



Département de Technologie Chimique Industrielle

Rapport de soutenance

En vue de l'obtention du diplôme
de Licence professionnelle en :
Génie de la Formulation

Thème :

**Mise en œuvre des tubes thermoplastiques par extrusion et
caractérisation des propriétés**

Réalisé par :

CHOUAR Noufel

Encadré par :

- | | |
|--------------------------------|---------------------------------------|
| - M ^{me} IGGUI Kahina | MCA/ Institut de Technologie |
| - Mr. LITIME Fouad | Responsable de laboratoire / HARSEF |
| - Mr. TALHI Hamza | Responsable de laboratoire/ EULYPLAST |

Membre de jury :

- | | |
|--|------------------------------|
| - Examineur : M ^{me} MERAKCHI Akila | MCB/ Institut de Technologie |
| - Président de jury : Mme DAIRI Nassima | MAA/ Institut de Technologie |

REMERCIEMENTS

Ce travail a été réalisé au sein de deux entreprises, EULYPLAST, SARL HARSEF.

D'abord, MERCI au bon Dieu, qui m'a accordé la force et la patience pour accomplir ce travail.

J'adresse mes remerciements aux personnes qui m'ont aidé dans la réalisation de ce mémoire.

J'exprime mes sincères remerciements au Dr. K. IGGUI encadrant de mon mémoire pour son aide, ses conseils, ses orientations et encouragements au cours de ce travail.

Je remercie également Monsieur TALHI Hamza (responsable du laboratoire EULYPLAST) et son assistant Kamel, Monsieur Fouad (responsable de laboratoire HARSEF) monsieur Abdelghani SOUYET et Madame Zineb personnels dans laboratoire de HARSEF et sans oublier Ingénieure CHOUAR Seifeddine directeur technique de d'une entreprise à l'Arabie Saoudienne pour leur contribution à l'avancée de ce travail.

Je veux aussi remercier tous ceux qui, de près ou de loin, se sont intéressés à mon travail et m'ont encouragé, pendant ces mois, surtout mes plus proches amis, merci pour leur soutien.

Je remercie les membres du jury pour l'intérêt qu'ils ont bien voulu porter à ce mémoire et pour l'ensemble des remarques pertinentes faites sur ce travail.

Je ne veux pas passer sous silence sans remercier tous mes amis qui ont tenté de me porter de l'aide et du soutien. Toute ma sympathie va à tous les étudiants de l'Institut de Technologie de l'université de Bouira

Je ne saurais terminer sans remercier toutes les personnes qui ont contribué à ma formation et particulièrement mes enseignants du primaire jusqu'à la graduation.

On garde toujours les meilleurs pour la fin. Je tiens, à remercier du fond du cœur ma famille et spécialement mes parents, mes frères et ma sœur dont l'affection et le soutien constant qu'ils m'ont porté, ont été déterminants dans la réussite de mon parcours universitaire.

Dédicaces

A ma chère mère,

A mon cher père,

A mes frères et ma sœur,

A la mémoire de mon grand-père

A toute la famille,

A tous mes amis,

Mon cher ami

A tous ceux qui me sont chers

Je dédie ce travail

Sommaire

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction 1

CHAPITRE I : Présentation de l'entreprise

I.1. SARL HARSEF	3
I.1.1. Localisation	3
I.1.2. Surface.....	5
I.1.3. Certificat.....	6
I.1.4. Laboratoire	6
I.2. EULYPLAST	7
I.2.1. Localisation	7
I.2.2. Surface.....	8
I.2.3. Certificat.....	8
I.2.4. Laboratoire	8
I.2.5. Stockage	8

CHAPITRE II : Synthèse bibliographique sur les thermoplastiques

II.1. Généralités sur les thermoplastiques.....	9
II.1.1. Définition	9
II.1.2. Classification des thermoplastiques	9
II.1.2.1. Polymères de grande diffusion	9
II.1.2.2. Polymères techniques et choix innovants	9
II.1.3. Polyéthylène (PE)	10
II.1.3.1. Capacité de production	10
II.1.3.2. Structure et synthèse	10
II.1.3.3. Classification des polyéthylènes en fonction de leur densité.....	10
II.1.3.4. Propriétés des polyéthylènes.....	12
II.1.3.5. Domaines d'applications des polyéthylènes	14
II.1.4. Polychlorure de vinyle (PVC).....	15
II.1.4.1. Structure et synthèse	15
II.1.4.2. Propriétés du PVC	16
II.1.4.3. Domaine d'application du PVC	18
II.2. Tubes à base de thermoplastiques PE et PVC	20
II.2.1. Historique.....	20
II.2.2. Procédé de fabrication des tubes thermoplastiques (PEHD-PVC)	21

II.2.2.1. Procédé d'extrusion	21
II.2.2.2. Additifs ajoutés	23

CHAPITRE III : Matériels et méthodes

III.1. Matériaux utilisés	28
III.2. Procédés de mise en œuvre des thermoplastiques (PE, PVC) (extrusion)	30
III.3. Techniques expérimentales.....	32
III.3.1. Test de fluidité (MFI)	32
III.3.2. Densité.....	34
III.3.3. Détermination du temps d'induction à l'oxydation « TIO »	35
III.3.4. Test de traction	37
III.3.5. Retrait à chaud.....	39
III.3.6. Résistance à la pression hydrostatique	40
III.3.7. Teneur en noire de carbone	42

CHAPITRE IV : Résultats et discussions

IV.1. Caractérisation des tubes de PEHD et de PVC	43
IV.1.1. Test de fluidité (MFI).....	43
IV.1.2. Densité.....	43
IV.1.3. Temps d'induction à l'oxydation « TIO ».....	44
IV.1.4. Test de traction	45
IV.1.5. Retrait à chaud.....	46
IV.1.6. Résistance à la pression hydrostatique	46
IV.1.7. Teneur en noire de carbone	48
Conclusion.....	49
References bibliographiques.....	50

Résumé

Liste des abréviations

DSC: Differential scanning calorimetric.

MFI: Melt flow index.

MFR : Melt flow rate.

NC : Noire de carbone.

PE : Polyéthylène.

PEBD : Polyéthylènes à basse densité.

PEHD : Polyéthylène à haut densité.

PEMD : Polyéthylène à moyenne densité.

PVC : Polychlorure de vinyle.

TIO : Temps d'induction à oxydation.

Liste des figures

Figure I.1 : Localisation de l'entreprise HARSEF unité PROGAZ.

Figure I.2 : Logo de l'unité PROGAZ PIPE.

Figure I.3 : Logo de l'unité TEDJPLAST.

Figure I.4 : Stockage du produit finis de faible diamètre.

Figure I.5 : Stockage de la matière première.

Figure I.6 : EULYPLAST logo.

Figure I.7 : Localisation de l'entreprise EULYPLAST.

Figure I.8 : Stockage de matière première et le produit finis.

Figure II.1 : Structure des arrangements macromoléculaires des thermoplastiques.

Figure II.2 : Représentation semi-développée de la chaîne macromoléculaire du PE.

Figure II.3 : Formule chimique du PVC.

Figure II.4 : Polymérisation de PVC.

Figure II.5 : Consommation européenne des tubes en plastique pour tous les domaines d'applications (en 2008).

Figure II.6 : Croissance historique des expéditions de tuyaux en PEHD en Amérique du Nord.

Figure II.7 : Schéma d'une ligne d'extrusion des tubes.

Figure II.8 : Mise en œuvre de PVC.

Figure II.9 : L'action (a) d'un plastifiant aromatique polaire et (b) d'un plastifiant aliphatique polaire sur le PVC enchaîne.

Figure III.1 : Matière première noire et masterbatch en PE.

Figure III.2 : Schéma ligne de PEHD.

Figure III.4 : Schéma présentant des différents composants du fluidimètre.

Figure III.5 : Courbe TIO.

Figure III.6 : Prélèvement des éprouvettes sur tube.

Figure III.7 : Préparation d'un échantillon pour l'essai de retrait à chaud.

Figure III.8 : Schéma d'un échantillon de tube placé entre embouts.

Figure IV.1 : Courbe de DSC pour détermination de TIO de tube PEHD.

Figure IV.2 : Courbe contrainte-déformation de PEHD.

Figure IV.3 : Courbe de pression hydrostatique de PEHD.

Liste des tableaux

Tableau II.1: Classification des polyéthylènes en fonction de leur densité, selon ASTM D1248.

Tableau II.2 : Illustre les propriétés du PVC rigide et du PVC souple.

Tableau III-1 : Caractéristiques de la matière utilisée.

Tableau III.2: Les additifs ajoutés aux PVC.

Tableau III.3 : Les conditions d'essai (température et la masse) pour certains matériaux.

Tableau III.4 : Dimensions de éprouvettes prélevés.

Tableau III.5 : Tableau introduire les conditions.

Tableau III.6 : Dimensions de l'échantillon de PVC.

Tableau III.7 : Dimensions de l'échantillon PEHD.

Tableau IV.1 : Les valeurs de l'essai d'indice de fluidité de PEHD.

Tableau IV.2 : Les valeurs de l'essai de la masse volumique de PEHD.

Tableau IV.3 : Les valeurs de l'essai de la masse volumique de PVC.

Tableau IV.4 : Les valeurs de l'essai de détermination de TIO (pour PEHD).

Tableau IV.5 : Les valeurs de l'essai de traction du PEHD.

Tableau IV.6 : Les valeurs de l'essai de traction du PVC.

Tableau IV.7 : Les valeurs de l'essai de détermination de Retrait à chaud pour PEHD.

Tableau IV.8 : Les valeurs de l'essai de détermination de Retrait à chaud pour PVC.

Tableau IV.9 : Paramètres d'essai d'échantillon de PEHD.

Tableau IV.10 : Paramètres d'essai d'échantillon de PVC.

Tableau IV.11: Paramètres d'essai d'échantillon de PEHD.

Introduction

Introduction

Aujourd'hui les matériaux polymères autrement dit les matières plastiques se rencontrent partout. En effet, ils deviennent parmi les plus importants matériaux dans le monde, La polyvalence de ces matériaux plastiques uniques se reflète dans la polyvalence de ses utilisations et applications [1]. Ils trouvent des applications dans un vaste domaine par exemple dans les moyens de transports, électronique, mécanique, sport et en médecine, etc. Cependant, il a fallu attendre les années 1950 et l'invention de techniques industrielles de la mise en forme spécifique telle que l'extrusion pour que ces matériaux se développent à l'échelle de la grande industrie.

Parmi ces matières plastique, la famille des thermoplastiques tels que le polyéthylène (PE), polypropylène (PP) et le poly (chlorure de vinyle) (PVC) est une classe prometteuse, ils sont d'origine pétrochimique et procèdent des propriétés thermiques et mécaniques intéressantes qui facilitent leurs mises en œuvre à l'échelle industriel. Par exemple, les avantages des tubes en PEHD et PVC sont nombreux, notamment, un débit élevé et une perte de charge minimale, un coût et un temps d'installation réduits, un assemblage simple et robuste et une fuite minimale. Ceux-ci leur permettent de capter une part importante du marché mondial, notamment le marché européen du tube [2].

La transformation des thermoplastiques se fait par plusieurs procédés comme l'extrusion, l'injection, le thermoformage, le moulage, le calandrage, le soufflage, etc. L'extrusion est le procédé le plus important et le plus ancien pour les polymères thermoplastiques. Vers 1935, Paul Troester en Allemagne construit la première extrudeuse thermoplastique [3].

Dans ce travail, lors de ce stage pratique, nous nous sommes chargés d'étudier le procédé d'extrusion utilisé au sein des entreprises PROGAZ et EULYPLAST pour la transformation du polyéthylène à haute densité (PEHD) et du polychlorure de vinyle (PVC) en tubes. Ensuite une caractérisation des propriétés des produits finis et bruts a été menée.

L'objectif principal de ce stage est mon insertion dans le mode industriel et acquérir une expérience notamment la maîtrise des procédés de transformations des plastiques et les techniques de contrôle de qualité.

Notre présent rapport sera divisé comme suit :

Le 1^{er} chapitre qui consiste en la présentation de l'entreprise EULYPLAST et HARSEF.

Le 2^{ème} chapitre : consacré à une étude théorique sur les thermoplastiques et le procédé de transformation de ces derniers.

Le 3^{ème} chapitre : présente les matériaux utilisés, le procédé de mise en œuvre des tubes en PE et PVC et les techniques de caractérisation.

Le 4^{ème} chapitre : abordera les résultats obtenus ainsi que leurs discussions.

Et on termine par une conclusion

***CHAPITRE I : Présentation
de l'entreprise***

I.1. SARL HARSEF

SARL HARSEF INDUSTRIELLE est une société pluridisciplinaire, fondée en 2001, grâce à un partenariat basé sur le professionnalisme et l'éthique. SARL HARSEF est spécialisée dans le secteur de fabrication des thermoplastiques.

I.1.1. Localisation

Adresse : L'entreprise HARSEF est située dans la zone industriel El Eulma 19600, Sétif, Algérie (figure I.1)

Téléphone : 036 47 98 33



Figure I.1 Localisation de l'entreprise HARSEF unité PROGAZ.

La société sise à El Eulma elle était principalement spécialisée dans le domaine de la production, d'assemblage et commercialisation des différents articles de ménage et produits électroménagers. Au fil des années l'entreprise a su se développer et s'est spécialisée en créant deux filiales de fabrication locale en l'occurrence :

- *PROGAZ PIPE* : (figure I.2) est un intervenant de premier ordre dans la fabrication des tubes et accessoires en PEHD, PVC et PP-R. Fort de cette expertise et profitant des dernières innovations technologiques, elle a su développer une large gamme de produits afin de répondre à tous les besoins dans les domaines de l'adduction d'eau potable, réseau gaz, assainissement, drainage, irrigation, plomberie et télécom.



Figure I.2 : Logo de l'unité PROGAZ PIPE.

- *TEDJ PLAST* : (figure I.3) spécialisée dans la fabrication des produits électroménagers de marque « **Supper Cara** » & « **Sabiola** » tels que (machine à laver glacière électrique et climatiseur, ventilateur, ct)



Figure I.3 : Logo de l'unité TEDJPLAST.

La SARL HARSEF dispose d'une grande infrastructure moderne regroupant les installations de production suivantes :

- 13 presses d'injection de : 125 tonnes à 1600 tonnes ;
- 07 lignes d'extrusion de diamètre : 20 mm à 800 mm ;
- Et d'un laboratoire moderne et performant qui peut assurer la qualité des produits conformément aux normes internationales (essais de densité, MFI, pression hydrostatique, TIO, teneur en noir de carbone un microscope optique...) ;
- Deux chaînes d'assemblage complètement automatisées, destinées à la fabrication des climatiseurs.

L'entreprise HARSEF emploie plus de 160 collaborateurs dont 20 % de cadres, Pour donner plus de confiance à ses clients.

I.1.2. Surface

L'unité PROGAZ s'étale sur une surface de 7000 m² divisé en deux ateliers pour PEHD et PP (contient 5 lignes d'extrusion) et un autre atelier pour PVC (qui contient 2 lignes d'extrusion), et autre espace pour stockage de la matière première et produit fini (figure I.4, I.5).



Figure I.4 : Stockage du produit finis de faible diamètre.



Figure I.5 : Stockage de la matière première.

I.1.3. Certificat

La SARLHARSEF est certifiée à la norme ISO 9001 V 2015 ;

La SARLHARSEF est certifiée par VITAL en 2019.

I.1.4. Laboratoire

Ce service contient un matériel spécial pour contrôler les produits et leurs conformités aux différentes normes. Parmi ces appareils on cite :

- Le micromètre pour mesurer l'épaisseur ;
- Pieds à coulisse pour mesurer la largeur ;
- Une balance de précision pour avoir le poids des échantillons ;
- Une balance analytique compacte à haut de gamme pour la mesure de densité ;
- Un plastomère pour la mesure d'indice de fluidité ;
- Un appareil de mesure d'attraction ;
- Un appareil de mesure de la teneur en noir de carbone ;
- DSC pour la mesure des propriétés thermiques et la cristallinité ;

Le contrôle des produits se fait soit tout au long du processus de production, soit après la production (contrôle de qualité des produits fini. Cette opération se fait trois (03) fois par jour et presque chaque deux (02) heures pour vérifier si le produit est conforme aux normes.

I.2. EULYPLAST

Unité industrielle de fabrication de tubes en polyéthylène à haute et à basse densité pour l'enchaînement de l'eau et gaz. L'entreprise EULYPLAST de EL EULMA a été créée en 2008 et est gérée par un conseil de direction. C'est une société par action (SARL).

La SARL EULYPLAST a été créée dans le cadre de l'investissement privé et dirigée par une équipe dynamique, professionnelle sur le plan technique et administratif.

La société EULYPLAST emploie 85 employés, elle a pour vocation la production et la commercialisation des tubes, destinées aux secteurs suivants : hydraulique, agriculture, et bâtiment.



Figure I.6 : EULYPLAST logo.

I.2.1. Localisation

Adresse : EILYPLAST est situé dans la Zone Industrielle n°43 19600 El Eulma, Sétif, Algérie.

Phone: 036 86 57 57



Figure I.7 : Localisation de l'entreprise EULYPLAST.

I.2.2. Surface

La société EULYPLAST s'étale sur une surface de 4132 m² avec une surface bâtie de 2500 m² de bâtiment et une surface de stockage de 2000 m².

I.2.3. Certificat

Elle est certifiée par ISO 2008 depuis le 18 septembre 2015.

Elle est certifiée par TEDJ depuis le 04 juin 2013.

I.2.4. Laboratoire

La SARL EULYPLAST est équipée d'un laboratoire moderne répondant aux exigences internationales et d'un système de contrôle de qualité dans le processus de fabrication de tube PE, une série de mesures et d'essais sont effectuées régulièrement lors de la fabrication de ce dernier (aspect des tubes, caractéristiques dimensionnelles, essai de pression, essai de traction...).

I.2.5. Stockage

EULYPLAST possède :

- Une aire de stockage pour les produits finis ;
- Une aire de stockage pour la matière première PE100 (figure I.8).



Figure I.8 : Stockage de la matière première et du produit fini.

La gamme des produits fabriqués par l'unité se résume suivant les indications portées ci-dessous :

TUBES PEHD PN 6, PN10, PN16, PN20 : Ø20, Ø25, Ø32, Ø40, Ø50, Ø63, Ø75, Ø90, Ø110, Ø125, Ø160, Ø200, Ø250, Ø315, Ø400, Le PN 25 sur commande.

***CHAPITRE II : Synthèse
bibliographique sur les
thermoplastiques***

II.1. Généralités sur les thermoplastiques

II.1.1. Définition

Le terme « thermoplastique » se compose par deux mots : "thermo" qui signifie chaleur et plastique qui désigne la famille des polymères. Les thermoplastiques sont constitués de chaînes linéaires ou ramifiées (voir figure II.1) et présentent des structures amorphes ou semicristallin. Ces matériaux ont la caractéristique de se ramollir (fusion) et se refroidir (dure) sous l'effet de la chaleur, ils conservent donc toujours de manière réversible la thermoplasticité initiale.

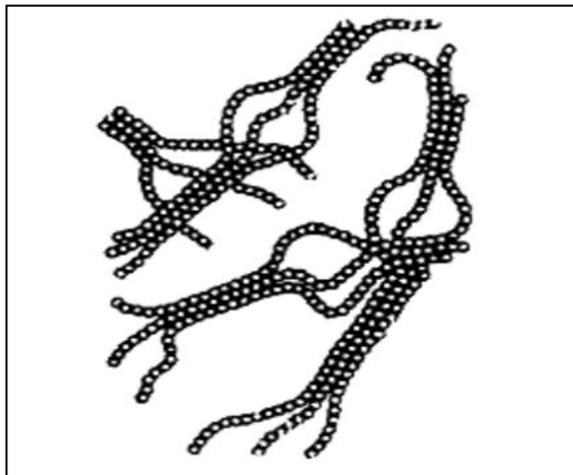


Figure II.1 : Structure des arrangements macromoléculaires des thermoplastiques [4].

II.1.2. Classification des thermoplastiques

Les polymères thermoplastiques se divisent en deux catégories :

II.1.2.1. Polymères de grande diffusion : dont le coût est assez faible, tels que le polyéthylène à haut densité (PEHD), le polyéthylène à basse densité (PEBD), le polypropylène (PP), le polystyrène (PS), le polychlorure de vinyle (PVC), le polyéthylène téréphtalate (PET)....

II.1.2.2. Polymères techniques et choix innovants : tels que les polyamides (PA), le poly(chlorure de vinylidène) (PVDC) et le Copolymère poly(éthylène / alcoolvinylique) (EVOH) [5].

II.1.3. Polyéthylène (PE)

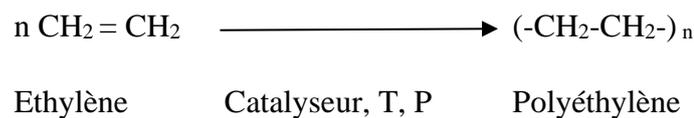
II.1.3.1. Capacité de production

Copolymère de grande diffusion, est l'un des polymères les plus simples et les moins chers. Sa production mondiale était d'une quarantaine de millions de tonnes en 2010 [6].

Cette matière plastique représente à elle seule environ un tiers de la production totale des matières synthétiques et constitue la moitié des emballages plastiques. Le recyclage des produits usés en PE a pris de plus en plus d'importance, 50% du PE constituant les sacs poubelle recyclés [7].

II.1.3.2. Structure et synthèse

Le PE fait partie de la famille des polyoléfines, issu de la polymérisation de l'éthylène gazeux sous des conditions spécifiques (température et pression), selon la réaction suivante :



Le PE est constitué d'assemblage de plusieurs monomères de polyéthylène (CH₂) comme illustré en figures II.2.

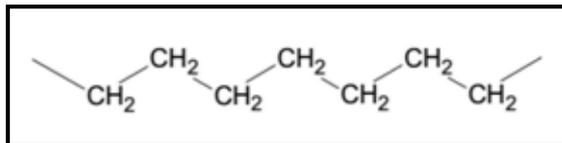


Figure II.2 : Représentation semi-développée de la chaîne macromoléculaire du PE [8].

II.1.3.3. Classification des polyéthylènes en fonction de leur densité

Les polyéthylènes sont généralement classés, selon leur densité en deux grandes catégories (voir tableau II.1) :

- ✓ Polyéthylènes à basse densité « PEBD » ;
- ✓ Polyéthylènes à haute densité « PEHD ».

Tableau II.1: Classification des polyéthylènes en fonction de leur densité, selon ASTM D1248 [9].

Densité à 23°C (Selon ISO1133)	Type de PE
0,940 - 0,970	Polyéthylène à haute densité (PEHD)
0,930 - 0,940	Polyéthylène à moyenne densité (PEMD)
0,915 - 0,935	Polyéthylène à basse densité radicalaire (PEBDR)
0,915 - 0,935	Polyéthylène à basse densité linéaire (PEBDL)
0,905 - 0,915	Polyéthylène à très basse densité (PEt-BDL)
0,890 - 0,905	Polyéthylène à ultra basse densité (PEu-BDL)

a) Polyéthylènes à basse densité (PEBD) : le polyéthylène à basse densité (PEBD) est un homopolymère obtenu par polymérisation radicalaire de l'éthylène, sous haute pression (100 à 350 MPa) et à des températures de 150 à 350°C. Le polyéthylène à basse densité (PEBD) est transparent de structure semi-cristalline constituée de chaînes linéaire ou ramifiées. Il est utilisé dans les domaines les plus divers. Sa densité est inférieure à celle de l'eau, il présente une bonne résistance chimique. Le PEBD se caractérise de sa facilité de mise en œuvre (facilement transformé), se recycle bien, sa durée de vie est très longue à cause de sa grande stabilité [10].

Selon la structure moléculaire des chaînes le PEBD est classé en :

Polyéthylène à basse densité radicalaire (PEBDR) : possède un nombre de ramifications plus grand que le PEHD, caractérisé par une structure moléculaire moins compacte et un taux de cristallinité moindre, sa densité relativement faible de l'ordre de 0,915 à 0,935. Les macromolécules obtenues après polymérisation sont fortement ramifiées, elles ont à la fois des branches longues et des branches courtes [11].

Polyéthylène à basse densité linéaire (PEBDL) : est obtenu par la copolymérisation de l'éthylène avec une des alfa-oléfines (propène -1, butène-1, hexène-1 et octène-1) sous basse pression (procédé à basse pression) avec des catalyseurs à base d'oxyde de chrome (type Phillips) ou des catalyseurs organométalliques (type Ziegler). Contrairement au PEBDR, ce type de polyéthylène possède une structure linéaire avec des ramifications à branches courtes, ce qui permet d'avoir un taux de cristallinité plus élevé [12,13].

b) Polyéthylènes à haute densité (PEHD) : Les PEHD sont des homopolymères ou des copolymères d'éthylène et d'une alfaoléfine, obtenus sous basse pression à l'aide des catalyseurs de type Ziegler ou de type Phillips. Les deux voies essentielles pour fabriquer de polyéthylène à haute densité sont des réactions de polymérisation catalysées par des systèmes à base d'oxyde de chrome ou des composés organométalliques de type Ziegler-Natta. Les PEHD sont presque parfaitement linéaires (avec un faible taux de ramification) et hautement cristallins. Leur taux de cristallinité élevé (environ 70%) leur permet d'avoir une densité qui peut atteindre 0,970. En fonction de la composition en co-monomère, le taux de cristallinité (par conséquent la densité) peut être diminué donnant ainsi un polyéthylène de densité inférieure appelé le polyéthylène à moyenne densité « PEMD » avec des caractéristiques différentes [14,15].

II.1.3.4. Propriétés des polyéthylènes

Les propriétés des polyéthylènes dépendent essentiellement de trois paramètres structuraux à savoir : la cristallinité, la masse moléculaire et la distribution des masses moléculaires.

- **Taux de cristallinité**

Le taux de cristallinité est étroitement dépendant de la structure moléculaire. Il est faible dans le cas du polyéthylène basse densité radicalaire « PEBDR », dû à sa structure branchée qui empêche pratiquement les molécules de se serrer les unes contre les autres, et est élevé dans le cas du PEHD homopolymère, dû à la structure linéaire de ses chaînes qui se replient facilement pour former des cristallites. En plus la répartition des masses moléculaires est un facteur qui peut aussi affecter les propriétés du PE. Un polymère avec une distribution étroite se cristallise plus rapidement avec une grande uniformité permettant d'avoir une grande rigidité et un minimum de torsion (pour les pièces moulées par injection). La distribution large assure la facilité de mise en œuvre ainsi qu'une bonne résistance au choc et à la fissuration sous contraintes [12].

- *Propriétés rhéologiques*

Le PE à l'état fondu a un comportement viscoélastique non linéaire, ceci signifie que sa viscosité diminue avec l'augmentation de la vitesse de cisaillement. Lors de l'extrusion, le PE est organisé à un gradient de vitesse de cisaillement, du cylindre de l'extrudeuse à la filière. Il est donc important de décider la courbe de la viscosité –vitesse de cisaillement sur l'étendue de la plage de cisaillement. La grandeur de l'indice de fluidité à chaud « MFI » permet d'estimer la viscosité à une vitesse de cisaillement donnée (un point de la courbe viscosité-vitesse de cisaillement). La variation de la viscosité avec la vitesse de cisaillement est d'autant mieux importante que la distribution des masses moléculaire est large.

Lorsque les contraintes de cisaillement, induites durant la transformation du PE, dépassent un seuil critique, des anomalies d'écoulement peuvent être observées à la surface de l'extrudant telles que la rupture de la matière fondue (rupture de la fusion) [14].

- *Propriétés mécaniques*

Le PEBD est un thermoplastique résistant au choc et à l'impact, même à de basses températures ($T < 0^\circ\text{C}$), dû à sa faible température de transition vitreuse « Tg » (jusqu'à -110°C), cette résistance est d'autant meilleure que :

- La masse molaire est plus élevée ;
- La cristallinité est plus faible ;
- La distribution des masses moléculaires est plus large (pour l'extrusion des tubes).

La surface paraffinique du PEBD lui assure un faible coefficient de friction. Sa résistance à l'abrasion augmente avec la masse moléculaire et la cristallinité. Elle est remarquable pour les PEHD de masse moléculaire très élevée [14].

Le PEHD conserve une bonne rigidité jusqu'à des températures importantes à 80°C , elle augmente avec la cristallinité et la masse molaire. La résistance au choc varie en sens inverse de la rigidité. Le polyéthylène haute densité possède une dureté relativement faible ; sa dureté varie relativement peu d'une résine à l'autre et augmente avec la cristallinité.

- *Propriétés thermiques*

La température et l'enthalpie de fusion du PE sont d'autant plus élevées que le taux de cristallinité l'est. Le point de fusion du PEBD se situe entre 105 et 115°C , celui du PEBDL entre 115 et 130°C et celui du PEMD et du PEHD entre 120 et 136°C [16].

- *Propriétés chimiques*

Le PEHD, par sa nature paraffinique non polaire, résiste bien aux acides forts non oxydants et aux bases (les acides inorganiques). La résistance chimique augmente avec le taux de cristallinité et dans une moindre mesure, avec la masse molaire ; elle diminue fortement quand la température augmente [17].

Le PE se gonfle dans les hydrocarbures aliphatiques et aromatiques et dans leurs dérivées halogénées, dans lesquels il se dissout à température élevée, ce qui explique sa grande perméabilité aux vapeurs de ces produits. L'absorption d'eau est d'environ 0,01 % et 0,5 % pour le PE contenant du noir de carbone [12].

- *Propriétés électriques*

Le PE présente d'excellentes propriétés d'isolation électrique quelles que soient sa masse moléculaire et sa cristallinité. Il est donc le matériau de choix en isolation électrique. Le PE a la tendance à accumuler les charges électriques en surface, les pièces ainsi chargées risquent d'attirer les poussières. L'addition des agents antistatiques permet de diminuer cette attraction [14].

II.1.3.5. Domaines d'applications des polyéthylènes

Grace à la diversité et les belles propriétés du PE qui lui confère un très large domaine d'applications. Parmi ses applications on peut citer :

Extrusion des films

L'extrusion des films représente le débouché le plus important du PEBD. Ces films sont destinés à :

- L'emballage : sacs, sachets, emballage de palettes (film thermo rétractable), etc.... ;
- L'usage agricole : serres [18,19].

Injection

- Articles ménagers : seaux, bols, cuvettes, etc... ;
- Bouchons : bouteilles, boîtes ;
- Matériel médical : seringues, sondes, Les prothèses médicales, etc... ;
- Jouets [18,19].

Extrusion- soufflage des corps creux

- Emballage des produits alimentaires, exemple : les bouteilles de lait ;
- Récipients pour les lessives et les détergents liquides ;
- Containers, cuves et citernes pour les paraffines ;
- Les planches à découper [18,19].

Extrusion des tubes

- irrigation et distribution de l'eau potable ;
- plomberie ;
- agriculture : les bassins, des eaux recyclées, tuyaux pour l'arrosage ;
- transport du gaz et des liquides corrosifs [18,19].

Câblerie

Le polyéthylène est utilisé pour le gainage des câbles principalement les câbles téléphoniques. L'isolation des câbles électriques de forte à basse et moyenne tension [19].

II.1.4. Polychlorure de vinyle (PVC)

Le Polychlorure de vinyle (PVC) est la deuxième matière plastique le plus utilisée dans le monde, après le polyéthylène [20]. Le PVC est un polymère de grande diffusion qui trouve de très nombreuses applications sous forme rigide (profilés, plaques, corps creux...), mais également sous forme plastifiée, en particulier dans le domaine des feuilles, films, tissus, enduits, revêtements de sols et mastics.

II.1.4.1. Structure et synthèse

Le PVC est fabriqué à partir de deux matières premières naturelles : le pétrole et le sel. Le pétrole fait office de source du carbone, le sel est utilisé comme un fournisseur du chlore dans tous les polymères, le PVC (figure II.3) est une longue chaîne composée d'éléments identiques ou monomères du chlorure de vinyle monomère ($\text{CH}_2=\text{CH}-\text{Cl}$). Une molécule du PVC contient 750 à 1500 monomères [21].

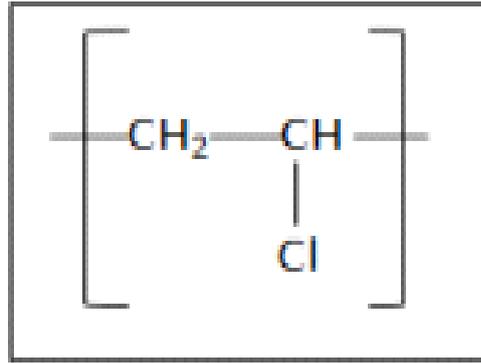
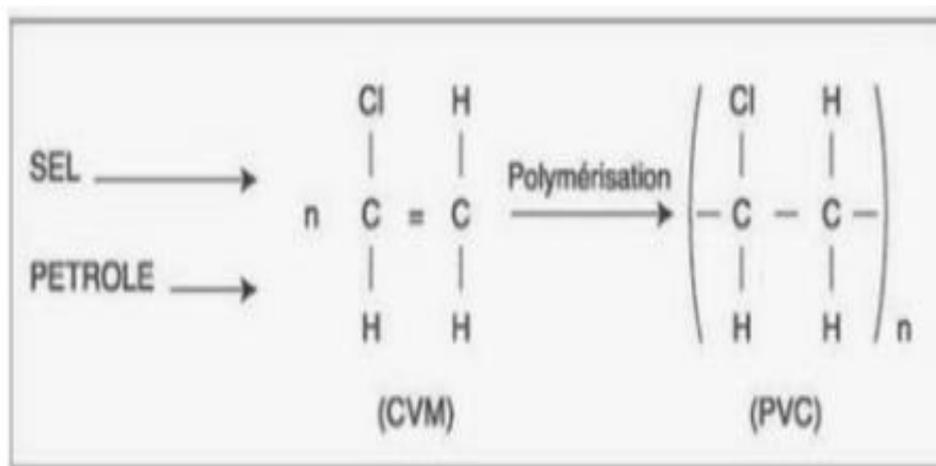


Figure II.3 : Formule chimique du PVC.

Le chlore est obtenu par électrolyse du sel (chlore de sodium : NaCl). Par suite de réactions entre le chlore et l'éthylène, on obtient le chlorure de vinyle monomère (CVM) qui, par polymérisation, donne le PVC, le schéma de la réaction est comme suit :



FigureII.4 : Polymérisation de PVC.

II.1.4.2. Propriétés du PVC

- *Propriétés mécaniques*

Le PVC présente une bonne rigidité à température ambiante, ainsi qu'une excellente résistance à l'abrasion, il présente par contre une certaine fragilité au froid, notamment une fragilité au choc à température inférieure à -10 °C [22]. Le tableau I.2 résume les propriétés mécaniques du PVC

Tableau II.2 : Propriétés du PVC rigide et du PVC souple [23].

Propriétés	Unités	PVC rigide	PVC souple
- Masse volumique	g/cm ³	1,36	1,16-1,35
- Module d'élasticité	M Pa	2700-3000	25-1600
- Contrainte à la rupture	M Pa	50-60	8-25
-Allongement à la rupture	%	10-50	170-400
-Température de transition vitreuse	°C	80	-50-80

- *Propriétés électriques*

Le PVC a de bonnes propriétés isolantes mais les pertes électriques dans le matériau sont suffisamment importantes pour permettre le soudage par haute fréquence [24].

- *Propriétés thermiques*

* Conductivité thermique : Elle est d'environ 0.2 W.m⁻¹.k⁻¹.

* Pouvoir calorifique : Il est de 17 KJ/kg environ, pour le PVC rigide et de valeur supérieure mais variable suivant la formulation pour le polychlorure de vinyle plastifié [25]. Le polychlorure de vinyle (PVC) est amorphe à une température de transition vitreuse comprise entre 75 et 80°C [26]. C'est-à-dire à température ambiante il est rigide et qu'au-dessus de 90°C, il est caoutchouteux (faible résistance, grande déformation), les PVC plastifiés brûlent plus facilement [25].

- *Propriétés physiques*

Le PVC est un polymère amorphe qui présente une très faible cristallinité (de l'ordre de 7%) dont la masse volumique est de :1,4 g/cm³pour les mélanges non plastifiés ;1,2 à 1,3 g/cm³pour les mélanges plastifiés [22].

- *Propriétés chimiques*

Le PVC rigide possède une bonne résistance aux produits chimiques : acides, bases, huiles, alcools. Le PVC souple (plastifié) est beaucoup plus sensible aux agents chimiques [22].

II.1.4.3. Domaine d'application du PVC

a) Secteur de soins de santé

Pendant déjà un demi-siècle, le PVC est utilisé dans le secteur de soins de santé. Il faut savoir que plus de 25 % des équipements médicaux en matière synthétique sont en PVC. Nous le retrouvons dans les applications très diverses comme :

Poches à sang ; cathéters ; toutes sortes de conduites et petits tubes ; gants chirurgicaux ; masques à oxygène ; emballages stériles ; et équipement médical divers [27].

Les caractéristiques suivantes seront surtout appréciées pour ces applications :

- Sécurité ;
- Stabilité chimique ;
- Compatibilité avec la peau / sang ;
- Transparence et clarté ;
- Résistance et flexibilité ;
- Faible coût.

b) Secteur d'emballage

Le PVC est aussi bien utilisé pour les emballages de produits alimentaires que pour les produits pharmaceutiques. Le grand avantage de l'utilisation du PVC comme matériau d'emballage réside dans ses propriétés uniques qui font en sorte que les légumes et la viande restent plus longtemps frais. La possibilité d'imprimer du texte sur le PVC constitue également un atout. Dans le secteur médical, le PVC est utilisé pour emballer des produits stériles et des médicaments. Les blisters en PVC, très pratiques, protègent les médicaments contre l'oxydation [27].

c) Secteur du bâtiment

Des matières plastiques, le PVC est le plus utilisé dans le secteur du bâtiment. Plus de 50 % de la production du PVC est destinée à ces applications [27]. Le PVC permet ainsi au secteur de la construction de diminuer son impact sur l'environnement, tout en garantissant des produits de meilleure qualité, plus surs et plus rentable, un aperçu des principales utilisations dans le secteur du bâtiment : Bardage ; Châssis de fenêtres ; Revêtement de sol ; portes, câblage, telecom, gainage et chemin de câble, pare vapeur, conduite et raccords, gouttières, papier peint et vérandas.

d) Secteur automobile

La durée de vie moyenne d'une voiture est actuellement de 17 ans. En 1970, elle n'était que de 11 ans. Le PVC a particulièrement contribué à cette prolongation. En Europe de l'Ouest, une voiture contient actuellement de 10 à 16 kg de PVC. L'application d'une couche de protection de bas de caisse n'en est qu'un exemple. D'autres applications courantes sont le revêtement de portes et de tableau de bord. Les revêtements intérieurs en PVC assure une absorption du bruit, et augmente ainsi le confort du conducteur et des passagers, tout en diminuant le facteur stress. Les pièces en PVC peuvent bien sûr être recyclées. La sécurité est l'exigence la plus stricte lors de la conception d'une voiture, en plus évidemment de l'aspect esthétique, et le PVC y joue un rôle essentiel. Prenons le tableau de bord avec air bag intégrés. Les exigences techniques sont très sévères à ce niveau [27].

Les caractéristiques suivantes seront appréciées dans le secteur automobile :

- Augmentation de la durée de vie ;
- Moindre consommation d'énergie ;
- Contribution à la sécurité des passagers ;
- liberté des formes ;
- Confort acoustique ;
- Diminution du prix de revient ;
- Recyclable.

II.2. Tubes à base de thermoplastiques PE et PVC

II.2.1. Historique

Le PE a commencé à être utilisé dans les systèmes de tubes, depuis le début des années 50. Initialement, le PEBD conventionnel qui a été proposé pour les tubes de petit diamètre et de faible pression destiné à la distribution de l'eau potable. Ce type de PE n'est plus utilisé actuellement, en raison de ses propriétés qui sont nettement inférieures à ce qui est exigé de nos jours [32].

Nous voyons des systèmes de tuyauterie en PE fonctionner dans un large éventail d'installations ; des conduites d'eau potable et de gaz naturel sous pression aux égouts gravitaires, de la manutention industrielle et chimique aux télécommunications et aux conduits électriques ; de la production de pétrole et de gaz aux installations marines et au forage directionnel. En effet le marché de production et de commercialisation des thermoplastiques à l'échelle mondiale est en fort croissance, par exemple, la « figure II.6 » illustre la croissance historique des expéditions de tuyaux en PEHD en Amérique du Nord.

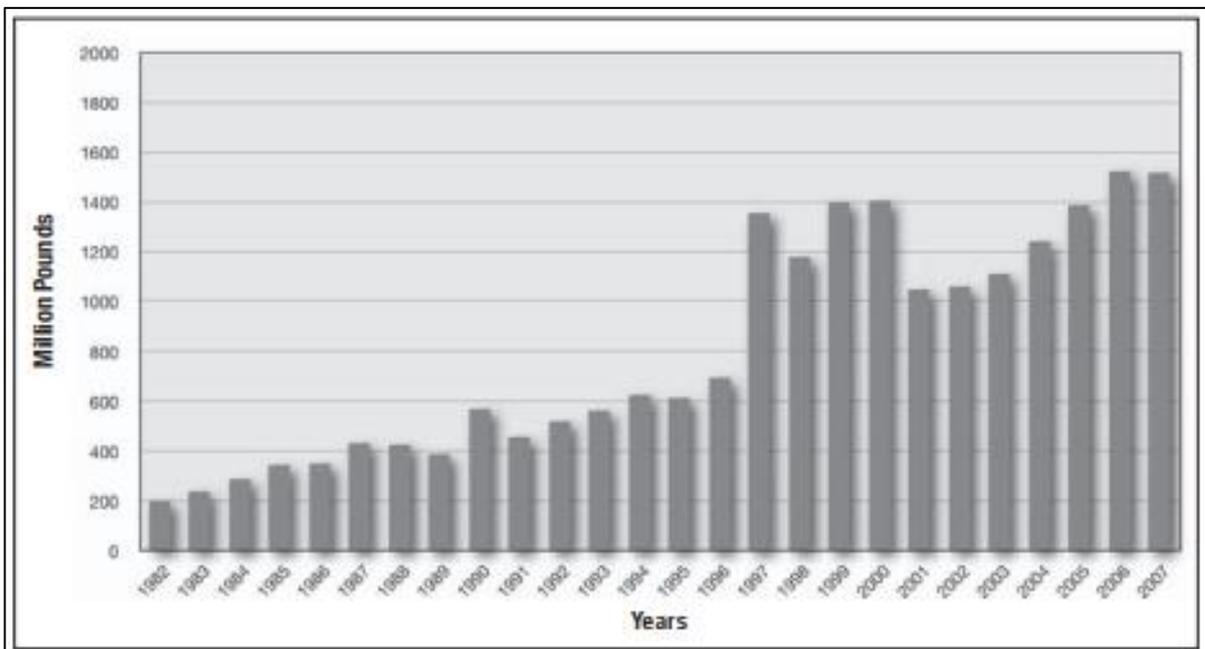


Figure II.6 : Croissance historique des expéditions de tuyaux en PEHD en Amérique du Nord [33].

II.2.2. Procédé de fabrication des tubes thermoplastiques (PEHD-PVC)

II.2.2.1. Procédé d'extrusion

L'extrusion est l'un des procédés de transformation des thermoplastiques. L'extrusion consiste à faire passer la matière première sur des canalisations par un procédé technologique continu pour obtenir le produit fini (plaques, feuilles, tubes, câbles électriques de plaques ondulées etc.). Une ligne d'extrusion présente différents éléments, pour fabriquer une bonne canalisation d'extrusion en général nous avons besoin de :

Extrudeuse : c'est un ensemble constitué par une vis sans fin tournant à vitesse contrôlée à l'intérieur d'un cylindre chauffé (voir les figures II-7 et II-8). La matière est chauffée à une température proche de la température de fusion du polymère. Cet ensemble a pour fonction :

- De transporter la matière première par une vis sans fin du point d'alimentation jusqu'à la sortie ;
- De plastifier et de fondre cette matière en cours du trajet par chauffage et malaxage entre la vis et le cylindre ;
- De la forcer, enfin, à travers un outillage (filière – poinçon).

Outils de conformation : ils permettent de calibrer la canalisation pour lui donner sa forme dans ses dimensions définitives, puis la refroidir, cette opération se fait sous vide.

Bacs de refroidissement (deux et plus) : ils permettent d'évacuer la chaleur accumulée et d'assurer une bonne cristallisation de la matière. Ce dernier point est très important afin de conférer à la canalisation thermoplastique toutes ses caractéristiques mécaniques.

Système de marquage : ce système permet d'inscrire sur la canalisation des éléments d'information (diamètre, épaisseur, etc..) et de traçabilité (N° lot, date de fabrication, etc...). Aujourd'hui il y a trois systèmes de marquages : marquage à chaud, marquage jet d'encre (le plus utilisé) ou marquage laser (plus moderne).

Tireuse : cet équipement définit la vitesse de fabrication de la ligne d'extrusion. La tireuse est asservie à l'extrudeuse afin d'assurer des caractéristiques dimensionnelles constantes pour la canalisation en cours de fabrication.

Scie : c'est un équipement permet de couper la canalisation à la longueur souhaitée.

Enrouleur de tube : Cet équipement permet de conditionner la canalisation en couronne ou sur touret. Dans le cas de fabrication en barre droite, la canalisation est directement positionnée dans des palettes.

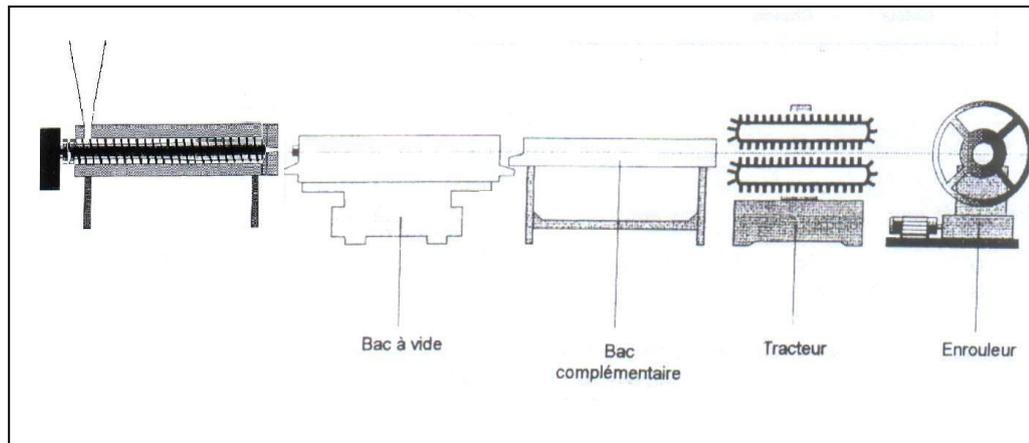


Figure II.7 : Schéma d'une ligne d'extrusion des tubes.

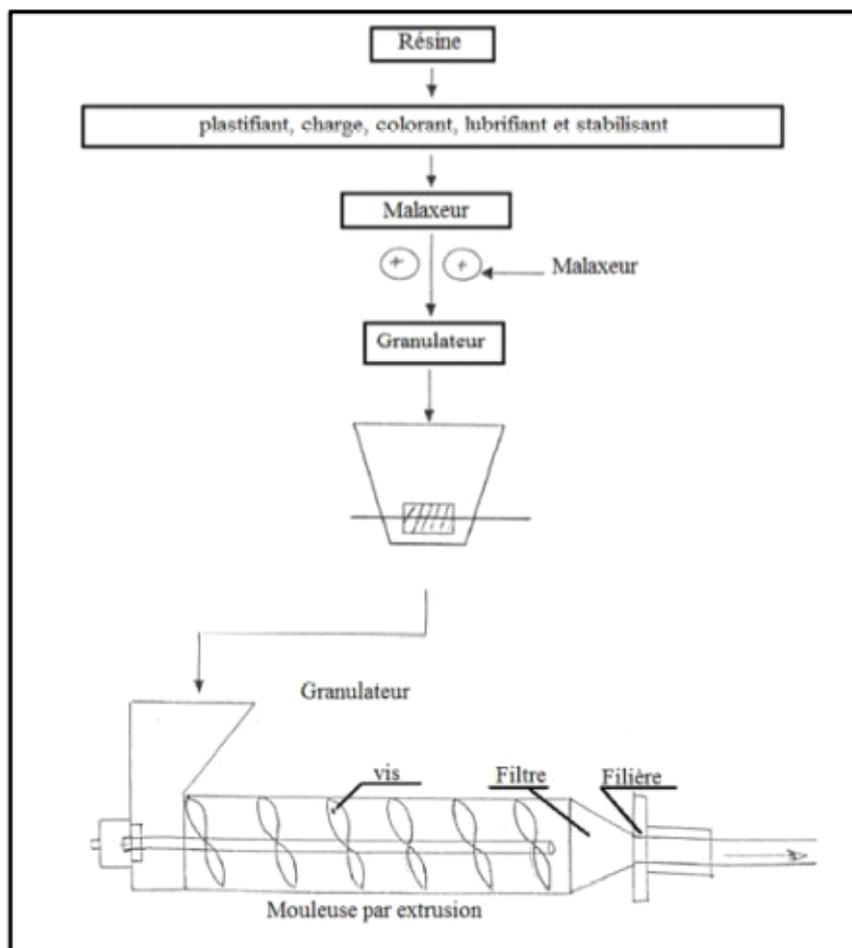


Figure II.8 : Mise en œuvre de tube en PVC [34].

II.2.2.2. Additifs ajoutés

Les additifs sont des substances ajoutées en petite quantité pour améliorer certaines propriétés. À cause de l'instabilité de PVC et PEHD, il est donc nécessaire d'ajouter des adjuvants, selon l'application à laquelle ils sont destinés. Leur composition (résine + additifs) peut varier énormément en fonction des quantités d'additifs qui sont incorporées dans les polymères : stabilisants, lubrifiants, plastifiant et pigment...(Figure II.11) [35].

a) *Plastifiants*

Un plastifiant est une molécule ou oligomère, à l'état solide ou à l'état liquide plus ou moins visqueux, ajouté aux formulations de différents types de matériaux pour les rendre plus flexibles, plus résistants, plus résilients et/ou plus faciles à manipuler [36,37]. Ce sont des molécules à faible taille par rapport à celle des polymères [22].

Le rôle du plastifiant est de diminuer les forces de liaisons entre les différentes chaînes moléculaires du polymère. Cela permet d'abaisser la température de transition vitreuse et d'obtenir un comportement souple et une meilleure résistance au choc à température ambiante [38]. Ce sont généralement des esters phtaliques, phosphoriques et glycoliques ainsi que des dérivés aromatiques chlorés [39].

Un plastifiant idéal est :

- Compatible avec la matrice polymère, pour éviter le phénomène de migration.
- Peu volatil (il présente une faible tension de vapeur pour être peu sensible à l'évaporation) pour être permanent.
- Difficilement extractible par les liquides (eau, solvants...) qui seront en contact avec le matériau plastifié.
- Performant vis-à-vis de certaines propriétés (souplesse (au détriment de la rigidité), tenue chimique (éviter l'oxydation), aux chocs, au froid, à la chaleur, résistivité électrique, etc.).
- Non toxique, alimentaire, inodore, incolore, peu coûteux, etc [40].

La quantité de plastifiant ajoutée à un polymère varie selon l'effet désiré. Une petite addition de plastifiant peut être faite pour améliorer la transformabilité du polymère à l'état fondu [41].

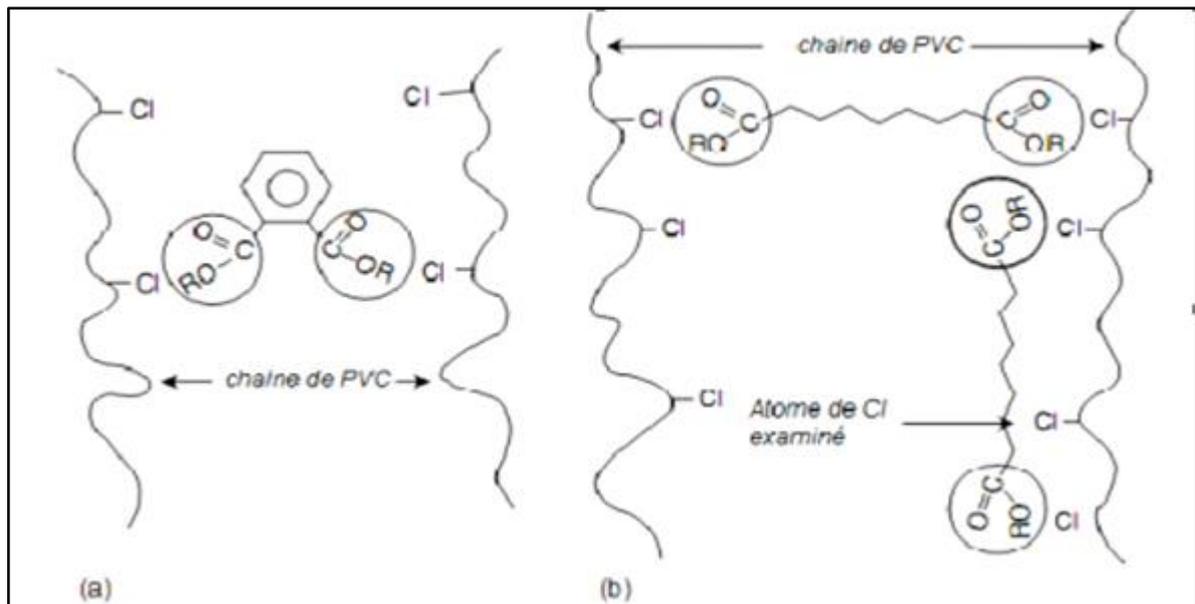


Figure II.9 : L'action (a) d'un plastifiant aromatiques polaire et (b) d'un plastifiant aliphatique polaire sur le PVC en chaîne [42].

b) Stabilisants

Les thermoplastiques sont des polymères très répandu dans les applications de Génie Civil (tuyaux de conduites de gaz ou d'eau, etc...) en raison de son faible coût, de sa facilité de mise en œuvre, de ses propriétés barrières à l'eau et au gaz naturel, ou encore de sa résistance à l'humidité et aux principaux agents chimiques. Cependant, en environnement extérieur, plusieurs facteurs tels que le lessivage par l'eau de pluie, les rayonnements ultra-violetts (UV) et les variations saisonnières de température peuvent entraîner une dégradation chimique du polymère et, à terme, sa fragilisation [43].

Les stabilisants sont destinés à prévenir les effets néfastes de la chaleur, de la lumière et de l'oxygène, sur la macromolécule. Les actions des stabilisants sont celles des fonctions chimiques (phénoliques, amines, ...) présentes dans leurs molécules, mais la structure moléculaire plus ou moins complexe qui les porte influe sur leur efficacité en jouant sur la fusibilité, la compatibilité, la diffusibilité et l'extractibilité du stabilisant [44].

Il y a deux types de stabilisants :

- Stabilisant thermique ;
- Stabilisant UV.

Les tubes de pression demandent plus de protection que les tubes sans pression de même que les tubes exposés à l'air libre et les tubes enterrés. Une mauvaise stabilisation des

tubes de pression peut conduire à la fissuration et par conséquent à la diminution de la durée de vie de ces tubes [28,45].

c) Charge

Les charges sont des substances inertes, minérale ou végétales qui sont ajoutée à un polymère de base, permet de modifier de manière sensible les propriétés mécaniques, électriques ou thermiques, d'améliorer l'aspect de surface ou bien, simplement, de réduire le prix de revient du matériau transformé [46].

Les charges les plus utilisés sont :

- Les carbonates de calcium ;
- Le Talc ;
- Les oxydes métalliques [38].

d) Antioxydants

Les antioxydants sont des additifs que les industriels rajoutent dans leurs formulations afin de freiner l'oxydation thermique susceptible de modifier la structure chimique et les propriétés d'usage du PE [47].

La plupart des polymères nécessite l'utilisation d'antioxydants afin d'inhiber les réactions d'oxydation pouvant se produire tout au long de leur cycle de vie [48].

Les anti-oxydants phénoliques associés aux phosphites $P(OR)_3$ sont généralement les protecteurs des polyéthylènes contre l'attaque par l'oxygène. Les premiers agissent sur les étapes de scission radicalaire (antioxydants primaires) et les deuxièmes sont des décomposeurs d'hydroperoxydes (antioxydants secondaires).

- *Anti-UV* : Les polyéthylènes sont sensibles à la lumière UV. Cet effet nocif peut être neutralisé par l'addition d'absorbants des rayons UV (les benzophénone), des quencher (des complexes de nickel) qui désactivent l'état excité dans le polymère, ou d'inhibiteurs radicalaires (les amines à empêchement stériques en anglais HALS, Hindered Amine Light Stabilizer) qui sont capables de réagir avec les radicaux libres, produits lors de la décomposition du polymère. Dans les applications où la coloration noire est admissible, l'addition de 2 à 3% de noir de carbone assure une meilleure protection contre les rayons UV [49].

e) Colorants et pigments

Les polymères sont, par nature, dans leur grande majorité, peu ou pas colorés [50]. La coloration est généralement faite par les pigments organiques (utilisés en une concentration < 0,5 %). L'utilisation des métaux lourds (Exemple : le cadmium) est interdite, en raison de leurs effets néfastes sur l'environnement.

Les pigments sont des substances chimiques ajoutées au polymère pour produire une couleur souhaitée. Le choix des pigments s'effectue selon le type de polymère, le type d'additifs présents dans le polymère, les conditions de transformation et le domaine d'application. Ils doivent avoir de bonnes propriétés à savoir la dispersion dans la matrice polymérique, la résistance à la migration, la stabilité à la chaleur et à la lumière et la non toxicité. Deux types de pigments sont distincts : les pigments organiques (exemple : les phtalocyanines bleus et verts, les anthraquinones jaunes et bleues) et les pigments minéraux (exemple : les dioxydes de titane blancs, les oxydes du fer jaunes et rouges, les oxydes de chrome verts).

Contrairement aux colorants, les pigments sont insolubles dans le polymère et se retrouvent sous forme de suspension de particules dans le produit fini [51].

Pour la coloration des PE, l'approche « mélange maître » est généralement utilisée. Le pigment, fourni en mélange dans le polymère solide à une grande concentration, est dilué en ajoutant du polymère afin d'obtenir la couleur désirée [12].

Colorants et pigments sont ajoutés à faibles doses en général, ces adjuvants permettent d'obtenir une gamme de coloris très étendue. Ils se classent en plusieurs catégories :

- Pigments minéraux (oxydes de titane, de fer, de chrome, de manganèse, de cobalt...)
- Composés organométalliques (phtalocyanine de cuivre...)
- Noirs de carbone ;
- Pigments métallisés.

La coloration des résines de tubes est faite en fonction de l'application finale des tubes. Par exemple, les tubes destinés à l'adduction en eau potable sont généralement de couleur bleue et les tubes utilisés pour la distribution du gaz sont de couleur jaune.

f) Agents de mise en œuvre

Ce sont des additifs ajoutés aux polymères pour faciliter leur transformation, en d'autres termes, pour faciliter l'écoulement à l'état fondu (diminution de la viscosité) et réduire

l'adhésivité. Ils permettent également d'avoir un bon état de surface des produits finis. Parmi ces additifs on peut citer : les agents anti-bloquants, les agents glissants et les lubrifiants [52].

g) Autres additifs

- **Agents antistatiques** : Parmi eux, les stéarates et les amines éthoxylés. Ils diminuent l'accumulation des charges électrostatiques sur la surface du polymère. Ils sont utilisés généralement pour les films et les conteneurs pour transporter les liquides inflammables.
- **Retardateurs de flamme** : Ils sont très utilisés dans les industries de la construction. Leur rôle est de retarder le développement de la flamme sur la surface du matériau polymérique. Parmi ces additifs, les hydrocarbures bromés ou chlorés en combinaison avec du trioxyde d'antimoine, l'hydroxyde d'aluminium et l'hydroxyde de magnésium [52].

***CHAPITRE III : Matériels et
méthodes***

III.1. Matériaux utilisés

❖ PEHD

La matière première utilisée est le PEHD de grade PE100, destinée à la fabrication de canalisations de distribution de gaz, d'eau potable et d'assainissement.

PEHD (PE100) d'eau potable de diamètre D=50 mm, PN10 SDR 17 et Lot N° : 020, qui a été fabriqué, sous les normes suivantes :

- ISO 4427-1 (Systèmes de canalisations en plastique pour l'eau alimentation et pour le drainage et l'assainissement sous pression — Polyéthylène (PE)).
- EN 12201-1 (Systèmes de tuyauterie en plastique pour l'approvisionnement en eau, et pour le drainage et assainissement sous pression - Polyéthylène (PE) – Partie 2 : Tuyaux).

La résine du PEHD peut être sous différentes couleurs noire, jaune et bleue selon leur désignation (voir figure III.1). Et également le PE100 noire qui contient noire de carbone a une meilleure protection UV.



Figure III.1 : Matière première noire et masterbatch en PE.

Les différentes caractéristiques des résines utilisées sont résumées dans le Tableau III-1.

Tableau III-1 : Caractéristiques de la matière utilisée [53].

Caractéristiques	Unités	Valeurs	*Exigences normatives
Couleur	----	-----	Noir
Masse volumique (à 23°C)	g/cm ³	0.96	≥ 0.930 g/cm ³ Mesurée sur le polymère de base
MFI, 190°C/5Kg	g/10min	0.20	0,2-1,4 g/10 min
La teneur en matières volatiles	%	0.03	≤ 350 mg/kg
Teneur en eau	%	0.01	≤ 300 mg/kg
Temps d'induction à l'oxydation (à 210°C)	Min	64.5	> 20 min (à 200°C)
Teneur en noire de carbone	%	2.3	2 -2,5 % (en poids)
Dispersion du noir de carbone	%	2.3	≤ 3

*Selon la norme NA7700, EN 12201-02.

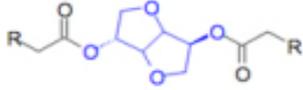
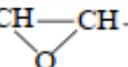
❖ PVC

Tube en PVC utilisé est de diamètre D=400 mm PN06 et Lot N° :017 qui a été produite sous les normes :

- ISO 4435 : Systèmes de canalisations en plastique pour le drainage et l'assainissement souterrains sans pression - Poly(chlorure de vinyle) non plastifié (PVC-U).
- ASTM D1785 : Standard Specification for Poly(Vinyl Chloride) (PVC) Plastic Pipe, Schedules 40, 80, and 1201.
- ASTM D2241 : Standard Specification for Poly(Vinyl Chloride) (PVC) Pressure-Rated Pipe (SDR Series)1.

Pour produire les tubes en PVC, on doit préparer une recette qui contient plusieurs additifs qui sont résumés dans le tableau III.2 suivant :

Tableau III.2: Additifs ajoutés aux PVC.

Produit	Nature	Formules chimiques	Aspect
Stabilisant thermique	Stéarate de Calcium-Zinc	$C_{17}H_{35}COOCa/$ $C_{17}H_{35}COOZn$	Poudre blanche
Lubrifiant	Acide Stéarique	$CH_3-(CH_2)_{16}-COOH$	Ecailles blanches
Plastifiant	Phthalate de di (2-éthylehexyl)	$C_6H_4[COO(CH_2)_7CH_3]_2$	Liquide huileux limpide
Bio Plastifiant	Diester isosorbide		Liquide huileux limpide
Huile de tournesol Commerciale	Huile de tournesol Commerciale (100% tournesol)	$R_1-OCO-CH_2$ $R_2-OCO-CH$ $R_3-OCO-CH_2$	Liquide huileux jaune
Co plastifiant	Huile de tournesol Epoxydée	$R_1-CH-CH-R_2$  $R_1: CH_3(CH_2)_m$ $R_2: (CH_2)_n CO_2CH_3$	Liquide visqueux jaune claire
Agent d'époxydation	Eau oxygénée	H_2O_2	Liquide
Solvants	Acide formique	$HCOOH$	Liquide
	Acide acétique	CH_3COOH	Liquide

III.2. Procédés de mise en œuvre des thermoplastiques (PE, PVC) (extrusion)

Les tubes de PE et PVC ont été préparé à l'état fondu par le procédé d'extrusion dont le principe était bien expliqué dans la partie théorique en section (II.2.3.1). Les extrudeuses seules ne suffisent pas à fabriquer un objet, d'autres éléments intervenant le long de la chaîne de production peuvent jouer un rôle important. En plus des extrudeuses et des têtes, la ligne de production pour l'extrusion comprend également des profilés tels que des dispositifs de tirages, des réservoirs de refroidissement (dans le cas des tubes, ils sont précédés d'une ou plusieurs bacs de calibrage), un système de marquage, un système de coupe et de réception (Fig. III.2 ; III.3).

La fabrication des tubes en PEHD et en PVC avaient presque le même principe sauf dans le cas de la fabrication de tubes à base de (PEHD), on utilise une co-extrudeuse mono-vis (placée perpendiculairement à la filière) pour repérer les tubes avec des lignes colorées comme le bleu, le jaune, etc. Par contre pour la préparation des tubes de PVC on utilise une co-extrudeuse bis-vis (voir figures III.2 et III.3).

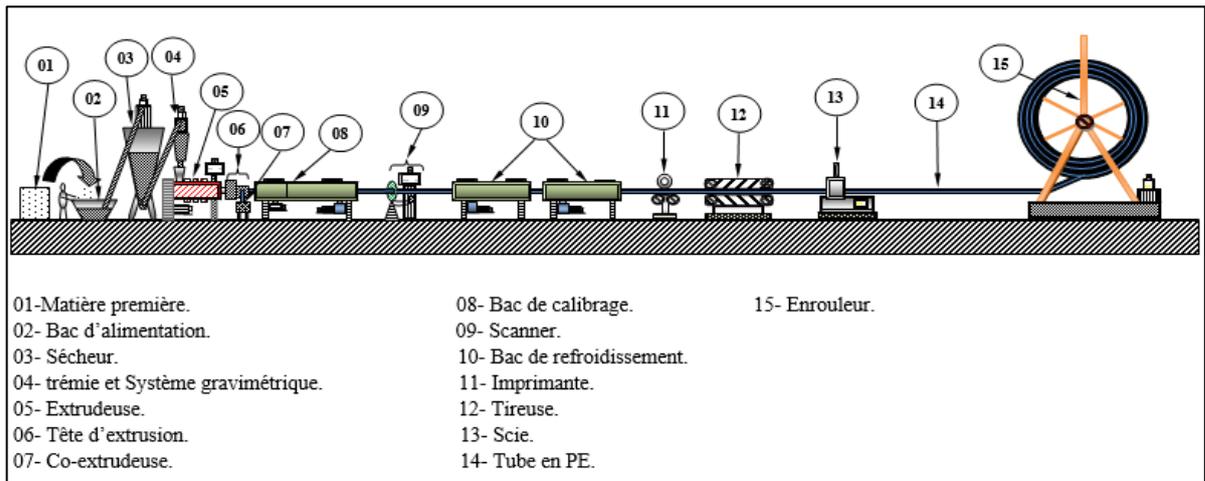


Figure III.2 : Schéma de la ligne de fabrication des tubes en PEHD.

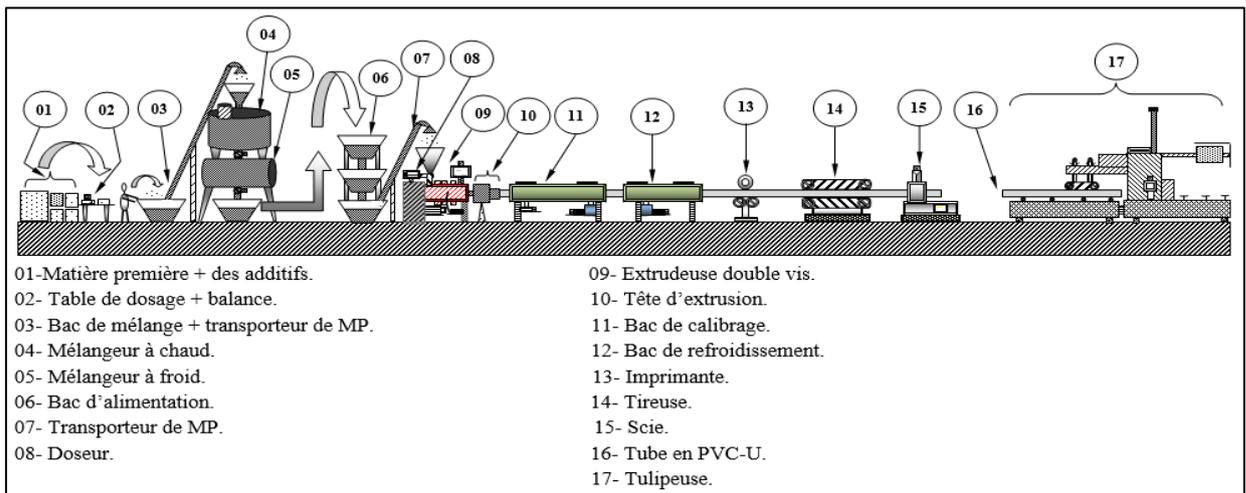


Figure III.3 : Schéma de la ligne de fabrication des tubes en PVC.

Après séchage, la matière plastique en PE sous forme granulé et PVC sous forme de poudre est introduite à travers la trémie d'alimentation, où elle est chauffée dans le canon de chauffage qui contient des résistances chauffante afin d'assurer un profile de température qui varie de 180°C à 220°C pour le PE et 160 à 185 °C pour le PVC. La mono-vis (cas PE) et bis-vis (cas PVC) tourne pour bien mélanger, en même temps permet de pousser continuellement la matière plastique ramollie à travers des orifices de la filière vers le moule, formant ainsi la forme du tube. À la sortie, le tube prend sa forme grâce à la tête qui a été installée à la sortie de l'extrudeuse. Pour avoir des bonnes dimensions des tubes, on doit les passer à travers un calibre qui est installé à l'entrée du bac (sous-vide) pour avoir un bon refroidissement des tubes et définir les dimensions extérieures. Puis il passe à travers plusieurs réservoirs de refroidissement. A la sortie de ces derniers une opération d'impression et de découpage à l'aide d'une scie sont effectués. En final les tubes sont enroulés en bobines.

III.3. Techniques expérimentales

Pour obtenir un bon tube sous les normes, on fait une caractérisation des propriétés de la matière première ainsi que le produit fini (le tube) par des essais mécaniques et physiques. Ces tests sont effectués au niveau du laboratoire de contrôle à EULYPLAST et PROGAS.

III.3.1. Test de fluidité (MFI)

L'indice de fluidité à chaud et en masse MFI (Melt Flow Index). se fait sur la matière première ainsi que le produit fini de PEHD. Ce test permet de déterminer les caractéristiques rhéologiques de la matière. Réellement c'est la quantité de la matière qui s'écoule à travers une filière de diamètre donnée dans 10 min.

III.3.1.1. Principe :

Le débit massique à l'état fondu (MFR) et le débit volumique à l'état fondu (MVR) ont été déterminés en extrudant le matériau d'un cylindre de plastomère à travers une filière de longueur et de diamètre spécifiés dans des conditions de température et des charges prédéfinies (voir tableau III.3).

Pour la mesure du MFR, des segments chronométrés de l'extrudât sont pesés et utilisés pour calculer la vitesse d'extrusion, en grammes par 10 min (g/10min).

Tableau III.3 : Conditions d'essai (température et masse) de certains matériaux [54].

Matériaux	Température d'essai (C ⁰)	Masse de l'essai (Kg)
PE	190	2.16
		5
		21.6
PP, PP-R	230	2.16
		5
PS	200	5

III.3.1.2. Mode opératoire

L'indice de fluidité de nos différents échantillons a été déterminé à l'aide un appareil appelé le fluidimètre avec une filière de dimension (L=8.00 mm D=2.095 mm) de marque « GOTECH » suivant le mode opératoire prescrit par la norme ISO 1133. Les différents composants d'un fluidimètre sont montrés dans la Figure III.4.

- Afficher la température d'essai 190°C ;
- Afficher le temps de découpe sur l'afficheur « SV TIME » et choisi Le temps entre les coupes d'extrudâtes il vaut mieux choisir 4 min pour le PE100 ;
- Lorsque la température affichée atteindra le degré voulu (190°C), à ce moment nettoyer le cylindre, le piston et la filière avec un chiffon en coton ;
- Introduire 4 à 5 g de matière (on peut utiliser la matière directement mais pour un autre échantillon il faut les couper en petits morceaux). En exerçant une pression manuelle sur le piston pour assurer un remplissage aussi exempt d'air que possible ;
- Lancer le temps de préchauffage (mieux 05 min=300 s) ;
- Mettre le poids de 5 kg sur le piston (selon la méthode d'essai) ;
- A l'aide des deux mains, amener le piston jusqu'à ce que son trait de repaire inférieur soit situé au-dessus du bord supérieur du cylindre de 5 à 10 mm ;
- Lorsque le repaire inferieur du piston atteint le bord supérieur du cylindre, lancer la découpe de la matière initialement extrudée l'appareil fait une découpe après chaque signal acoustique. Lorsque le nombre d'extrudât sera 4 ou 5, arrêter la découpe ;
- Après refroidissement, peser individuellement les extrudât.
- Introduire la valeur dans le fluidimètre ou calculer MFI manuellement par la loi suivante :

$$\text{MFI (g/10min)} = \frac{10 \times m}{t} \dots\dots\dots(\text{III-1})$$

m : Masse moyenne des extrudâtes, exprimée en (g).

t : L'intervalle de temps entre deux coupes, en (min).

MFI: Indice de fluidité (Melt Flow Index)

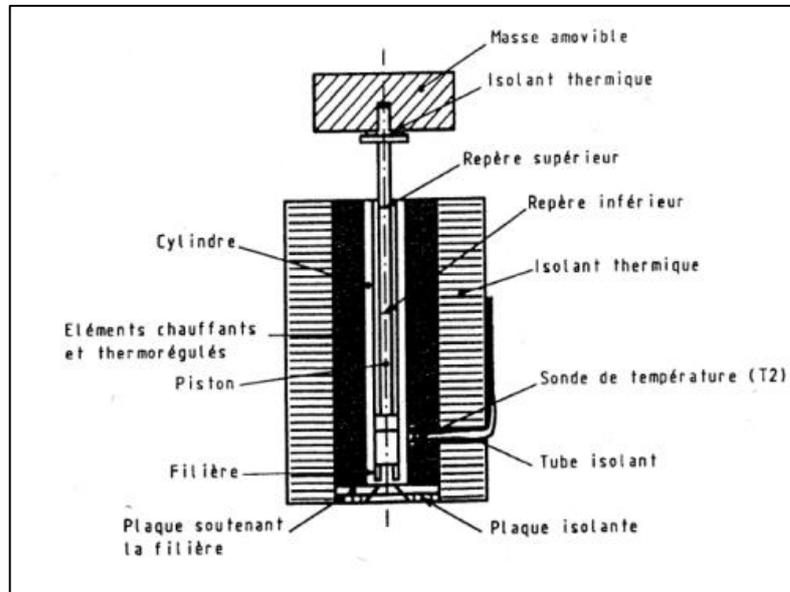


Figure III.4 : Schéma présentant les différents composants d'un fluidimètre [55].

III.3.2. Densité

La densité d'un liquide c'est la différence entre la masse de l'échantillon dans l'air et dans le liquide.

On a suivi la méthode d' ISO 1183 pour déterminer la masse volumique de notre échantillon. On a appliqué ce test sur un échantillon de tube en PEHD et de PVC et aussi pour la matière première sous forme granulé ou poudre. Ce test est mesuré par une balance analytique compact à haut de gamme.

III.3.2.1. Principe

La mesure a été effectuée à une température ambiante à l'aide une balance analytique de marque « **METTLER TOLEDO** ». L'eau distillée a été utilisée comme le liquide d'immersion.

III.3.2.2. Mode opératoire

Les extrudâts obtenus de l'essai du MFI sont récupérés et utilisés pour la mesure de la masse volumique. Ces extrudâts doivent être conditionnés au moins une heure à la température du laboratoire. La mesure de la densité se fait suivant les étapes suivantes :

- Marcher la balance ;
- Remettre la balance à zéro ;
- Poser l'échantillon dans le porte-échantillon (partie supérieure du panier) pour peser l'échantillon dans l'air ;
- Après la stabilité de la valeur affichée sur l'écran marquer cette valeur m_{air} ;
- Vérifier si la température du liquide d'immersion à l'aide du thermomètre ;
- Retirer l'échantillon ensuite le mettre dans le panier immergé dans le liquide (Si la masse volumique du liquide d'immersion est inférieure à celle de l'échantillon, on utilise le panier. Si la masse volumique du liquide d'immersion est supérieure à celle de l'échantillon ;
- Marquer le valeur affiché (m_{eau}) ;
- Calculer la masse volumique d'après l'équation suivante :

$$\rho_e = \frac{m_{\text{air}} \times \rho_{\text{liq}}}{m_{\text{air}} - m_{\text{liq}}} \dots\dots\dots\text{(III-2)}$$

m_{air} : masse de l'échantillon en grammes dans l'air (g).

m_{liq} : masse de l'échantillon en grammes dans le liquide (g).

ρ_{liq} : masse volumique en g/cm³ du liquide d'immersion (g).

III.3.3. Détermination du temps d'induction à l'oxydation « TIO »

Ce test a été fait sur un échantillon de matière première ainsi que le produit fini du PEHD. Le but de TIO est de pouvoir déterminer l'efficacité de la quantité d'antioxydant présente dans le matériau, et l'empêchement de la dégradation thermo-oxydante sur le matériau. Ce test est réalisé par un calorimètre différentiel à balayage « DSC » de la marque « **METTLER TOLEDO** »

DSC « Differential Scanning Calorimetry » en anglais, il est donc utilisé pour déterminer le taux de cristallinité polymères, leurs températures de fusion et de transition vitreuse, enthalpie temps de réaction et d'induction oxydative.

III.3.3.1. Principe

La détermination du TIO de nos échantillons a été effectuée selon la méthode isotherme écrite par la norme NA7705. La valeur du TIO correspond au temps nécessaire pour amorcer l'oxydation du polyéthylène sous oxygène pur.

III.3.3.2. Mode opératoire

Quinze milligrammes d'échantillon de matière, portés par un creuset ouvert en aluminium, est chauffé à la température 210°C à la vitesse de 20 °C/min sous un courant de nitrogène de 50 ml/min. Après la stabilisation de la température, l'échantillon est exposé à un flux d'oxygène de même débit.

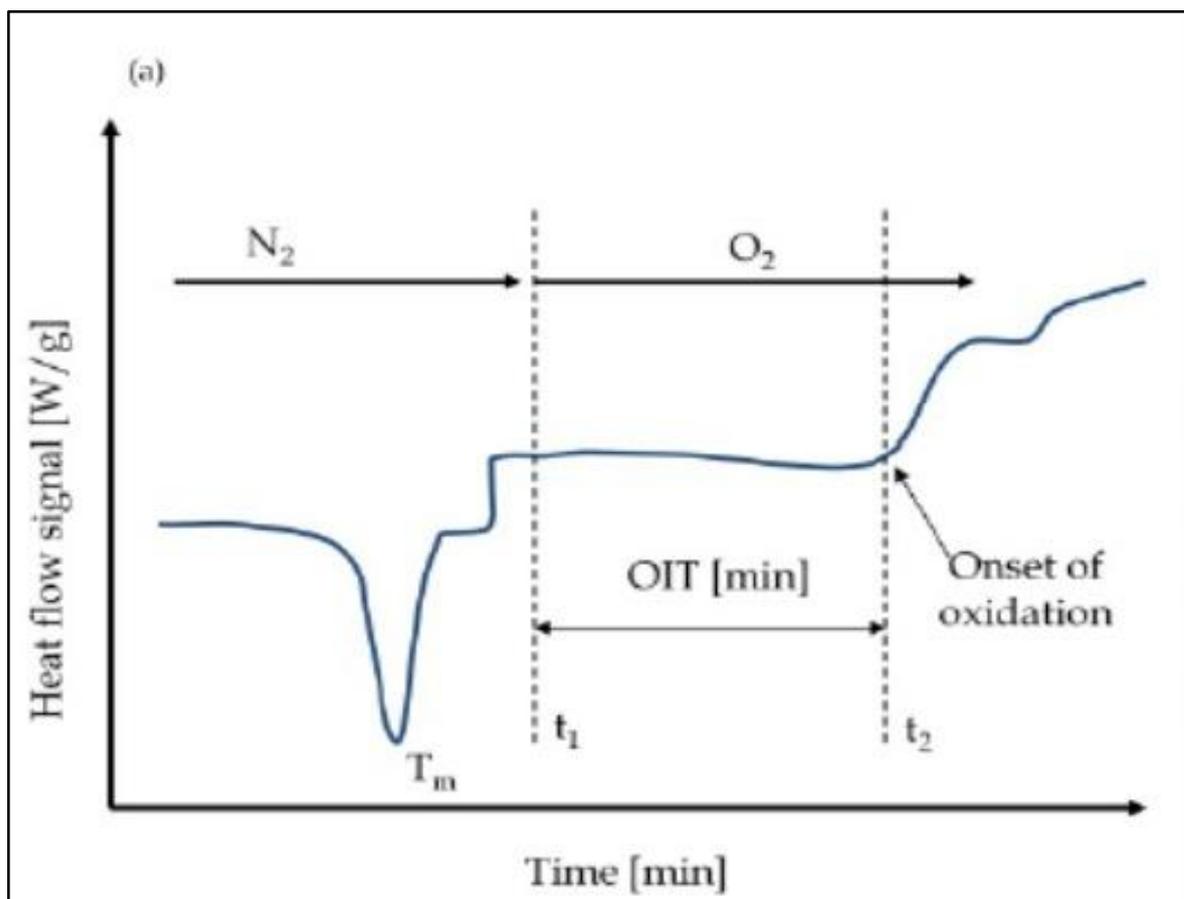


Figure III.5 : Courbe TIO.

III.3.4. Test de traction

Le moyen traditionnel de déterminer la résistance mécanique des plastiques est l'essai de traction, par lequel on peut déterminer la contrainte et la déformation du matériau (l'allongement).

III.3.4.1. Principe

Le test consiste à placer un échantillon standardisé du matériau entre les deux mâchoires d'une machine de traction et à appliquer une contrainte jusqu'à ce que l'échantillon se rompe. Ce test est fait sur des échantillons du tube de PEHD et PVC par une machine de traction sous les normes NA7711 ; ISO 6259-1/3 (pour PEHD). ISO 6259 -1-2 ; NA 7710 (pour PVC).

III.3.4.2. Mode opératoire

- Pour le prélèvement d'échantillon, il faut découper sur chaque échantillon prélevé en un certain nombre de secteurs ou bandes, en fonction du diamètre du tube (voir Tableau III.4). Ces bandes doivent être régulièrement réparties le long de la circonférence du tube comme la montre la figure III.6 suivante :
- 1 : Section
- 2 : Bande
- 3 : éprouvette

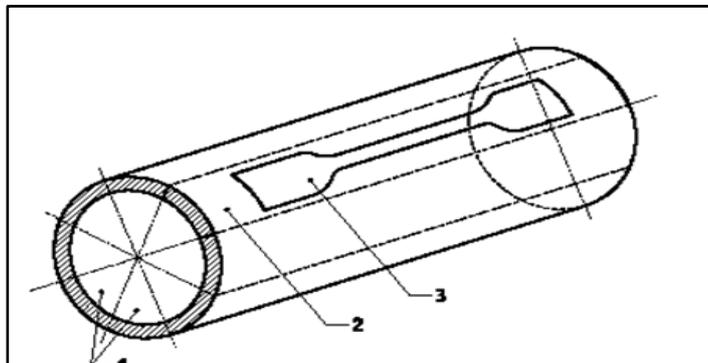


Figure III.6 : Prélèvement des éprouvettes sur tube.

Tableau III.4 : Dimensions des éprouvettes prélevés.

Diamètre extérieur nominal dn , mm	$15 \leq dn < 75$	$75 \leq dn < 450$	$dn \geq 450$
Nombre d'éprouvette	3	5	8

- Les éprouvettes doivent être conditionnées à la température 23°C (23 ± 2 °C) pendant un temps minimal de 6 heures.
- Allumer la machine de traction. Et mettre le PC de la machine en marche.
- Lancer le logiciel « TENSILE »
- Mesurer la largeur et l'épaisseur minimale de la partie entre repères de l'éprouvette.
- Faire entrer dans le logiciel toutes les données nécessaires à savoir les dimensions de l'éprouvette, le type de test, la distance entre repères et la vitesse d'essai (La vitesse d'essai est choisie en fonction de l'épaisseur et du type de l'éprouvette).
- Monter l'éprouvette sur la machine d'essai de traction de telle manière que l'axe de l'éprouvette coïncide sensiblement avec la direction de la force de traction. Serrer les mors uniformément et fortement pour éviter tout glissement de l'éprouvette.
- Placer l'extensomètre sur les deux repères de l'éprouvette.
- Lancer le test.
- A partir des courbes contrainte/allongement enregistrés, le logiciel calcule la contrainte au seuil d'écoulement et l'allongement à la rupture.

La contrainte et l'allongement sont calculés manuellement selon les équations suivantes :

$$\sigma = \frac{F}{A} \dots\dots\dots(\text{III-3})$$

Où : σ : est la contrainte en traction, exprimée en méga pascals

F : est la force, exprimée en newtons;

A : est l'aire de la section transversale initiale de l'éprouvette, exprimée en mm².

$$\varepsilon = \frac{l-l_0}{l_0} \times 100 \dots\dots\dots(\text{III-4})$$

Où : ε : est l'allongement, exprimé en pourcentage ;

l : est la longueur entre repères, exprimée en millimètres ;

l₀ : est la longueur initiale entre repères, exprimée en millimètres.

III.3.5. Retrait à chaud

La mesure du retrait longitudinal à chaud a été effectuée par l'étuve selon la Méthode B de la norme NA7724 (EN 743). Ce test est fait sur un échantillon de PEHD ainsi que le PVC.

III.3.5.1. Principe

Deux repaires circonférentiels sont tracés de manière que la distance entre eux soit 100 mm et que l'un des deux soit distant de 10 mm de l'une des extrémités de l'échantillon sur chaque échantillon de tube, de 200 mm de longueur. Après leur conditionnement à la température 23 °C (pendant 2 heures). Les échantillons sont ensuite introduits dans une étuve chauffée à la température 110 °C pendant 1 heure puis il refroidir ces échantillons.

III.3.5.2. Mode opératoire

- Tracer deux repères circonférentiels à l'aide du pied à coulisse sur chaque échantillon comme expliqué dans le figure III.7.
- Mettre l'étuve en marche à l'aide du commutateur de l'appareil.
- Régler l'étuve à la température d'essai (110°C).
- Après un temps minimal de 2 heures de conditionnement des échantillons à la température 23 °C, placer les échantillons horizontalement sur un plateau rempli du talc. Ce dernier est utilisé pour éviter le contact direct de ces échantillons avec le support métallique.
- Introduire les échantillons dans l'étuve. Lorsque la température est maintenue constante, déclencher le chronomètre.
- Après une heure de temps, faire sortir les échantillons de l'étuve et laisser les refroidir à la température 23 °C.
- Mesurer la distance entre les deux repaires, initialement tracés, le long de la circonférence de chaque échantillon. Relever la distance la plus petite et calculer le retrait en pourcentage de chaque échantillon suivant la formule suivante :

$$R (\%) = \frac{\Delta L}{L_0} \times 100 \dots \dots \dots (\text{IV-5})$$

Où : $\Delta L = L_0 - L$

L₀ : Distance initiale entre repaires, en millimètres.

L : Distance entre repaires, après le chauffage, en millimètres.

R : Retrait longitudinal à chaud en pourcentage (%).

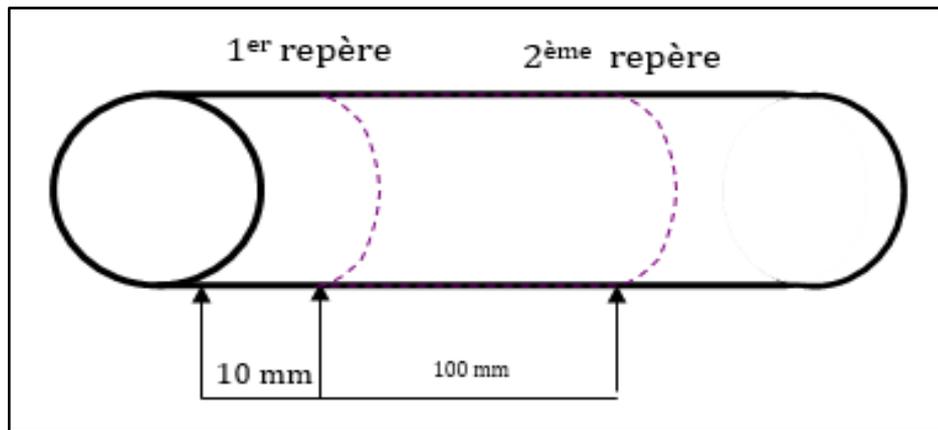


Figure III.7 : Préparation d'un échantillon pour l'essai de retrait à chaud.

III.3.6. Résistance à la pression hydrostatique

L'essai a été réalisé suivant la méthode décrite par la norme EN921 pour déterminer la résistance à une pression interne constante d'eau et à une température constante. Ce test a été réalisé par un bac hydrostatique sur le tube en PEHD et en PVC.

III.3.6.1. Principe

L'échantillon de tube est placé entre deux embouts qui sont ensuite fixés à ses extrémités comme le montre la figure III.8. La longueur des échantillons est choisie de manière que la longueur entre les embouts « L » soit égale à au moins trois fois le diamètre extérieur du tube.

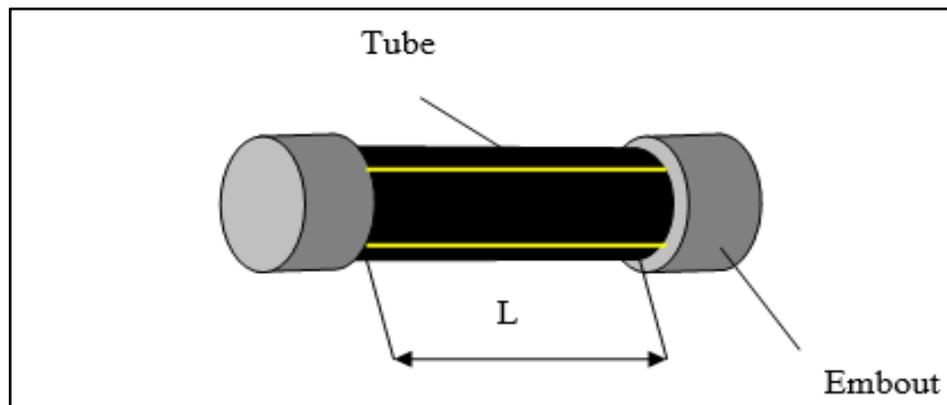


Figure III.8: Schéma d'un échantillon de tube placé entre embouts.

La longueur « L » entre les embouts soit égale au moins 03 fois le diamètre extérieur du tube. Après avoir être remplis d'eau, l'échantillons est suspendu verticalement dans un bain d'eau à la température connue (chaque température pour chaque test) comme indiqué dans le tableau III.5.

Tableau III.5 : Les conditions de l'essai résistance à la pression hydrostatique.

Tube	Norme	Température (°C)	Temps (heur)	Contrainte (MPa)
PEHD (eau potable)	ISO 1167-1/2	80	165	5.4
PVC (non-pression)	EN 921	60	1000	10

III.3.6.2. Mode opératoire

- Mettre en marche les résistances chauffantes du bain ;
- Faire entrer la température d'essai (80°C par exemple) ;
- Allumer le générateur et ouvrir les vannes d'eau et d'air ;
- Lorsque la température du bain atteint les 80°C, les échantillons menus avec les embouts (figure III.11) doivent être remplis d'eaux ensuite suspendus dans le bain ;
- Le générateur de pression est menu de 05 postes aux quels les échantillons doivent être raccordés à l'aide des tuyaux flexibles. Ces dix postes s'apparaissent sur un écran tactile;
- Remplir les informations nécessaires dans l'écran tactile ;
- Ouvrir la vanne du tuyau flexible qui est branché directement à l'embout supérieur de l'échantillon et lancer par le test ;
- Vérifier quotidiennement s'il y a une chute de pression causée par l'éclatement (rupture) de l'échantillon ;
- Après l'épuisement des 165 heures, arrêter le test, fermer la vanne d'eau et retirer l'échantillon.

Si une rupture apparaît avant les 165 heures, un contre essai doit être effectué.

Tableau III.6 : Dimensions de l'échantillon du PVC.

Dimensions de l'échantillon	
Longueur totale	1300 mm
Epaisseur minimale	9.9 mm
Diamètre externe moyen	400.50 mm

Tableau III.7 : Dimensions de l'échantillon PEHD.

Dimensions de l'échantillon	
Longueur totale	500 mm
Epaisseur minimale	3.01 mm
Diamètre externe moyen	50.30 mm

III.3.7. Teneur en noir de carbone

Par ce test on détermine la teneur en noir de carbone existant dans la matière. Ce test a été fait au niveau de laboratoire de « PROGAZ-PIPE » selon la norme ISO 6964.

III.3.7.1. Principe

Pyrolyse a $550\pm 50^{\circ}\text{C}$ dans un courant d'azote, durant 45min d'une quantité spécifiée, en suite Suivi d'une calcination à 900°C et Calculer la teneur en noir de carbone à partir de la différence de masse.

III.3.7.2. Mode opératoire

- Préparer l'équipement à la température de 550°C ;
- Peser environ un gramme de matière à 0.0001g près dans la température normalisée du laboratoire (23 ± 2), et noter la masse (m_0) ;
- Placer la nacelle à l'entrée du tube de combustion de l'équipement, pendant 5min, et faire circuler l'azote à $200\text{cm}^3/\text{min}$;
- Déplacer la nacelle au centre pendant 45min, avec un débit de $100\text{cm}^3/\text{min}$, pour pyrolyse ;
- Mettre la nacelle à nouveau à l'extrémité du tunnel de l'équipement pendant 10 min, avec même débit d'azote ($100\text{cm}^3/\text{min}$) ;
- Enlever la nacelle, et achever le refroidissement au dessiccateur, jusqu'à la température ambiante ;
- Fermer l'azote, peser la nacelle, et noter la masse (m_1) ;
- Nettoyer le tube de combustion ;
- Mettre la température à 900°C ;
- Mettre la nacelle à nouveau à l'extrémité du tube de combustion, pendant 15min
- Mettre la nacelle au dessiccateur, jusqu'au refroidissement ;
- Peser la nacelle, et noter la masse (m_2) ;
- Calculer le pourcentage du noir de carbone avec la formule suivante :

$$\%NC = (m_1 - m_2) / m_0 \dots \dots \dots (\text{IV-6})$$

M_0 : masse de l'éprouvette

m_1 : masse de la nacelle après , m_2 : masse de la nacelle après

*Chapitre IV : Résultats et
discussions*

IV.1. Caractérisation des tubes de PEHD et de PVC

IV.1.1. Test de fluidité (MFI)

Tableau IV.1 : Valeurs de l'essai d'indice de fluidité de PEHD.

Test MFI			
Nombre des échantillons	01	02	03
Masse moyenne des extrudés (g)	0.081	0.082	0.082
Indice de fluidité à chaud (g/10 min)	0.20	0.20	0.20
Indice de fluidité du MP (g/10 min)	0.20		
Indice de fluidité à chaud moyenne (g/10 min)	0.20		

Les résultats de l'indice de fluidité réalisé sur trois échantillons de tubes de PEHD sont résumés en tableau IV.1. D'après les résultats, on observe que les valeurs obtenues sont comprises entre l'intervalle [0.20 – 1.4] exigé par les normes ISO3311 et NA357. On conclut que le produit fini (tube) est de bonne qualité et conforme aux normes.

IV.1.2. Densité

Les valeurs expérimentales de test de densité des tubes de PEHD et de PVC sont regroupées dans les tableaux IV.2 et IV.3 respectivement. D'après les résultats obtenus, on observe que la densité du PEHD est égale à 0.9511 g/cm^3 , valeur conforme à la norme exigée une densité qui doit être ($\geq 0.930 \text{ g/cm}^3$). Également les tubes du PVC présentent une densité de l'ordre de 1.455 g/cm^3 , résultat conforme aux normes qui préconise une valeur ($\leq 1460 \text{ Kg/m}^3$). On conclut que la qualité des tubes est conforme aux exigences industrielles.

Tableau IV.2 : Valeurs de l'essai de la masse volumique des tubes en PEHD.

Méthode A	Par immersion		
Température du liquide d'immersion (°C)	21 °C		
Masse volumique du liquide d'immersion (g/cm^3) 23 °C \pm 2 °C	0.99796		
Masse de l'échantillon dans l'air (g)	0.0816 g	0.0822 g	0.0821 g
Masse de l'échantillon dans le liquide d'immersion (g)	-0.0039 g	-0.0041 g	-0.0040 g
Masse volumique de l'échantillon (g/cm^3)	0.9524 g/cm^3	0.9505 g/cm^3	0.9515 g/cm^3
Moyenne	0.9511 g/cm^3		

Tableau IV.3 : Valeurs de l'essai de la masse volumique de PVC.

Méthode A	Par immersion		
Température du liquide d'immersion (°C) 23 °C ± 2 °C	21 °C		
Masse volumique du liquide d'immersion (g/cm ³)	0.99679		
Masse de l'échantillon dans l'air (g)	0.5131 g	/	/
Masse de l'échantillon dans le liquide d'immersion (g)	0.1514 g	/	/
Masse volumique de l'échantillon (g/cm ³)	1.455 g/cm ³	/	/
Moyenne	1.455 g/cm ³		

IV.1.3. Temps d'induction à l'oxydation « TIO »

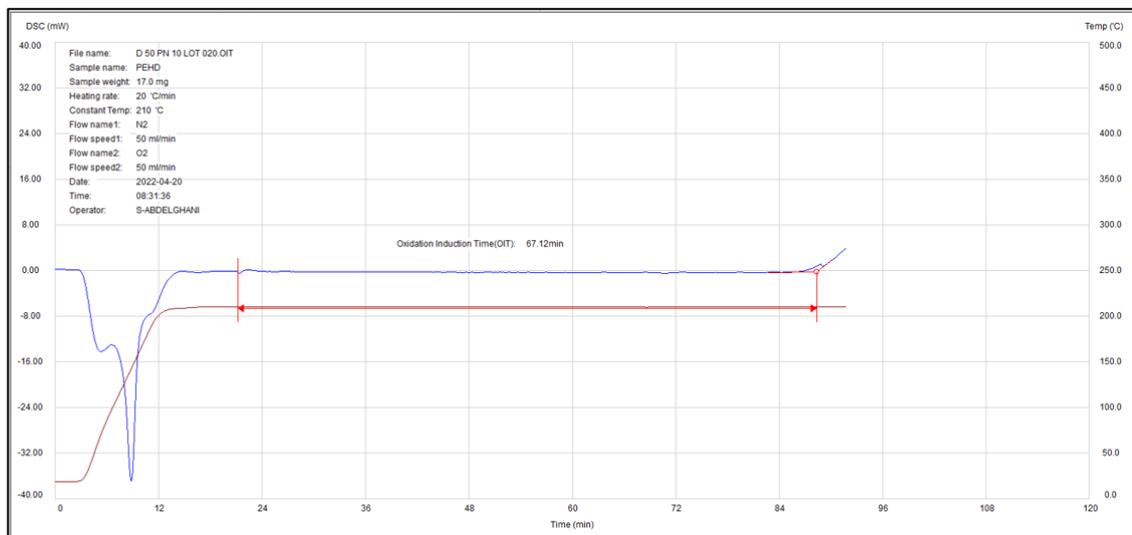


Figure IV.1 : Courbe de DSC pour détermination de TIO de tube PEHD

Tableau IV.4 : Valeurs de l'essai de détermination de TIO (pour PEHD).

Température de l'essai (°C)	210		
Nombre des échantillons	01	02	03
Masse de l'éprouvette (mg)	17.0	16.4	16.2
Temps d'induction à l'oxydation (min)	67.49	67.08	67.12
Moyenne	67.23 min		

La figure IV.1 montre les thermogramme DSC du PEHD. L'exploitation de ce thermogramme nous a permis de déterminer le temp d'induction à la l'oxydation (TIO). Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau IV.4. On constate que le TIO de PEHD est égale à 67.23min. Ce résultat répond à la limite des normes ISO3311 et NA357 (OIT à 210°C ≥ 20 min).

IV.1.4. Test de traction

La figure IV.2 illustre la courbe contrainte-déformation du tube en PEHD et les caractéristiques mécaniques obtenus par test de traction des tubes en PEHD et en PVC sont résumés dans les tableaux IV.5 et IV.6. D'après la figure on observe que l'allure de la courbe contrainte-déformation du PEHD est conforme à celle des thermoplastiques. Les résultats de contrainte et l'allongement du tube en PEHD et en PVC sont conforme aux normes indiquées pour les thermoplastiques.

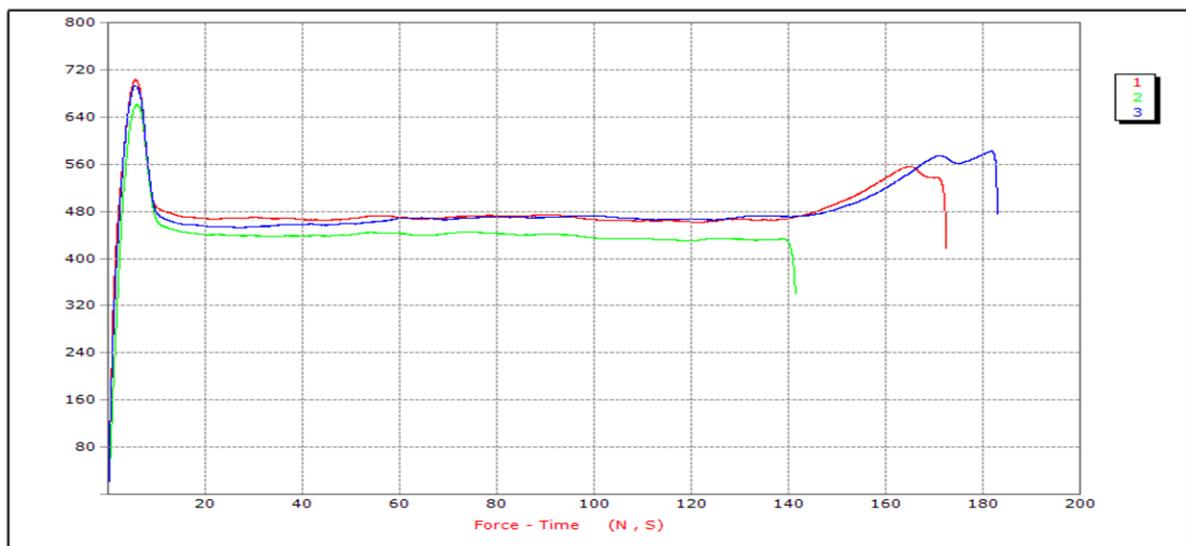


Figure IV.2 : Courbe contrainte-déformation de PEHD

Tableau IV.5 : Valeurs de l'essai de traction du PEHD.

Vitesse d'essai (mm/min)	100 mm/min		
Nombre d'éprouvettes	01	02	03
Contrainte maximale (MPa)	27.31	27.17	28.77
Allongement à la rupture (%)	998.93	863.73	822.80

Le résultat est sous les normes donc l'échantillon est conforme

Tableau IV.6 : Valeurs de l'essai de traction du tube en PVC.

Vitesse d'essai (mm/min)	50 mm/min				
Nombre d'éprouvettes	01	02	03	04	05
Contrainte maximale (MPa)	47.83	46.85	47.72	45.50	45.03
Allongement à la rupture (%)	92.50	123.67	112.33	135.33	114.33

IV.1.5. Retrait à chaud

Le pourcentage de retrait à chaud du tube en PEHD est de 0.86 %, valeur inférieure à 3% et celui du tube en PVC est de $0.99 \leq 5$ %. Les pourcentages sont conformes.

Tableau IV.7 : Valeurs de l'essai de détermination du retrait à chaud pour PEHD

Température d'essai (°C)	110°C		
Variation de longueur VL (mm) (+ ou -)	+0.86	+0.74	+0.62
Le retrait longitudinal à chaud R_L (%)	0.86	0.74	0.62
Le retrait longitudinal à chaud moyenne $R_{L,m}$ (%)	0.86 < 3 %		

Tableau IV.8 : Les valeurs de l'essai de détermination de Retrait à chaud pour PVC

Température d'essai (°C)	135°C		
Variation de longueur VL (mm) (+ ou -)	-0.99	-0.90	-0.78
Le retrait longitudinal à chaud R_L (%)	0.99	0.90	0.78
Le retrait longitudinal à chaud moyenne $R_{L,m}$ (%)	$0.99 \leq 5$ %		

IV.1.6. Résistance à la pression hydrostatique

Les résultats du test sont résumés dans les tableaux ci-dessous et illustrés en figure IV.3. Les résultats montrent qu'il n'y a pas de rupture durant les essais, on conclut que l'essai est réussi et les tubes ont une certaine résistance à la pression hydrostatique.

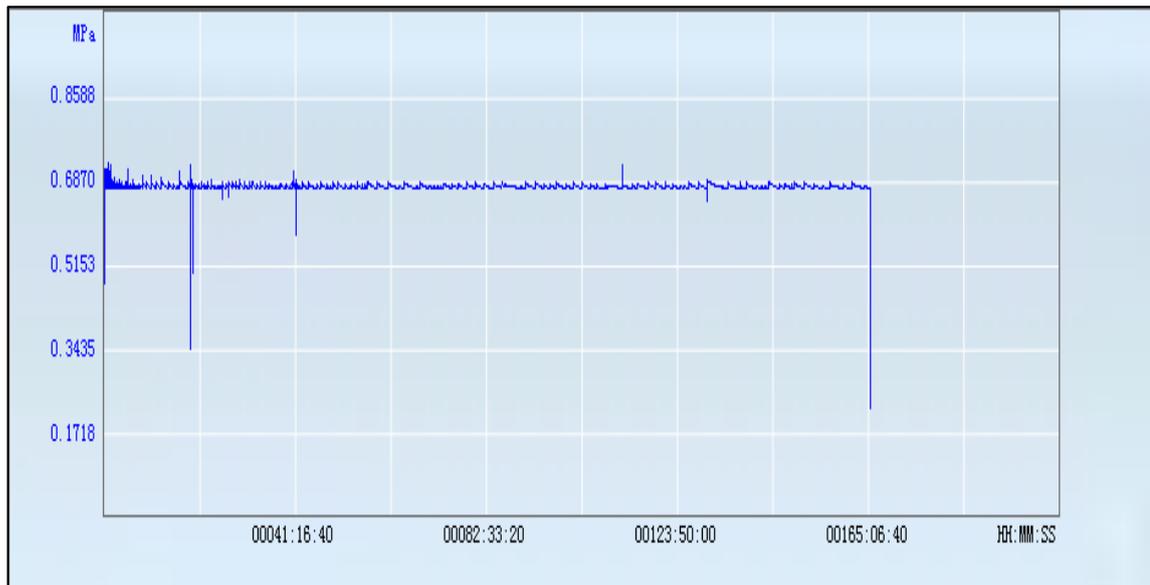


Figure IV.3 : Courbe de pression hydrostatique de PEHD.

Tableau IV.9 : Paramètres d'essai d'échantillon de PEHD

Paramètres d'essai	
Température de l'eau (bac)	80 (°C)
Temps de conditionnement (heure)	3 H
Contrainte circonférentielle (MPa)	5.4
Pression du test (bar)	6.87
Durée du test (heure)	165 H
Rupture	Pas de rupture

Tableau IV.10 : Paramètres d'essai d'échantillon de PVC

Paramètres d'essai	
Température de l'eau (bac)	20 (°C)
Temps de conditionnement (heure)	1 H
Valeur de Sigma (MPa)	42
Pression du test (bar)	21.29
Durée du test (heure)	01 H
Temps max d'atteinte de la pression (s)	05 min
Rupture	Pas de rupture

IV.1.7. Teneur en noire de carbone

La teneur en noire de carbone est égale à 2.3 % < 2.5, résultat est sous les normes donc l'échantillon est conforme.

Tableau IV.11: Paramètres d'essai d'échantillon de PEHD.

Paramètres d'essai			
La température du laboratoire	23 °C		
La masse de l'échantillon	0.9974		
Les masses (g)	M ₁	M ₂	M ₀
	0.1	0.077	0.9974
Le résultat (%)	2.3		

Conclusion

Conclusion

Dans ce travail nous avons étudié le procédé d'extrusion utilisé au sein des entreprises PROGАЗ et EULYPLAST pour la transformation du polyéthylène à haute densité (PEHD) et du polychlorure de vinyle (PVC) en tubes. Ensuite une caractérisation des propriétés des produits finis et bruts a été menée.

D'après les résultats obtenus sur les matières premières et les tubes en PEHD et en PVC, on conclut que ces matériaux sont de bonne qualité et les paramètres testés répondent aux exigences des normes utilisées. Par exemple :

La caractérisation des propriétés mécaniques par le test d'attraction a montré que les échantillons du PEHD et du PVC présente une courbe contrainte-déformation similaire à celle des thermoplastiques.

La détermination du temps d'induction à l'oxydation a révélé que les valeurs obtenues sont conformes aux normes, de ce fait les tubes PEHD et PVC montre une certaine résistance à la photooxydation. Du même pour la résistance à la pression hydrostatique.

D'un autre côté, ce stage a été très instructif pour moi car il m'a permis de découvrir le domaine de la transformation des polymères et de leur mise en forme, comme le cas de la transformation du PVC et du PEHD en tubes. Il m'a permis également de participer spécifiquement à résoudre les défis posés par le travail expérimental effectué au niveau des laboratoires PROGАЗ et EULYPLAST. Aussi, grâce à ce stage, j'ai pu maîtriser les techniques de caractérisation des matériaux plastiques comme le PVC et PEHD. Ce stage a vraiment dépassé toutes mes attentes. J'en suis très content.

References bibliographiques

- [1] The History of Plastics. (2005, May). www.americanplasticscouncil.org
- [2] P. Nathiez, "Les canalisations en PEHD", Symposium AFTP (Association des Fabricants de Tubes en Plastique), "Les Canalisations en PEHD pour les Réseaux d'Alimentation en Eau Potable", 18 juin 2006, Alger.
- [3] M. Kaufman, *Plastics & Polymers*, 37, 243 (1969)
- [4] P. R. Khaladkar, *Using Plastics, Elastomers, and Composites for Corrosion Control*, tiré de: *Uhlig's Corrosion Handbook*, 2^{ème} ed. Canada, John Wiley & Sons, Inc., 2000, p.965-970.
- [5] P. R. Khaladkar, *Using Plastics, Elastomers, and Composites for Corrosion Control*, tiré de: *Uhlig's Corrosion Handbook*, 2^{ème} ed. Canada, John Wiley & Sons, Inc., 2000, p.965-970.
- [6] "Le polyéthylène", [en ligne]. Disponible sur : <http://fr.wikipedia.org/wiki/Polyéthylène> (consulté le : 02/05/2022).
- [7] Nechad. "Elaboration d'une membrane de filtration d'eau à base de polyéthylène à basse densité et de gypse de Bouzgaïa", mémoire de magister, Université Hassiba Benbouali, Chlef, 2008/2009.
- [8] J.L. Matthews, H.S. Peiser, R.B. Richards, «The X-ray measurement of the amorphous content of polythene samples», *Acta Crystallographica*, Vol. 2, 1949, pp 85-90.
- [9] "Standard Specification for Polyethylene Plastics Molding and Extrusion Materials", ASTM D1248, 1998. In : Basell Polyolefins, "Polyethylene, Products and Properties", Document Technique, 2002, p7
- [10] A. Nechad. "Elaboration d'une membrane de filtration d'eau à base de polyéthylène à basse densité et de gypse de Bouzgaïa", mémoire de magister, Université Hassiba Benbouali, Chlef, 2008/2009.
- [11] O.B. Aïcha « Modification de surface des fibres de PA6,6 par greffage chimique », Thèse de Doctorat, Instrumentation et Analyses Avancées, Université des Sciences et Technologies de Lille I, 2004.
- [12] D.C. Miles, "Technologie des Polymères", Paris, Dunod Ed, 1968, P133-161
- [13] B. Levresse, "Polyéthylène Basse Densité", Paris, Technique de l'Ingénieur, J 6539, 1993, p1-6.
- [14] R. Dossogne, "Polyéthylène Haute Densité", Paris, Technique de l'Ingénieur, A3315, 1996, p1-10.
- [15] A. J. Peacock, « Handbook of Polyethylene: Structure, Properties, and Applications », Ed: Marcel Dekker, New York, (2001)

- [16] M. Fontanille et Y. Gnanou, "Chimie et Physicochimie des Polymères", Paris, Dunod Ed, 2002, 479-483.
- [17] R. K. Krishnaswamy and Q. Yang « Influence of Phase Segregation on the Mechanical Properties of Binary Blends of Polyethylenes that Differ Considerably in Molecular Weight », Polymer Journal, Vol. 48, (2007), pp 5348-5354.
- [18] J-P. Trotignon, J. Verdu, M. Pepiraud et A. Dobracginsky, "Précis des Matières Plastiques", Paris, Nathan Ed, 1996, p53-59
- [19] J. Bost, "Matières Plastiques", Tome 1, 2ème Ed., Paris, Lavoisier Ed, 1985, 443p.
- [20] Okuda, K., Okabe, Y., Kadonosono, T., Ueno, T., Youssif, B.G., Kizaka-Kondoh, S. and Nagasawa, H., 2012. 2-Nitroimidazole-tricarbo-cyanine conjugate as a near-infrared fluorescent probe for in vivo imaging of tumor hypoxia. Bioconjugate chemistry, 23(3), pp.324- 329.
- [21] Christopher D. Anderson et Eric S Daniels, Emulsion Polymerisation and Latex Applications, SmithersRapraPublishing, (2003), 160 p.
- [22] CARREGA et COLL, 2007.
- [23] G.W. Ehrenstein, F. Montagne, Matériaux polymères (structure et application), HERMES Science Publication, Paris, 2000
- [24] Peacock A.J. Handbook of polyethylene: Structure, Properties, and Applications, New York: Marcel Dekker, 534, (2001)
- [25] J. P. Troticrono, Matières plastiques (structure, propriétés), Nathan, Paris, 1996.
- [26] M. Fontanille. J. Pierre vairon, polymérisation, Technique de l'ingénieur, AM 3040 France, 1996.
- [27] Teubner, G. (2006). Die anonyme Matrix: Zu Menschenrechtsverletzungen durch private transnationale Akteure. Der Staat, 45, 161.
- [28] P. Davis, S. Burn, S. Gould, M. Lardy, G. Tjandraatmadja et P. Sadler, "Log-Term Prediction for PE Pipes", AWWA (American Water Works Association) Research Foundation, 2006, 203p, [en ligne]. Disponible sur : <<http://www.awwarf.org/research/topicsAndprojects/execsun/2975.asp>>. Consulté le : 13/05/2022
- [29] R. Aggoun, "Présentation de l'Industrie Algérienne des Tubes en Matières Plastiques PEHD et PVC Destinés à l'Alimentation en Eau Potable", Symposium AFTP, "Les Canalisations en PEHD pour les réseaux d'Alimentation en Eau Potable", 18 juin 2006, Alger.
- [30] Sonelgaz, Document Technique, 2005, 5p.
- [31] Académie de Versailles - Activités Humaines et Pollutions - 30 Mars 2011
- [32] Solvay Polyolefins, "Eltex PE100", Document Technique, 1998, p17.
- [33] Shipments of PE Pipe, PPI Statistics Report. (2007). Plastics Pipe Institute, Irving, Texas

- [34] Kapsopoulou, K., Barouti, E., Makrioniti, A., & Kostaki, K. (2008). Occurrence of *Saccharomyces cerevisiae* killer yeasts in wine-producing areas of Greece. *World Journal of Microbiology and Biotechnology*, 24(9), 1967-1971.
- [35] Romdhane, M. S., and A. Ben Rejeb-Jenhani. "Impact des perturbations anthropiques sur l'évolution du phytoplancton de la lagune de Boughrara,(Tunisie)." (2002).
- [36] Ehrenstein. G.W, Montagne. F, Matériaux polymères ; structure, propriétés et applications, Hermès Science Publications, Paris, 2000, Pages : 148-153.
- [37] Bassanini A, Duval R. Unemployment, institutions, and reform complementarities: re-assessing the aggregate evidence for OECD countries. *Oxford Review of Economic Policy*. 2009 Mar 1;25(1):40-59.
- [38] Pinier JT, Ausseur JM, Glauser MN, Higuchi H. Proportional closed-loop feedback control of flow separation. *AIAA journal*. 2007 Jan;45(1):181-90.
- [39] Brouillet, Stéphanie, and Jean-Luc Fugit. "Solutions to reduce release behavior of plasticizers out of PVC-made equipments: binary blends of plasticizers and thermal treatment." *Polymer bulletin* 62, no. 6 (2009): 843-854.
- [40] Compette, P. ; Ernoult, I. *Physique des polymères : structure, fabrication, emploi*. Hermann éditeurs, Canada, 2000, Pages 67-70.
- [41] Plasticizers in: *Encyclopedia of Polymer Science and Technology*. By Brian L.W.1sted.Vol.3, 498-524
- [42] George Odian, «Principles of polymerization», Polytechnica, Paris, (1994), 823p
- [43] S.H. Hamid. *Handbook of polymer degradation*. CRC, 2000.
- [44] Chelli, R. and Procacci, P., 2006. Comment on "From Subtle to Substantial: Role of Metal Ions on $\pi-\pi$ Interactions". *The Journal of Physical Chemistry B*, 110(20), pp.10204-10205.
- [45] W. Habicher, I. Bauer, et J. Pospisil. "Organic phosphites as polymerstabilizers". *Macromolecular Symposia*, 2005, p147-164
- [46] Bouland, S., Duguet, J.P. and Montiel, A., 2004. Minimizing bromate concentration by controlling the ozone reaction time in a full-scale plant. *Ozone: science & engineering*, 26(4), pp.381-388.
- [47] Robert, j., Pierotti, J., « additives for plastics » Tome 1, academic press, edition: Raymond BS, newYork-usa, V.2 (1978), 103.
- [48] S. Al-Malaika. *Antioxidants: an overview*. Springer, 1998.
- [49] L. Carette, "Stabilisants", Paris, *Technique de l'Ingénieur*, A3232, 1992, p1-22.
- [50] Dumont, H., Auvray, L., Dazord, J., Monteil, Y., Bondoux, C. and Patriarche, G., 2003. N-enrichment at the GaAs1- xNx/GaAs (0 0 1) interface: microstructure and optical properties. *Journal of crystal growth*, 248, pp.441-445.
- [51] Hruska, Patrice Guesnet, Christian Salin, J-J Couchoud « Poly (chlorure de vinyle) » *Technique de l'ingénieur (AM 3325)*, France,2007

- [52] J. Stepek et H. Daoust, "Additives for Plastics", New York, Springer-Verlag Ed, 1983, p233.
- [53] SABIC, Fiche Technique matière première P6006
- [54] ISO 1133 (international standards organization)
- [55] NA 357 (norme algérienne)

Résumé

Ce travail a été réalisé au sein des entreprises HARSEF et EULYPLAST situées à EL EULMA Wilaya de Sétif. Son but est la production des conduites d'eau potable et d'assainissement en convertissant le polyéthylène à haute densité (PEHD) et le polychlorure de vinyle (PVC), à l'état fondu par le processus d'extrusion. Durant ce stage, nous avons suivi les étapes de transformation des matériaux thermoplastiques PEHD et PVC, puis nous avons effectué un contrôle de qualité des paramètres physico-chimiques des produits bruts et finis comme la masse volumique, l'indice de fluidité, le retrait à chaud, le temps d'induction à oxydation et la teneur en noir de carbone. De plus on a caractérisé les propriétés mécaniques. Les résultats obtenus montrent que les produits élaborés sont conformes aux exigences des normes ISO.

abstract

This work was carried out within the companies HARSEF and EULYPLAST located in EL EULMA Wilaya of Sétif. Its purpose is the production of drinking water and sewerage pipes by converting high-density polyethylene (HDPE) and polyvinyl chloride (PVC), to the molten state by the extrusion process. During my internship we followed the steps of transformation of thermoplastic materials HDPE and PVC, then we carried out a quality control of the physico-chemical parameters of the raw and finished products such as density, fluidity index, hot shrinkage, oxidation induction time and carbon black content. In addition, the mechanical properties have been characterized. The results obtained show that the products developed comply with the requirements of ISO standards.

ملخص

تم تنفيذ هذا العمل في شركتي "HARSEF" و "EULYPLAST" الواقعتين في العظمة ولاية سطيف. الغرض من هذا العمل هو إنتاج أنابيب مياه الشرب والصرف الصحي عن طريق تحويل البولي إيثيلين عالي الكثافة (HDPE) والبولي كلوريد فينيل (PVC) إلى الحالة المنصهرة من خلال عملية البثق. خلال فترة تدريبي، اتبعنا خطوات تحويل مواد اللدائن الحرارية HDPE و PVC، ثم قمنا بإجراء مراقبة جودة فيزيائية وكيميائية للمنتجات الخام والنهائية مثل الكثافة ومؤشر السيولة والانكماش الساخن ووقت مؤشر الأكسدة ومحتوى أسود الكربون. بالإضافة إلى ذلك، تم تمييز الخصائص الميكانيكية. تظهر النتائج التي تم الحصول عليها أن المنتجات التي تم تطويرها تتوافق مع متطلبات المعايير العالمية "ISO".