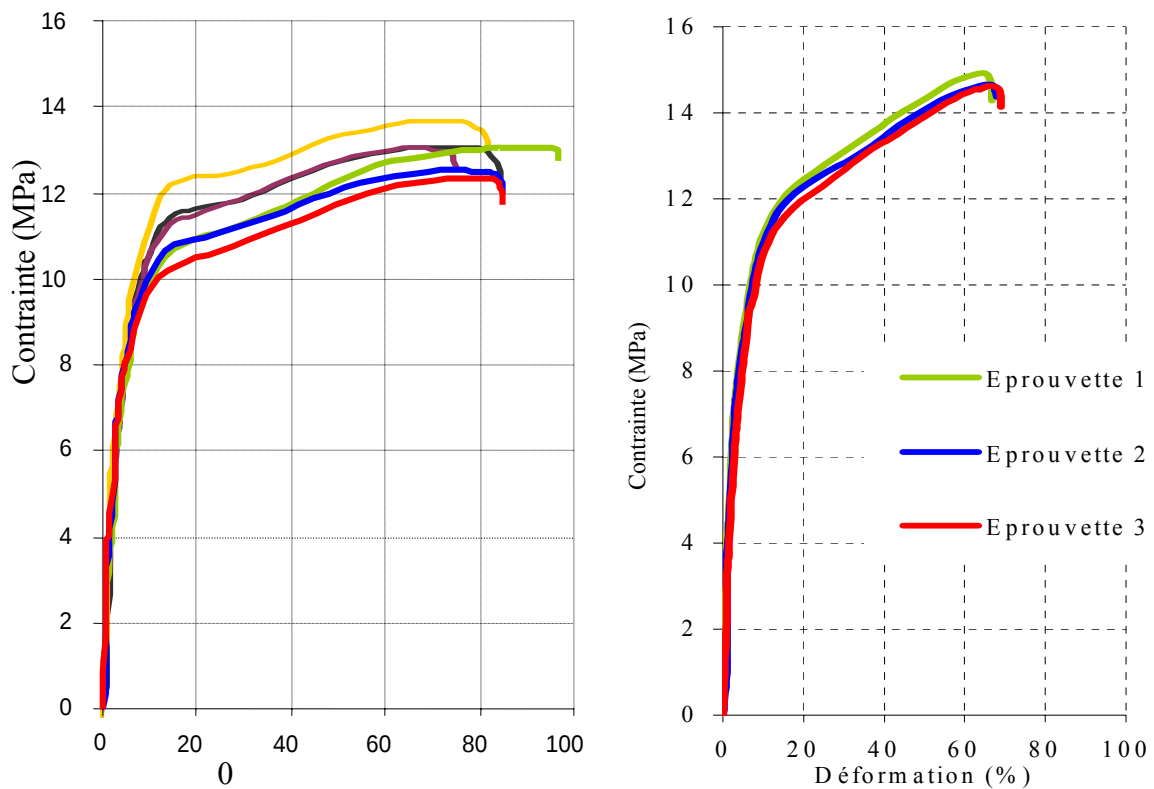
Figure IV-1 : Résultats d'essai de traction,
a) PEBD de Skikda, **b)** PEBD de la CE.

Le programme d'acquisition et de traitement des données d'essais permet d'obtenir directement la courbe de charge/déplacement, et par là le diagramme de contraintes-déformations (σ, ϵ).

Les diagrammes de contraintes/déformations obtenu pour les deux matériaux : PEBD de Skikda et celui du PEBD de la CE, sont illustrés par la figure IV-2 (a à c). Pour une comparaison du comportement des deux matériaux, une superposition des courbes de contraintes-déformations est donnée par la figure IV-2 d.

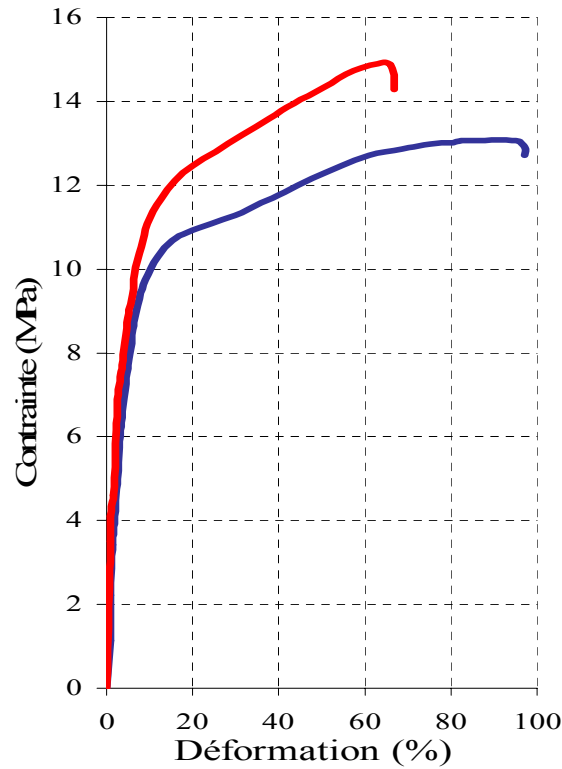
En principe, les deux séries issues de Skikda devaient présenter des résultats similaires. Il faut remarquer que ces diagrammes traduisent bien les différents stades de comportement des matériaux usuellement connus à savoir : un premier stade (initial) élastique, un deuxième stade traduisant un comportement élastoplastique où la courbe σ/ϵ connaît une diminution considérable de la pente (sorte de plateau) et enfin un troisième stade représentant le durcissement du matériau et se terminant par la rupture. Une petite différence en valeur est enregistrée au delà du stade élastique, elle serait due au mode d'élaboration. Par ailleurs, une petite différence de comportement est enregistrée en fin de la courbe (ϵ, σ). En fait, contrairement à la courbe (ϵ, σ) de la première série, celle de la deuxième connaît une diminution progressive avant la rupture.

la comparaison des courbes (σ, ϵ) montre que le polyéthylène de Skikda s'avère plus compliant que celui de la CE, c'est-à-dire que le module d'élasticité du matériau de Skikda est plus faible que celui du matériau de la CE. Cette complaisance a engendré automatiquement une contrainte à la rupture plus faible et une déformation conséquente plus grande pour le matériau de Skikda.



PEBD-Skikda

PEBD-CE



Superposition des deux matériaux

Figure IV-2 : Courbe contraintes-déformations

Quant aux constantes de l'ingénieur, des valeurs moyennes sont déduites et représentées dans le tableau (IV-1). Cette différence de résultats pourrait être due surtout aux moyens et au processus d'élaboration des matériaux. Une petite différence de pression ou de température durant l'injection introduirait automatiquement une différence au niveau des caractéristiques du matériau.

Essai de traction			Limite d'élasticité R_e (MPa)	Résistance à la traction R_m (MPa)	Déformation à la rupture ϵ_R (%)	Module d'élasticité E (MPa)
PEBD (Skikda)	Série 1	Eprouvette1	9,93	13,06	97,02	120,21
		Eprouvette2	9,73	12,53	85	108,99
		Eprouvette3	9,74	12,31	85	123,11
		Moyenne	9,80	12,63	89	117,44
	Série 2	Eprouvette1	9,61	11,84	86,36	137,37
		Eprouvette2	9,48	11,85	77,01	146,44
		Eprouvette3	9,88	12,38	83,82	142,76
		Moyenne	9,66	12,02	82,39	142,19
PEBD (CE)	Série 1	Eprouvette1	10,21	14,93	66,84	191,84
		Eprouvette2	10,69	14,66	68	167,99
		Eprouvette3	10,32	14,63	69	177,51
		Moyenne	10,41	14,74	67,95	179,11

Tableau IV-1 : Caractéristiques mécaniques du PEBD des éprouvettes vierge

IV-2- Essais de fluage

Nous tenons à signaler que seul le matériau local PEBD (Skikda) sera utilisé dans les essais de fluage. Dans le but d'étudier l'influence du milieu sur le comportement de ce matériau au fluage, nous avons choisi en premier lieu un milieu ambiant en guise de référence puis un milieu salin et enfin un milieu savonneux. Les charges utilisées pour les essais de fluage sont choisies en rapport avec la limite élastique du matériau déterminée par un essai de traction. En fait, pour rester dans le domaine élastique, le rapport de la contrainte appliquée σ_a à la limite élastique σ_e doit être toujours inférieure à l'unité ($\sigma_a / \sigma_e < 1$).

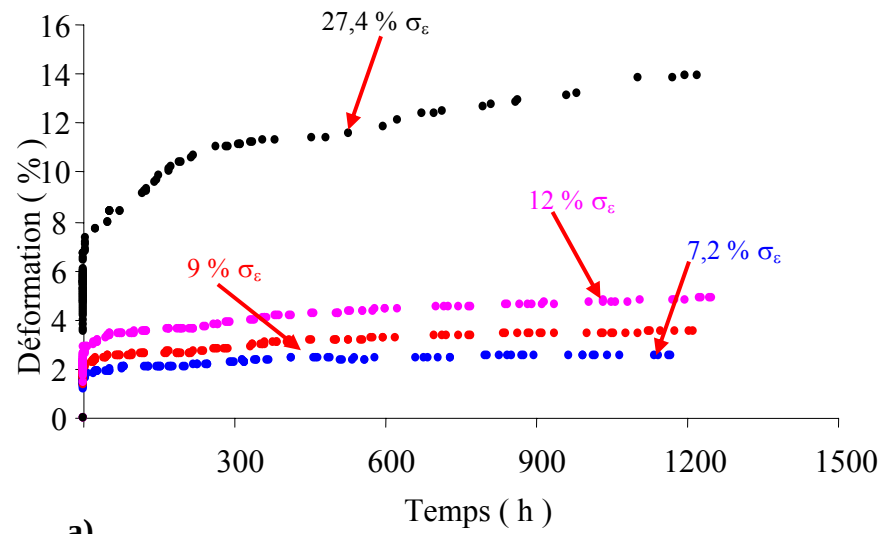
Dans notre cas, nous nous sommes vus contraints à une contrainte σ_a inférieure à 0,5 fois σ_e . Cependant, en testant le matériau dans le milieu ambiant et après 78 jours d'essai nous nous sommes aperçus que les charges choisies de 3 et 4kg soient respectivement une contrainte de 0,75MPa (8% de σ_e) et 0,98 MPa (10,7% de σ_e) à été jugée très faibles. Cela s'est traduit par des déformations très lentes et par conséquent, un temps d'essai énorme. C'est pourquoi nous les avons évitées pour les autres milieux. Enfin, le choix des charges pour les tests et dans les différents milieux est résumé dans le tableau (IV-2).

Essai de fluage		Charges (Kg)	σ_a (MPa)	σ_a / σ_e (%)
Milieu ambiant	Eprouvette1	3	0,74	8,07
	Eprouvette2	4	0,98	10,69
	Eprouvette3	5	1,23	13,41
	Eprouvette4	11,5	2,82	30,75
Milieu salin (eau de mer)	Eprouvette1	5	1,23	13,41
	Eprouvette2	6	1,47	16,03
	Eprouvette3	7	1,72	18,76
Milieu savonneux	Eprouvette1	7	1,72	18,76
	Eprouvette2	10,5	2,58	28,14

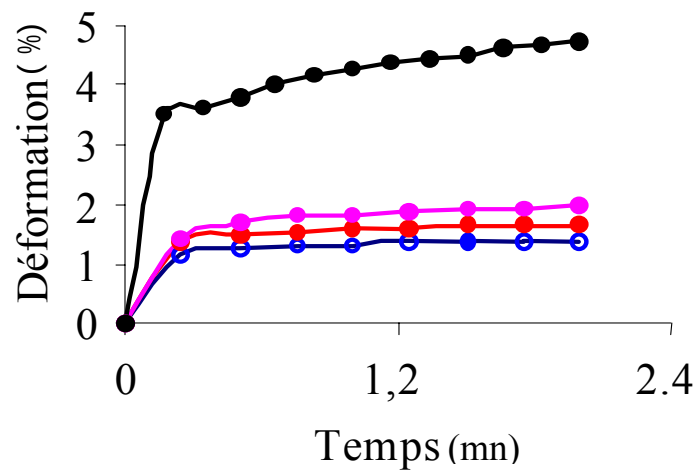
Tableau IV-2 : Choix des charges pour les différents milieux et pour $\sigma_e=0,092\text{MPa}$

IV-2-1 Milieu ambiant

Les éprouvettes sous essais en milieu ambiant sont maintenues en 78 jours durant. Les résultats des ces essais sont présentés sous forme de courbes représentant la variation de la déformation en fonction du temps pour les différents niveaux de contraintes appliquées (figure IV-3-a). Pour mettre en évidence l'effet de la charge aux toutes premières minutes de l'essai, une représentation sur échelle réduite est représentée dans la figure (IV-3-b).



a)



b)

Figure IV-3 : Courbes de fluage dans un milieu ambiant

L'évolution des courbes de fluages en milieu ambiant paraît semblable à court terme avec celle des courbes de fluage rapportées par Albert A. Warnas [42] sur le comportement du polyéthylène à haute densité et sous des différentes températures (figure IV-4). Cependant, une différence notable est à signaler pour le long terme, car l'auteur en question a supposé un comportement continu linéaire et a envisagé de simples extrapolations. Dans notre cas, l'extrapolation n'est pas possible, car avec le long terme, on a enregistré une non-linéarité par l'augmentation de la vitesse de déformation.

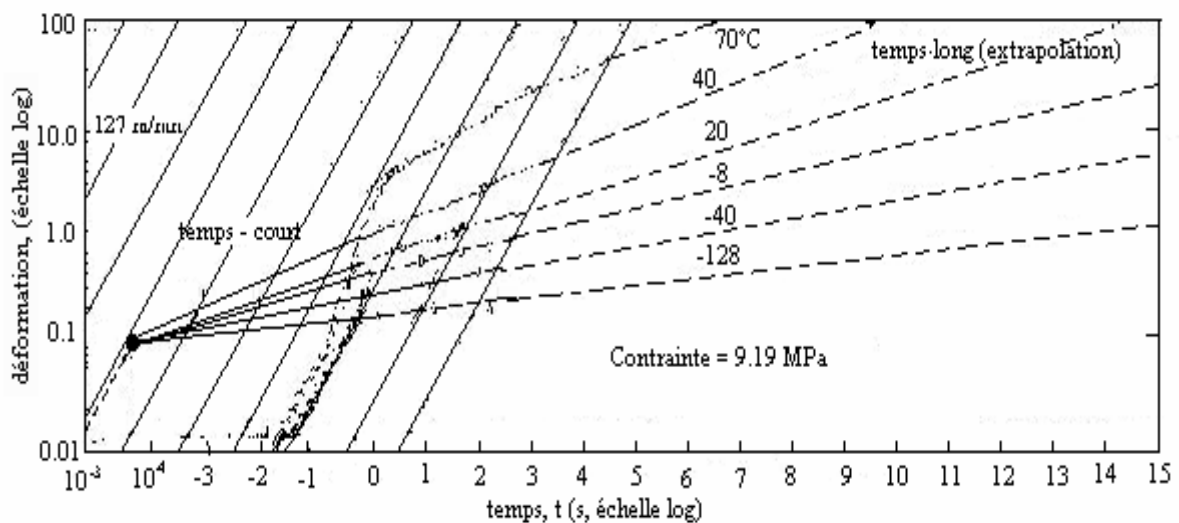


Figure IV-4 : Courbes de fluage du HDPE sous différentes températures

L'analyse des courbes des deux figures (IV-3-a) et (IV-3-b) montre que dans le cas du milieu ambiant, la vitesse de déformation en début d'essai dépend uniquement de la charge appliquée σ_a . Les fortes contraintes appliquées engendrent des vitesses de déformations plus grandes. Elle montre aussi une certaine proportionnalité directe entre les contraintes appliquées et les déformations engendrées pour la suite de l'essai. En fait, nous avons constaté que $\frac{\varepsilon_i}{\sigma_{ai}} \approx cte$, ce qui nous permet de déduire la courbe de déformation/temps par interpolation pour toute contrainte σ_{ai} comprise dans la fourchette des contraintes testées. Pour des charges supérieures, on ne saurait dire si l'extrapolation était possible.

Les courbes obtenues traduisent un comportement en deux stades différents : le premier stade (fluage primaire) se limite aux premiers moments de sollicitations, la déformation y croît rapidement et linéairement. Le deuxième stade traduit la stabilisation

des déformations dans le temps (fluage secondaire). Il est représenté par le plateau de la courbe (déformation/temps). La stabilisation semble être moins évidente pour les fortes contraintes appliquées (cas de $\sigma_a = 30,75\% \sigma_e$). Il faut noter que les essais ont été interrompus avant l'amorçage du stade de fluage tertiaire.

IV-2-2 Milieu salin

Le principe de chargement est le même que celui du milieu ambiant sauf que pour cet essai les éprouvettes seront immergées dans de l'eau de mer et que ces dernières seront maintenues en charge plus longtemps (238 jours). La figure (IV-5) donne les résultats des essais sous forme de courbes de fluage (déformation/temps) pour les différents niveaux de contraintes appliquées.

Le comportement en milieu salin dépend du temps de sollicitation et se présente sous forme de trois stades différents. En plus des deux premiers stades déjà discutés dans le cas du milieu ambiant, vient s'ajouter un troisième stade où la déformation, après une stabilisation en deuxième stade, connaît une croissance lente mais progressive avec le temps (fluage tertiaire). Cette fois-ci la proportionnalité entre les déformations enregistrées et les contraintes appliquées n'est plus constante ($\frac{\varepsilon_i}{\sigma_{ai}} \neq cte$). De même qu'en milieu ambiant, la vitesse de déformation en début d'essai augmente avec l'augmentation de la contrainte appliquée (figure IV.5b).

IV-2-3 Milieu savonneux

Pour une durée d'essai de 72 jours, en milieu savonneux, les résultats des essais sous forme de courbes de fluage (déformation/temps) pour les différentes contraintes appliquées sont données par les diagrammes de la figure (IV-6). La durée d'essai semble être trop courte pour décrire le troisième stade (fluage tertiaire) pour les faibles contraintes appliquées.

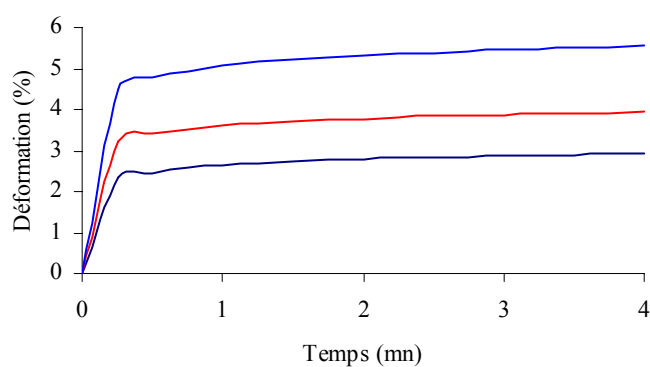
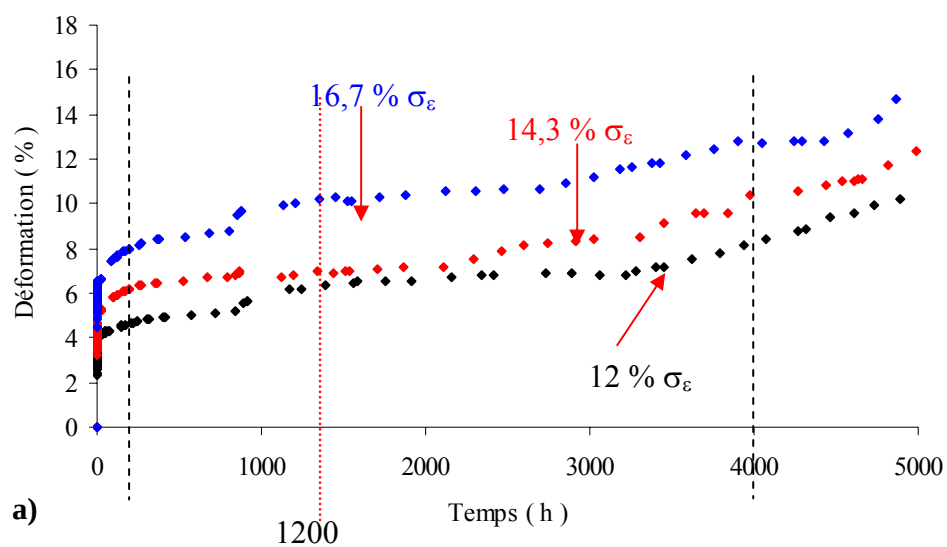


Figure IV-5 : Courbes de fluage dans un milieu salin (eau de mer)

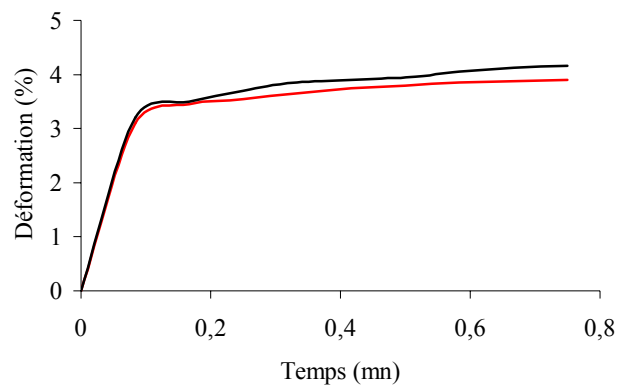
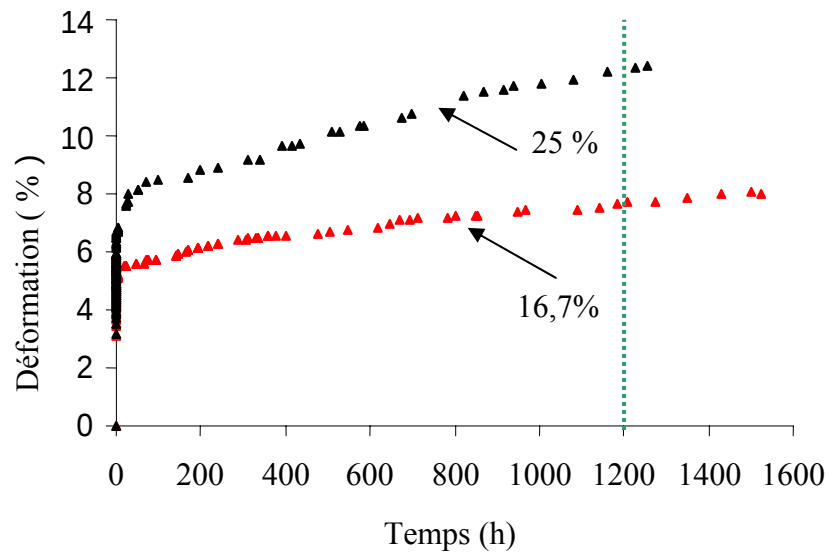


Figure IV-6 : Courbe de fluage dans un milieu savonneux.

IV-2-4 Analyse comparative des résultats des différents milieux

Une analyse comparative est faite sur le même niveau de contrainte et pour la même durée d'essai. En revanche, dans notre cas, comme nous l'avons fait remarquer, s'il y a des éléments de comparaisons (σ et t) ils ne sont pas communs aux trois milieux. C'est pour quoi, nous allons essayer de faire une comparaison pour chaque deux milieux à part et puis en faire une globale. Ainsi, les diagrammes de la figure IV-7-a illustrent le comportement au fluage en milieu ambiant et en eau de mer pour une contrainte appliquée de 1,23 MPa (12 % de σ_e). Ces diagrammes montrent que les déformations sont beaucoup plus importantes en milieu salin qu'en milieu ambiant.

De même, les diagrammes de la figure (IV-7-b) illustrent le comportement au fluage en milieux salin et savonneux pour une contrainte appliquée de 1,72 MPa (16,7% de σ_e). Ils montrent que le milieu salin affecte plus le matériau. Les déformations sont plus importantes et croissent avec le temps d'essai.

Sur cette même figure (IV-7-b), nous avons pris le soin de représenter un diagramme de comportement dans le milieu ambiant pour une contrainte constante, de la courbe est déduite par interpolation des courbes de la figure (IV-3). Elle montre que l'eau savonneuse a peu ou pas d'effet sur le comportement au fluage pour une durée d'essai d'environ 50 jours.

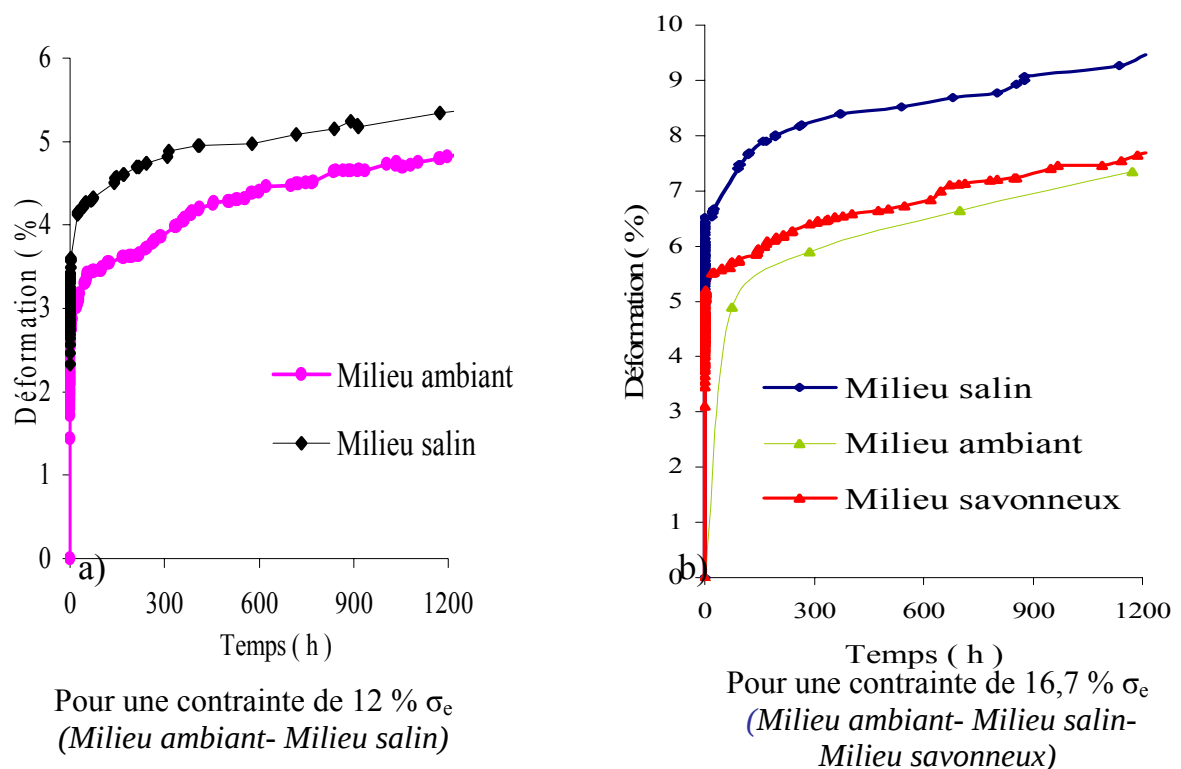


Figure IV-7 : Variation de la déformation en fonction du temps

Discussion :

Comme nous l'avons fait remarquer en analyse comparative des résultats, une différence en terme de déformation est enregistrée entre les différents milieux. Mais, il est constaté que cette différence apparaît dès les premiers instants des essais. Ceci veut dire que le milieu d'essai ne pourrait pas être le paramètre principal de cette différence. Ainsi, plusieurs questions peuvent se poser, entre autres :

- Est-ce que le milieu d'essai pourrait engendrer une telle différence avec une aussi rapide vitesse ?

- Peut-on affecter cette différence à l'effet de température du milieu d'essai seule ? Nous pensons que non, car à titre d'information, les températures enregistrées lors des démarrages des essais des milieux ambiant et salin sont très voisines : 29°C et 28°C respectivement et ne peuvent créer une telle différence.

En fait, l'effet de température est important, mais sur la suite des essais, car aussi bien le gradient de température que la variation quotidienne durant les périodes d'essais pourraient s'avérer suffisants pour engendrer de telle différence de comportement.

- Ne peut-on pas affecter cette différence à un effet de vieillissement physique par la température de stockage des éprouvettes ? En fait, nous rappelons que les essais dans le milieu salin ont démarré vers la mi-Août, ce qui veut dire que, les éprouvettes concernées par ce milieu ont connu plus de deux mois et demi de haute température de plus que celles concernées par le milieu ambiant. A vrai dire, même les éprouvettes du milieu ambiant ont connu cette hausse de température. Mais comme elles étaient en pleins essais, tout effet lié à la température serait compris dans la déformation globale enregistrée durant l'essai.

De même, les éprouvettes concernées par le milieu savonneux ont été sujettes à un vieillissement physique mais différent de celui qu'ont connu les éprouvettes du milieu salin. En fait, pour les éprouvettes du milieu savonneux, les essais ont démarré vers la mi-mars. Donc en plus de la période estivale très chaude, ces éprouvettes ont connu une période hivernale très froide. Ceci n'est pas sans effet et engendre un changement au niveau du vieillissement de ces éprouvettes.

Nous pensons que c'est l'effet combiné de ces trois paramètres associés à d'autres éléments que nous ne maîtrisons pas qui en est responsable de cette différence dans le comportement, mais le facteur principal serait le vieillissement physique.

En fin, pour mieux élucider ce problème, nous avons entrepris un programme d'essais complémentaire qui consiste à :

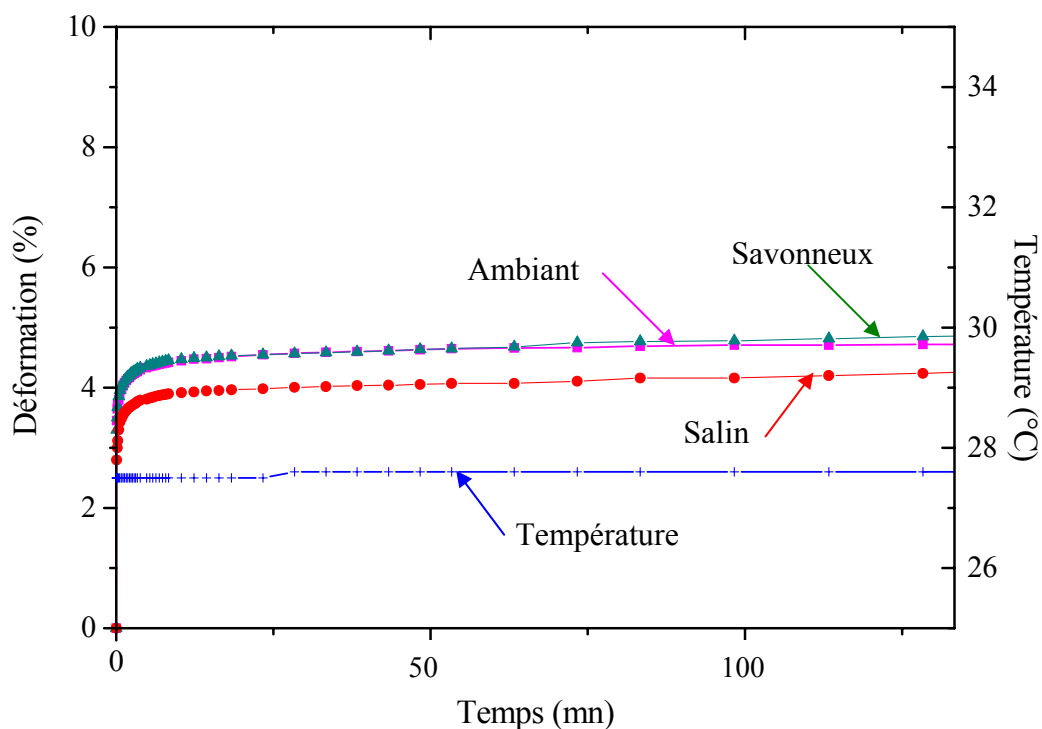
1- Effectuer des essais de fluage de très court terme dans les trois milieux simultanément. Ceci nous permettra d'éliminer le problème de la différence due à l'effet de température. Et toute différence serait dans sa globalité liée à la nature du milieu.

Les éprouvettes dans les trois milieux différents sont soumises à la même charge deux heures durant. Nous avons opté pour, une période d'essai aussi courte, car les différences ci- haut, ont été enregistrées aux premiers instants des essais.

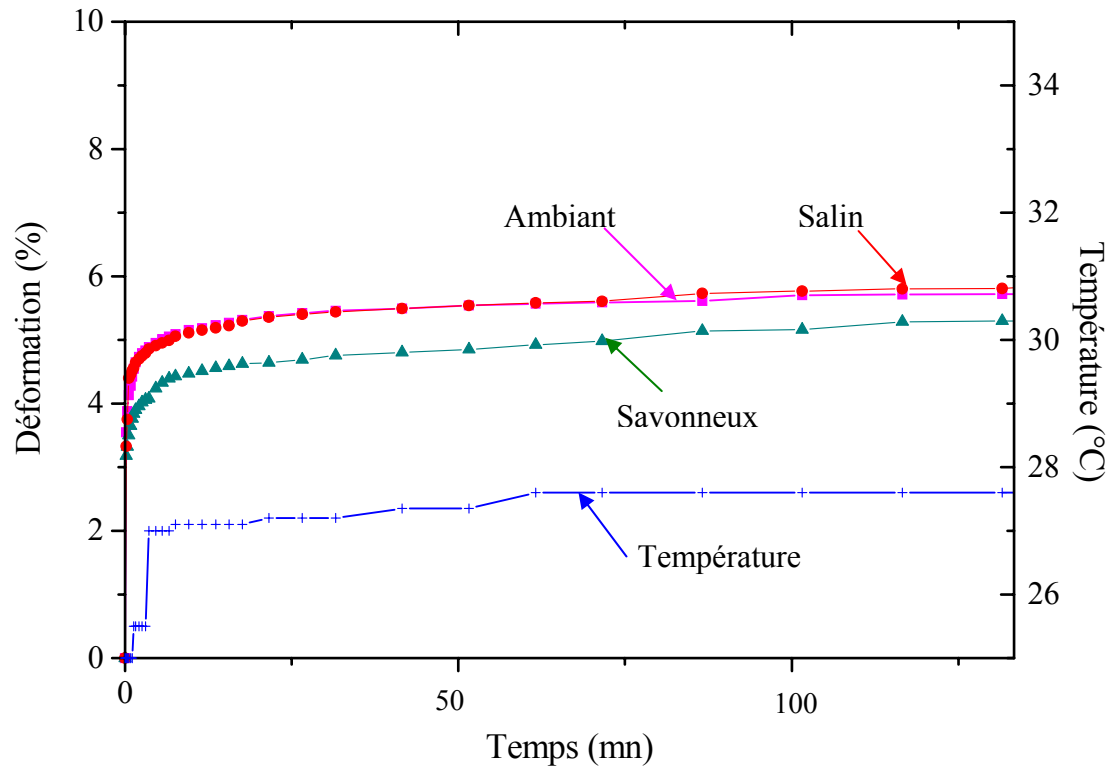
2- Effectuer des essais dans des milieux salins de différentes concentrations simultanément. Si les sels avaient un effet sur le comportement tel qu'on le soupçonnait, cela apparaîtrait sur les résultats d'essai. Ces essais seront de courte durée (10 jours).

IV-3- Essais de fluage de très court terme (2heures)

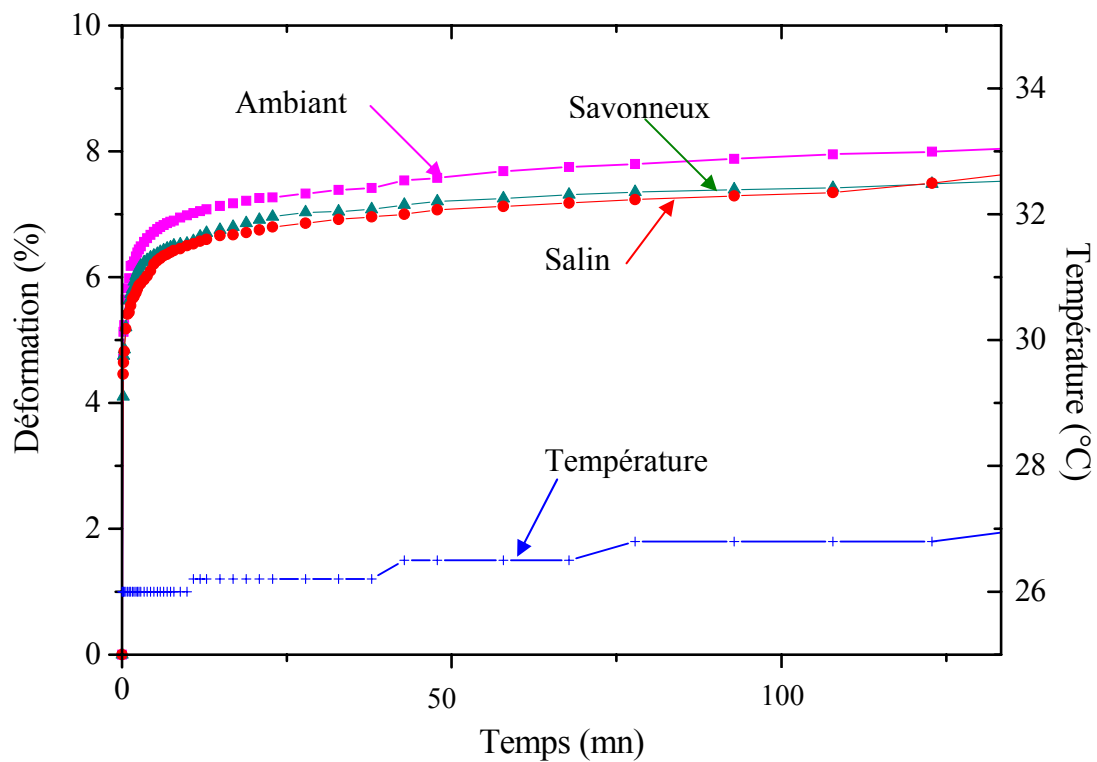
Comme nous l'avons déjà signalé ci-dessus, il s'agira de procéder à des essais de très court terme (2 heures) dans les trois milieux simultanément et sous la même charge. Ces essais sont effectués pour différentes charges (5kg, 7kg et 10kg). Ceci nous permettra d'éliminer l'effet de la température d'essai comme ça nous permettra de connaître l'effet de charge sur le comportement des éprouvettes. Les résultats de ces essais associés à la température sont illustrés à travers les diagrammes représentés par les figures : IV-8 à IV-10.



Figures IV-8 : Courbes de fluage à court terme (2h) pour une charge de 5kg



Figures IV-9 : Courbes de fluage à court terme (2h) pour une charge de 7,5kg



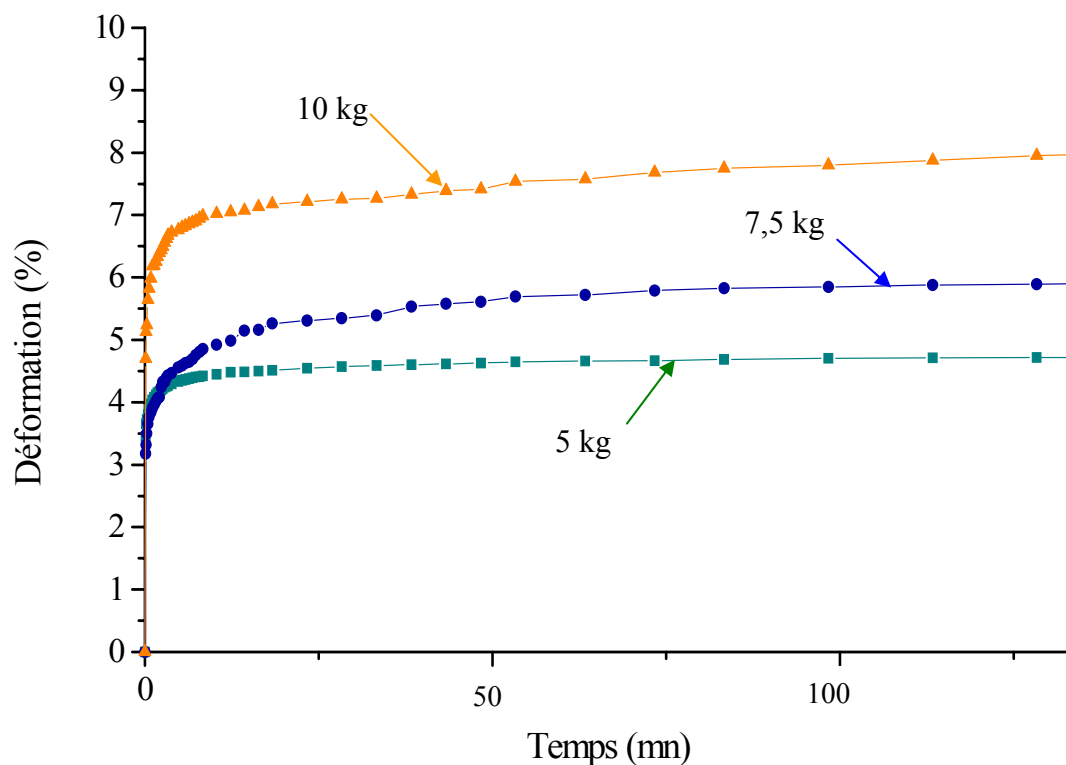
Figures IV-10 : Courbes de fluage à court terme (2h) pour une charge de 10kg

Il faut remarquer que pour les différents cas de charge, les éprouvettes immergées dans les trois différents milieux traduisent le même type de comportement (même allure des courbes de déformations). Après une déformation instantanée qui diffère d'un cas de chargement à un autre, les courbes de fluage connaissent une évolution très lente tendant vers la stabilité. De même pour chaque cas de charge, les courbes de comportement (déformation/temps) des éprouvettes des différents milieux sont pratiquement identiques à 1% près. Ces très petites différences enregistrées ne suivent aucune logique en relation avec le milieu d'essai, car elles sont tantôt en faveur d'un milieu, tantôt en faveur de l'autre, en fonction de la charge appliquée. Elles pourraient bien être dues plutôt à la dispersion locale des caractéristiques physiques du matériau qui diffèrent d'une éprouvette à l'autre. A titre d'exemple, dans les cas de 5 Kg et 10 Kg de charge, la déformation est plus importante dans le milieu ambiant que dans le milieu salin. Alors que dans le cas de 7,5 Kg de charge, elle est plus importante dans le milieu salin. La même comparaison pourrait être étendue à tous les différents milieux.

Suite à ce qui vient d'être énoncé, nous pouvons affirmer que le milieu d'essai ne peut être le facteur principal affectant le comportement du polyéthylène à basse densité pendant les premiers instants dans des essais de fluages de long terme. Ceci conforte bien l'hypothèse que nous avons émise dans le paragraphe concernant les essais de fluage à long terme.

Ces essais devraient nous permettre aussi de décrire l'effet de charge sur le comportement à très court terme du polyéthylène. Pour ce, nous allons représenter, par superposition, les résultats des différents cas de charge pour chaque milieu sur une même figure. Ceci est illustré par la figure (VI-11). Cependant, comme les différents chargements n'ont pu s'effectuer simultanément, une différence de température, aussi minime soit-elle, engendrerait un effet supplémentaire que nous ne pouvons malheureusement quantifier. L'effet supplémentaire apporté par la température augmente avec l'augmentation de cette dernière. Cependant, l'analyse des diagrammes montre que la température est restée pratiquement constante ($\approx 27,5^{\circ}\text{C}$) pour le cas de charge de 5 Kg, qu'elle a connu une augmentation d'un seul degré (1°C) d'une manière régulière pour le cas de charge de 10 Kg et une augmentation presque instantanée de $2,5^{\circ}\text{C}$ en début de l'essai de 7,5 Kg de charge. En principe, cette très petite évolution de température ne devrait pas affecter de beaucoup le comportement des éprouvettes. Néanmoins, si les résultats du milieu salin traduisent une certaine proportionnalité entre les courbes de fluage et les charges appliquées, il n'en est

pas de même pour les milieux ambiants et surtout savonneux. Ceci veut dire qu'en plus de la charge d'autres facteurs non moins importants influent sur le comportement des éprouvettes. En fait, les caractéristiques physiques et mécaniques sont étroitement liées au processus d'élaboration des matériaux et toute variation aussi petite soit-elle va engendrer une certaine dispersion au niveau des résultats des essais. D'ailleurs, nous pouvons signaler à ce titre qu'à leur sortie des moules, les éprouvettes ne sont pas entreposées dans les mêmes conditions. Une simple différence dans le processus de refroidissement pourrait bien affecter les caractéristiques du polymère et par conséquent son comportement. D'autres facteurs liés aux conditions de stockage (température, temps, humidité etc...) peuvent aussi affecter le comportement du polymère. Sachant que nous n'avons pas pris le soin d'éviter ce type de problème, nous ne pouvons alors désigner avec précision l'effet de tout les facteurs sus cités sur les résultats obtenus.



Figures IV-11 : Courbes de fluage à court terme (2h) dans un milieu ambiant

IV-4 Effet de concentration du milieu d'essai sur le comportement en fluage à court terme du polyéthylène

Il faut rappeler qu'en essai de fluage à long terme, un surplus de déformations a été enregistré dans le cas du milieu salin en comparaison avec les autres milieux d'essai. Cependant, comme le surplus fut enregistré dès les premiers instants de l'essai, on ne pouvait l'attribuer à l'effet du milieu. Ceci a pu être confirmé en partie par des essais de fluage de très courte durée dans les trois milieux simultanément.

Mais pour mieux élucider ce problème de la concentration en sel du milieu sur le comportement du polyéthylène en fluage, des essais sous différents taux de concentrations en sel, ont été effectués pour une durée de dix jours.

Pour des raisons de statistiques, trois éprouvettes testées pour chaque concentration en sel de table (25%, 50% et 100%) sous la charge de 10 Kg.

Les résultats de ces essais sont illustrés à travers les diagrammes représentés par les figures IV-14 à IV-16. Pour plus d'information concernant ces diagrammes, nous précisons que les deux grandes plages vides (sans points) représentent les périodes des week-ends, alors que les petites intermédiaires représentent les nuits. Ces diagrammes traduisent un comportement parfaitement similaire sur des différentes concentrations. Une progression très douce et régulière des déformations est enregistrée.

Il faut remarquer que pour les différentes concentrations, les déformations augmentent d'une manière insignifiante en fonction de la concentration en sel du milieu d'essai. Le maximum de ces différences est de l'ordre de 1%. Ces différences ne sont pas proportionnelles à la concentration en sel et sont enregistrées dès la mise en charge des éprouvettes. Ceci veut dire qu'elles ne sont pas dues essentiellement au taux de la concentration du sel mais plutôt à des contraintes expérimentales telles que les temps de lecture des déformations. En effet, il suffit d'un petit décalage du temps de lecture pour enregistrer un plus dans la déformation surtout pendant les premiers instants de l'essai.

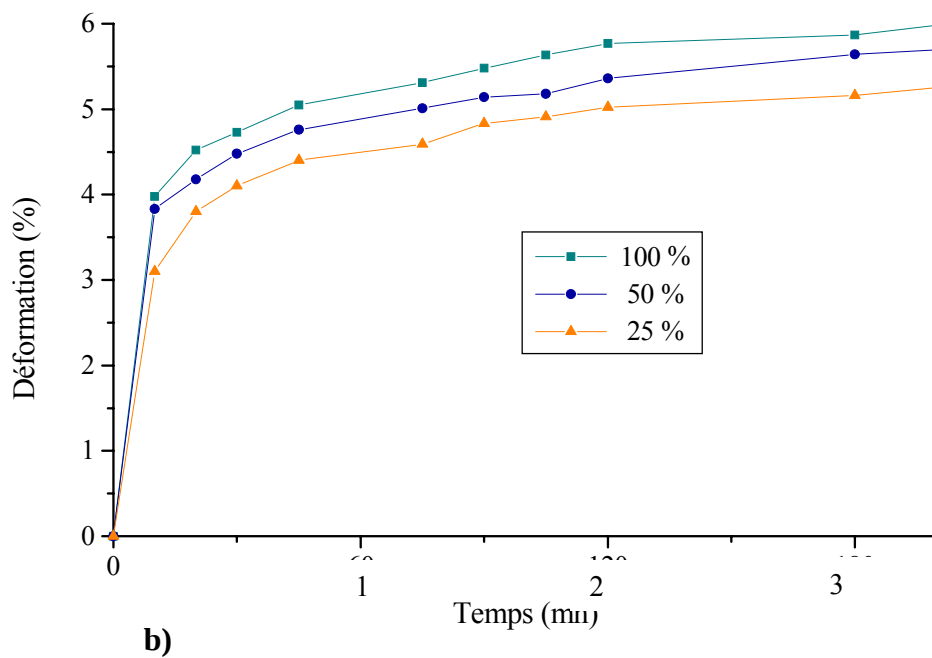
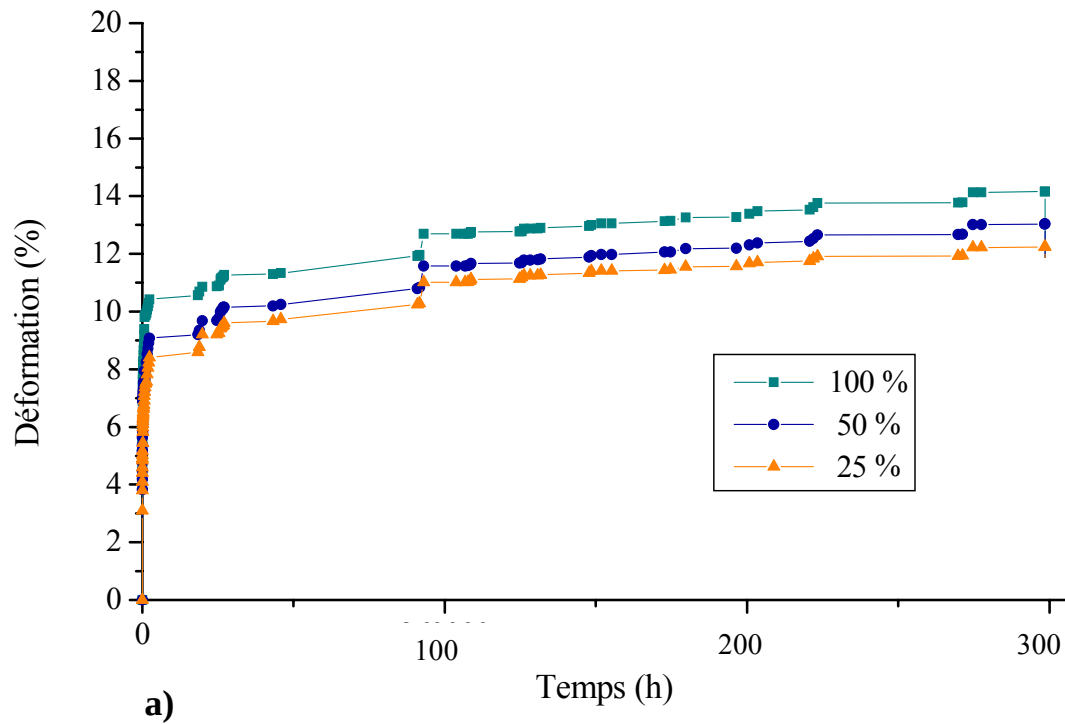


Figure IV-14 (a -b) : Courbes de fluage à court terme (10h)
dans un milieu salin (Essai 1)

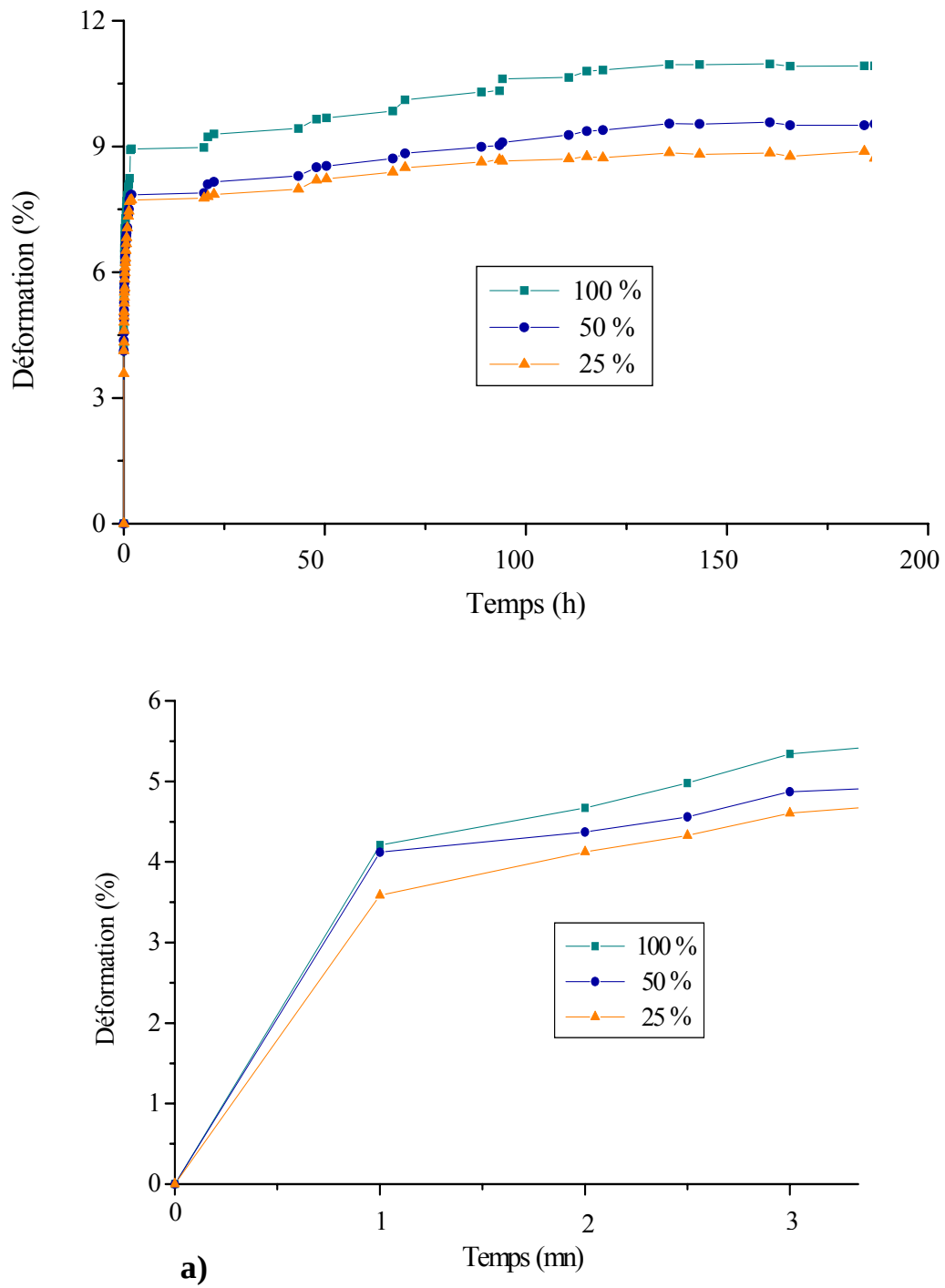


Figure IV-15 (a -b) : Courbes de fluage à court terme (10h)
dans un milieu salin (Essai 2)

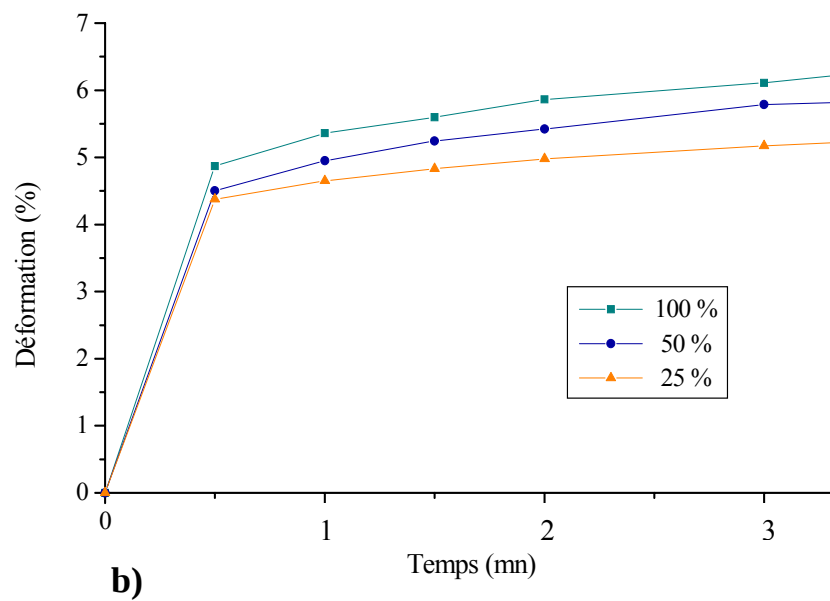
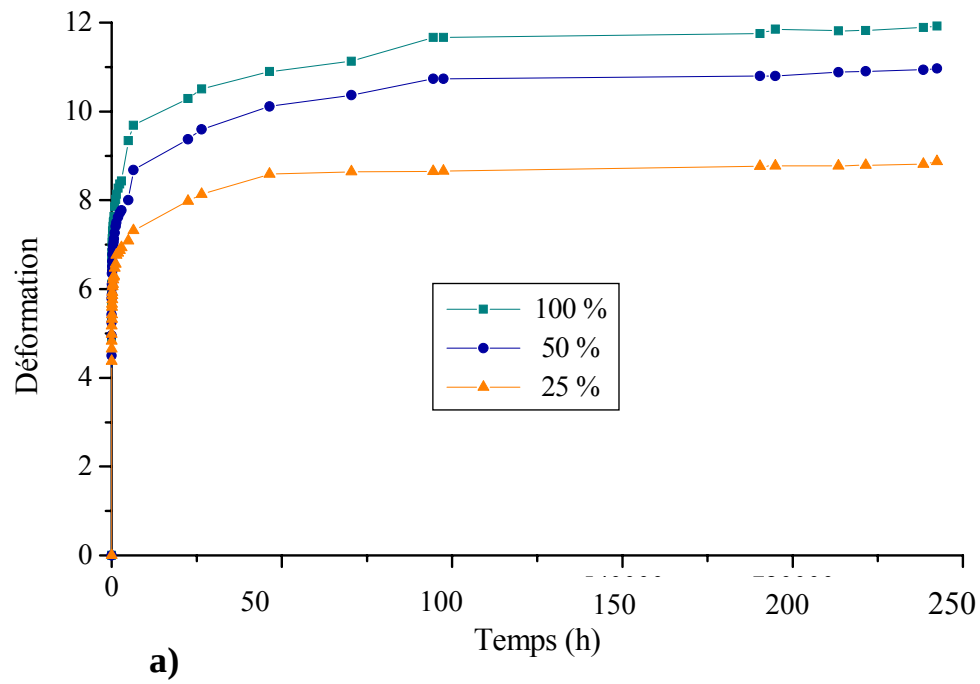


Figure IV-16 (a -b) : Courbes de fluage à court terme (10h)
dans un milieu salin (Essai 3)

Ainsi, et pour essayer d'élucider ces différences inexpliquées, nous avons projeté des essais dans de l'eau distillée et vérifier la thèse des contraintes expérimentale. Pour ce, trois éprouvettes seront testées à nouveau sous une charge de 10kg pendant trois heures (deux éprouvettes dans de l'eau distillée et une éprouvette dans de l'eau salée à 25 %). Les résultats de ces essais sont représentés à travers les diagrammes de la figure (IV-17). Il faut remarquer que même les deux milieux d'essai avec eau distillée présentent une différence qui avoisine les 1 %. La déformation instantanée traduite par la figure (IV-17-b) conforte l'hypothèse des contraintes expérimentales, si non comment expliquer un tel comportement dans deux milieux exactement identiques. Bien sûr, qu'ils existent d'autres facteurs, dont nous avons déjà cité certains, mais dont nous ne maîtrisons pas les effets, tels que l'effet des dispersions des caractéristiques géométriques, physiques et mécaniques, sans oublier les effets liés au stockage et à la manipulation des éprouvettes.

Sur ce que nous venons de voir nous pouvons affirmer qu'à la température ambiante, les milieux salin et savonneux ont un effet insignifiant sur le comportement à court terme du polyéthylène à basse densité.

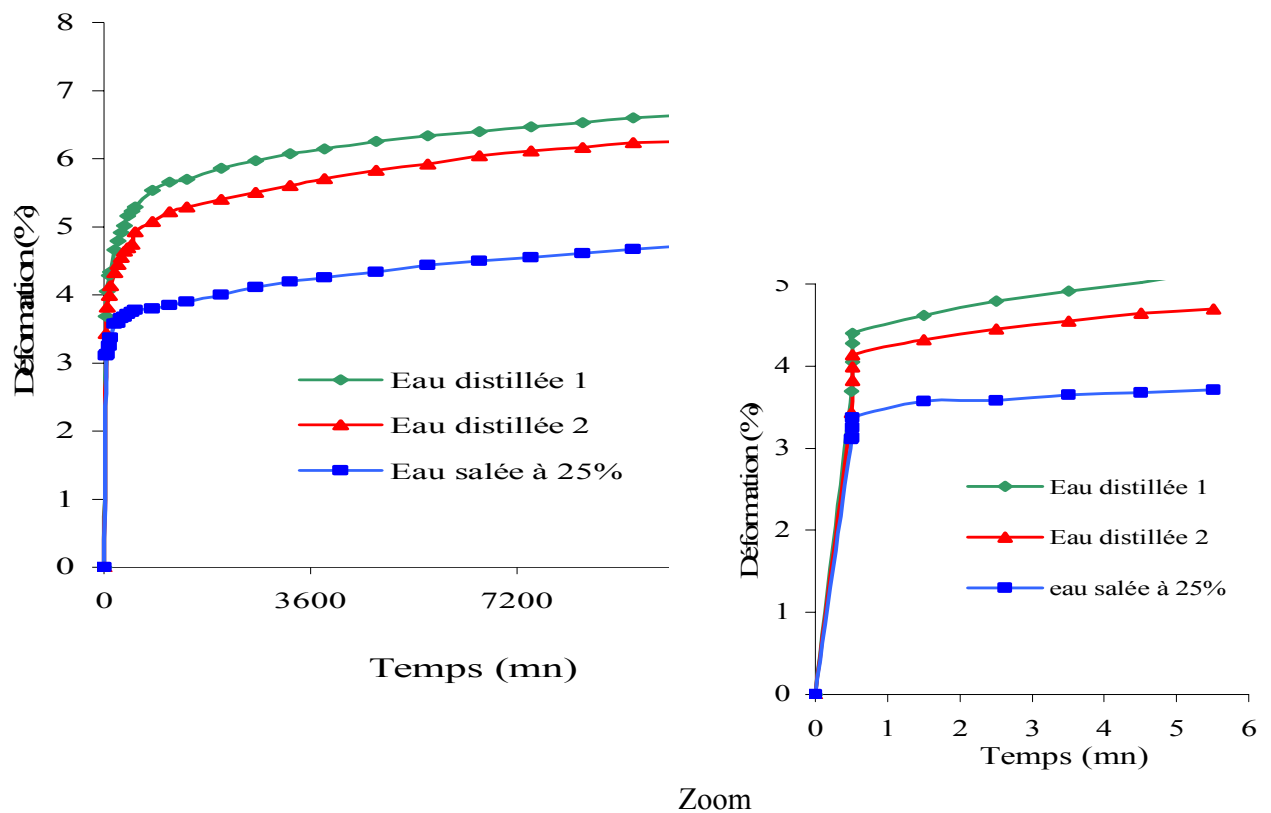


Figure IV-17 (a -b) : Courbes de fluage à très court terme (3h)

VI-5- Caractérisation des éprouvettes testées au fluage

Suite aux conclusions auxquelles nous avons abouti et dans lesquelles nous avons dit qu'aussi bien le milieu savonneux que le milieu salin n'ont pas un effet significatif sur le comportement en fluage du polyéthylène, du moins à court et moyen terme, et pour étayer cela d'avantage, nous nous proposons de déterminer les propriétés mécaniques du polyéthylène endommagé par fluage. Les éprouvettes ont été maintenues dans leurs propres milieux durant trois (03) jours.

Cependant, comme c'est surtout le milieu salin qui semblait avoir un effet sur le comportement en fluage du polyéthylène, seules les éprouvettes testées dans ce milieu seront sujettes à une caractérisation.

Trois éprouvettes pour chaque concentration seront utilisées. Leurs caractéristiques géométriques sont résumées dans le tableau (IV-3). Il faut remarquer qu'une petite différence de ces valeurs et les valeurs initiales données dans le tableau (III-2). Ceci est dû au fait que la recouvrance pour ces dernières ne s'est pas effectuées à 100% pendant les trois (03) jours de repos.

Désignation	Valeur (mm)
Longueur totale	165
Largeur des extrémités (ou tête)	24
Largeur de la partie calibrée	11,7
Epaisseur	3,28
Distance initiale entre mâchoires	110

Tableau VI-3 : Caractéristiques géométriques

De même que pour la première caractérisation, les essais sont réalisés à une vitesse de 10 mm/mn (déplacement contrôlé).

Les résultats de ces essais sont résumés par les diagrammes contrainte-déformation, illustrés dans la figure (IV-18) et les caractéristiques mécaniques déduites sont résumées dans le tableau IV-4.

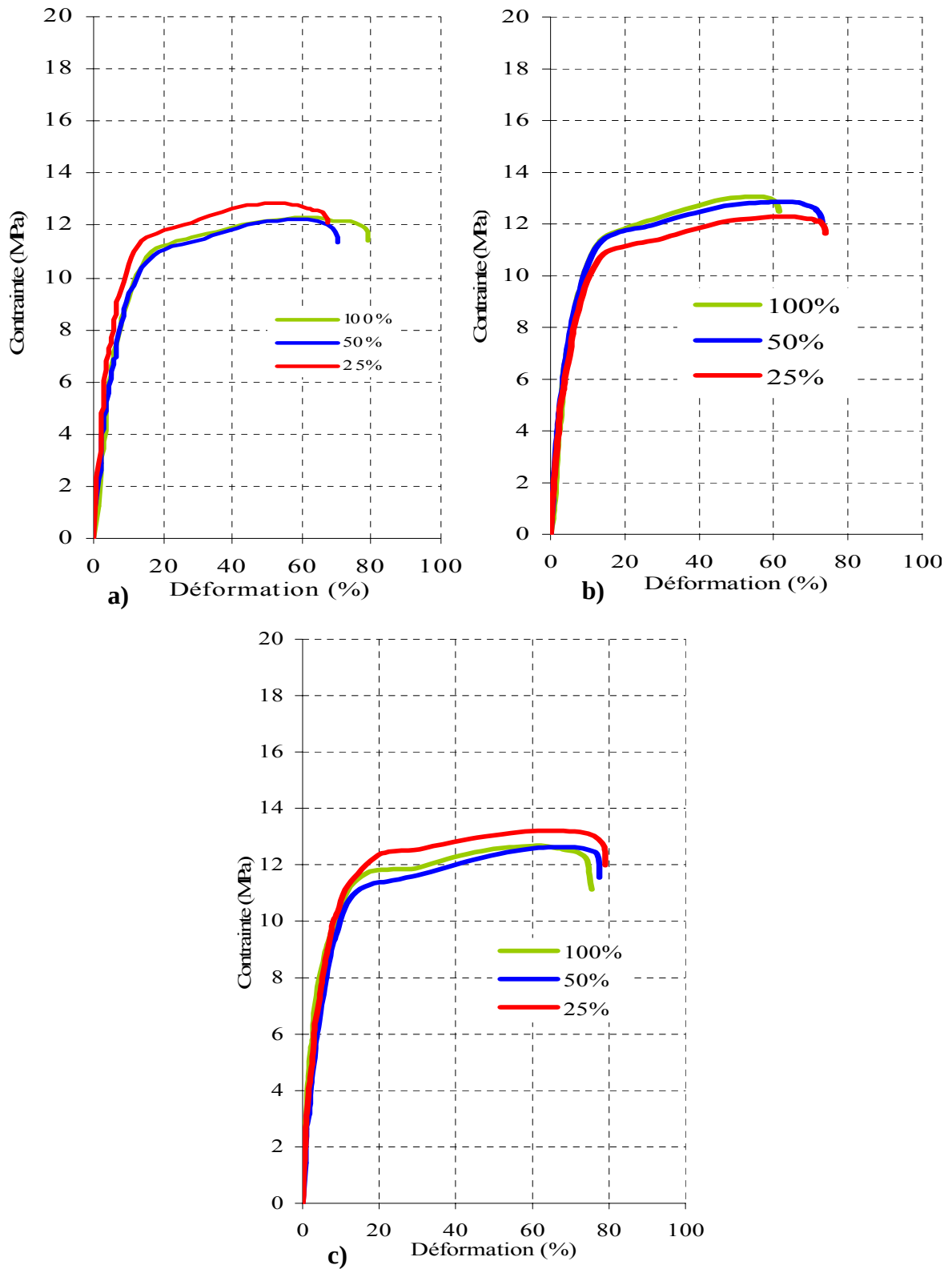


Figure IV-18 : Courbe contrainte/déformation des éprouvettes endommagées

a) Essai 1, b) Essai 2, c) Essai 3.

Essai de traction		Limite d'élasticité R_e (MPa)	Résistance à la traction R_m (MPa)	Déformation à la rupture ϵ_R (%)	Module d'élasticité E (MPa)
Concentration à 100 %	Essai 1	9,25	12,28	79	132,87
	Essai 2	9,75	13,06	61,50	129,7
	Essai 3	9,54,	12,68	75,5	156,39
	Moyenne	9,51	12,67	72	139,65
Concentration à 50 %	Essai 1	9,53	12,21	70,04	136,48
	Essai 2	9,81	12,82	73	143,28
	Essai 3	9,79	12,62	77,5	148,95
	Moyenne	9,71	12,55	73,51	142,90
Concentration à 25 %	Essai 1	10,97	12,83	67,53	129,55
	Essai 2	9,87	12,86	74	143,25
	Essai 3	10,29	13,2	79	139,19
	Moyenne	10,37	12,96	73,51	137,33

Tableau IV-4 : Caractéristiques mécaniques du PEBD après les essais de fluage

Ces résultats montrent que la résistance à la rupture est pratiquement la même que celle des éprouvettes non endommagées (12 à 13 MPa).

En revanche, la déformation à la traction des éprouvettes testées est plus faible que celle des éprouvettes vierges ($\approx 73\%$ contre 83%). Cette différence est due à déformation résiduelle dans les éprouvettes testées (la recouvrance n'est pas totale).

Les courbes contrainte-déformation correspondant aux différentes concentrations en sel (figure IV-18) sont pratiquement identiques. Les différences maximales enregistrées entre les différentes concentrations sont de l'ordre de 0,5 MPa d'une série d'essai à une autre.

Ces résultats montrent aussi que les caractéristiques mécaniques ne varient pratiquement pas avec la concentration en sel. Ceci conforte l'idée que le milieu salin n'a pas d'effet sur le comportement en fluage, du polyéthylène à basse densité, du moins à cours terme,

Conclusion :

Les résultats des différents essais que nous avons effectués ont montré que :

- Le polyéthylène de Skikda est moins rigide que celui de la CE, il présente des résistances limites plus faibles mais une déformation à la rupture plus grande.
- Les milieux d'essai de fluage, aussi bien le milieu savonneux que le milieu salin, ont peut d'effet sur le comportement en fluage à moyen terme et à température ambiante du polyéthylène à basse densité.
- Les petites différences enregistrées sont dues surtout à des contraintes expérimentales telles que la variation de la température et les moyens utilisés de lecture des valeurs.



Conclusion générale

Il faut rappeler que l'objectif que nous nous sommes fixé pour cette étude est d'établir une description du comportement des PEBD en fluage sous faibles contraintes dans des milieux ambiants, savonneux et salin.

Pour ce, nous avons commencé par une partie théorique traitant du comportement des polymères en général et du comportement en fluage du polyéthylène en particulier. Deux types de polyéthylène sont utilisés à savoir le PEBD de Skikda et le PEBD-CE.

Les résultats de la caractérisation ont montré que le polyéthylène de Skikda semble être plus complaisant que celui de la CE, car il présente une rigidité et des résistances limites plus faibles que celui de la CE, mais avec une déformation à la rupture plus grande.

Quant aux résultats d'essai de fluage, ils ont montré que :

- à température ambiante et sous de faibles charges, il est impossible d'arriver à une description totale des différents stades de comportement observés dans un essai de fluage.
- A court et moyen termes, aussi bien le milieu salin que le milieu savonneux n'ont pas un effet significatif sur le comportement du polyéthylène à basse densité.
- Les petites différences enregistrées ne sont nullement dues au milieu d'essai ou à sa concentration, des essais dans de l'eau distillée l'ont confirmé.

Cependant, ces résultats obtenus restent insuffisants, car nous n'avons pas pu satisfaire totalement l'objectif que nous nous sommes fixé, à savoir la description du comportement en fluage du polyéthylène à basse densité.

Pour ce faire, nous proposons à ce que ces essais soient repris avec des niveaux de contraintes plus élevés et en utilisant des moyens de lecture plus efficace. De même, une augmentation de la température du milieu d'essai pourrait bien nous éclairer sur le comportement de ces matériaux dans de telles conditions.

- [1] Extraction du fer, Belo Horizonte, centre industriel, capitale de l'Etat de Minas Gerais, Brésil Minas Gerais fer (biochimie) (Encycl) mine (gisement, explosif) Belo Horizonte hachette livre, 1997.
- [2] Michel CHATAIN, T I Polymères et composites «Matières thermoplastique», A-M 3 305 (4-1998).
- [3] Nathalie SCHULTZ (2^{ème} Année DTU Chimie), Mars 2000.
- [4] John Margeson, Robert Bauman, Chem Systems, «polyéthylène» novembre 2000.
- [5] Cacioli, p Moad, g Rizzardo, e, Derelis, A k, Solomon, D H Polymer Bulletin 11 1984, PP 325-328.
- [6] Rohm et Haas, «propriétés physiques», Bulletin p1-165, Octobre 1988.
- [7] Lemaître, J., Chaboche, J.L., «Mécanique des matériaux solides», 2^e édition, Dunod, Paris, 1992.
- [8] Govuert L E, Bastiaansen, C W M, Leblans P J R, Polymer, PP 34-3-534, 1993.
- [9] Thompson, E V J Polymer Science, partie A-2 1966, 4 PP 199-208.
- [10] Patricie KRAWCZAK, Technique de l'Ingénieur, traité plastique et composite, «Essais mécaniques caractéristiques à long terme et ténacité » A-M 3 511 (1-6).
- [11] Extrait du bulletin d'information INFO-CARMA n°12, mars 2000.
- [12] Michael F, Ashby, David R H Jones, IVT Ecoles d'ingénieurs «Matériaux, 1 Propriétés et Application » Dunod.
- [13] J. Mandel «Propriétés Mécaniques de Matériaux» Eyrolles editeur Paris 1978.
- [14] Encyclopédie des sciences industrielles, Quillet.
- [15] A Malkin, A Askadsky, A Chlyland, V Kovvigu «Experimental Methods of Polymers», Moscow 1983.
- [16] Y. Adda, JM. Dupony, J. Philibert, Y. Quéré «Elément de Métallurgie Physique» tome 5, «Déformation Plastique », INSTN CEN SACLAY, 1991.
- [17] C. CHEZE, «RDM 8», DUNOD, Paris 1966.

- [18] P KOZAWCZAK, Technique de l'ingénieur traité plastiques et composites, (7-1999)
«Essais mécaniques des plastiques, caractéristiques instantanées ». AM 3512.
- [19] Sandor FUZESSETRY, T I A 3310, «Polyéthylène basse densité » [11-1996], Polymères et Composites.
- [20] Froncois SAINT Antonin, “Techniques de l'ingénieur, traité matériaux métalliques” M140 P1-13.
- [21] Michael F, Ashby, David R H jones, IVT Ecoles d'ingénieurs, Matériaux 2 – « Microstructure et mise en œuvre».
- [22] P KOZAWCZAK. Technique de l'ingénieur traité plastiques et composites, (7-1999), «Essais Mécaniques des Plastiques, Caractéristiques Instantanées » AM 3510.
- [23] Mc Grum, NG and Marris, E L Proc R Soc Land 1966, A292,506.
- [24] Chai, C K and Mc crum, N G Polymer 1980, 21,706.
- [25] Chai, C K and Mc crum, N G Polymer 1984, 25,291.
- [26] Mc Crum, NG Polymer Commun 1984,25,2.
- [27] S Truit ,L C E “Physical Agug in Amorphous polymers and other Materials”, Elsevier, Amsterdam, 1978.
- [28] S Truit ,L. C. E. Polymer 1987,28,1521.
- [29] S Truit ,L. C. E. Polymer 1980,21,962.
- [30] Kubut, J Maurer, F H, J , Rigdahl, M and welander, M Rheol Acta 1989, 28,147.
- [31] Mulhearn, T. D. and Tabor, D J Inst Metab 1960, 89,7.
- [32] J Crismen “On the long time and lifetime behavior in uniaxial extension of linear LDPE”, Polymer Engineering and Science PP541-547 APR-1991 Vol 31n°8.
- [33]] J Crismen, Polymer. Eng. Sci., 29, 1598 (1989).
- [34] J.S.T.P 2002 S F CHABIRA, R HUCHON et M SEBAA.
- [35] Smeet, Paul, Jacobs marten, Mertens marcel, DSM High Performance Fibres Heerlen, The Nethertands. PP541-547
- [36] Michel Chatain, «comportement physique et thermomécanique en relation avec la structure»Technique de l'ingénieur traité plastiques, A3 110 (11-1990).
- [37] A Rudin, «The elements of polymer Science and Engineering», Academie press, New york, London 1982.
- [38] Toinushevsky, E E and slutsker, A I Zavodskaya laboratorya, 29,8 : 994(1963).
- [39] E N Da, C Andrade, and B chamers, “the resistivity of polycrystalline wires in relation to plastic deformation, and the mecanism of plastic flow”, P OC P OY Soc, 138A,348-374 (1932)

- [40] Warnus, A.A paper presented at ASTM Symposium: “Materials Characterization, by thermal Mechanical Analysis”, Heng quarters, Philadelphia, PA-19107-1187, Mars 1990.
- [41] Jacobs, M J N J, PHD Thesis “creep of Gel-Spun polyethylene fibrers”, Eindhoven University of technology, 1999, ISBN 90-386-274.
- [42] Lebailli M. Mémoire de fin d’étude. «Etude et Réalisation d’un banc d’essai» 1999 – USTHB. Réf : M19/1999.
- [43] R Quatremer, J P Trotignon, «Précis de construction mécanique, 1 dessin, conception et normalisation» AFNOR NATHAN.
- [44] Flinn, R A, and P K Trojan 1990 Engineering Materials and their applications, 4thed Boston: Houghton Mifflin, PP176-183.
- [45] A. Souah Thèse (Institut National polytechnique de lorraine) INPL, PP 1992.
- [46] J, P TROTIGNON, J VERDU, M PIPERAUD, AFNOR NATHAN- Précis de matières plastiques « structures propriétés, mise en œuvre et normalisation».