



Département de Technologie chimique industrielle

Rapport de soutenance

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

Génie chimique

Thème :

**Contrôle de la qualité du revêtement Extérieure tri-couche de la
pipe au niveau de l'entreprise ALFAPIPE (Ghardaïa)**

Réalisé par :

Soudani Mustafa

Encadré par :

- BELKACEMI Samir

MAA/ Institut de technologie

Remerciements

Je remercie tout d'abord, Dieu tout puissant de m'avoir donné le courage pour dépasser toutes les difficultés.

Je remercie en premier lieu, mon encadreur Monsieur BELKACEMI Samir Professeur au département de Génie des Procédés, à L'université de Bouira,

Je tiens à adresser mes vifs remerciements et mon profond respect aux membres de jury.

Je remercie également tous les travailleurs du laboratoire ALFAPIPE.

Je remercie profondément tous les enseignants du département génie des procédés, ainsi que les étudiants de la promotion Génie chimique 2021/2022.

DEDICACE

A ma mère et mon père, que Dieu les protège.

A toute ma famille et à tous ceux qui me sont chers.

Résumé :

Pour emballer des tubes en acier soudés, nous avons besoin de trois matériaux (époxy, adhésif, polyéthylène à haute densité) contribuant à leur protection contre la corrosion. Ils peuvent être également revêtus intérieurement pour améliorer l'écoulement du fluide transporté ou pour prévenir la corrosion interne si le gaz transporté est corrosif.

L'objectif de ce travail est d'étudier le processus de contrôle qualité des revêtements anticorrosion de la pipe dans la société ALFAPIPE de Ghardaïa, ce processus comprend plusieurs tests de la matière première (époxy, adhésif, polyéthylène à haute densité).

Le revêtement extérieur anticorrosion se compose de trois couches d'époxy et d'une couche mince d'adhésif, d'une couche de polyéthylène de 2.5mm d'épaisseur.

Les résultats obtenus sont conformes aux spécifications demandées par les clients et aux normes appliquées.

Mots clés : Polyéthylène haute densité, Epoxy, Adhésif,

Abstract:

To wrap welded steel tubes, we need three materials (epoxy, adhesive, high density polyethylene) contributing to their protection against corrosion. They can also be coated internally to improve the flow of the transported fluid or to prevent internal corrosion if the transported gas is corrosive.

The objective of this work is to study the process of quality control of the anticorrosion coatings of the pipe in the company ALFAPIPE of Ghardaia, this process includes several tests of the raw material (epoxy, adhesive, high density polyethylene).

The exterior anti-corrosion coating consists of three layers of epoxy and a thin layer of adhesive, a layer of 2.5mm thick polyethylene.

The results obtained comply with the specifications requested by the customers and with the standards applied.

Key words: Polyethylene high density, Epoxy, Adhesive,

ملخص:

لتغليف الأنابيب الفولاذية الملحومة، نحتاج إلى ثلاث مواد (إي بوكسي، لاصق، بولي إيثيلين عالي الكثافة) تساهم في حمايتها من التآكل. يمكن أيضًا تغليفها داخليًا لتحسين تدفق السائل المنقول أو لمنع التآكل الداخلي إذا كان الغاز المنقول تآكلًا.

الهدف من هذا العمل هو دراسة عملية مراقبة جودة الطلاءات المضادة للتآكل للأنبوب في شركة ALFAPIPE في غرداية، وتشمل هذه العملية عدة اختبارات للمادة الخام (الإيبوكسي، اللاصق، البولي إيثيلين عالي الكثافة). يتكون الطلاء الخارجي المضاد للتآكل من ثلاث طبقات من الإيبوكسي وطبقة رقيقة من اللاصق، وطبقة من البولي إيثيلين بسمك 2.5 مم.

النتائج التي تم الحصول عليها مطابقة للمواصفات التي يطلبها العملاء والمعايير المطبقة.

الكلمات الرئيسية: بولي إيثيلين عالي الكثافة، إي بوكسي، لاصق؛ النتوء.

Liste des matières

<i>Introduction</i>	1
Chapitre I : Présentation de l'entreprise	3
I.1. <i>Historique</i>	3
I.2. <i>Présentation de l'unité</i>	3
I.3. <i>Domaines d'application</i>	4
I.4. <i>Domaine d'activité de l'entreprise</i>	5
I.4.1. <i>Pipeline</i>	5
I.4.2. <i>Hydraulique</i>	5
Chapitre II : Généralités sur les polymères	6
II.1. <i>Définitions</i>	6
II.2. <i>Classification des polymères</i>	6
II.2.1. <i>Point de vue chimique</i>	6
II.2.2. <i>Point de vue thermomécanique</i>	7
II.2.3. <i>Point de vue structure physique</i>	8
II.3. <i>polyéthylène</i>	9
II.3.1. <i>Structure et types des polyéthylènes</i>	9
II.3.2. <i>Propriétés mécaniques des polyéthylènes</i>	10
II.4. <i>Polyéthylène haute densité</i>	11
II.4.1. <i>Présentation commerciale du polyéthylène à haute densité</i>	12
II.4.2. <i>Propriétés du PEHD</i>	12
II.4.5. <i>Propriétés thermiques</i>	15
II.4.6. <i>Propriétés chimiques</i>	15
II.5. <i>Corrosion</i>	16
II.6. <i>Permutation</i>	16
II.7. <i>Utilisation industrielle</i>	16
Chapitre III : Revêtement de la pipe	18
III.1. <i>Revêtement de la pipe</i>	18
III.1.1. <i>Caractéristiques principales du revêtement</i>	18
III.1.2. <i>Application du revêtement extérieur</i>	18
III.1.2.1. <i>Epoxy</i>	19
III.1.2.2. <i>Adhésif</i>	19
III.1.2.3. <i>Polyéthylène haute densité</i>	19
Chapitre IV : Matériels et méthode de contrôle de qualité du revêtement extérieur	21
IV.1. <i>Contrôle de qualité du revêtement</i>	21
IV.2. <i>essais de contrôle de qualité du revêtement extérieure</i>	21
IV.2.1. <i>Essai d'immersion dans l'eau chaude selon la norme ISO 21809</i>	21

IV.2.1.1.	<i>Déroulement de l'essai</i>	21
IV.2.2.	<i>Essai de décollement cathodique</i>	22
IV.2.2.2.	<i>Caractéristiques mesurables</i>	23
IV.2.2.3.	<i>Principe</i>	24
IV.2.3.	<i>Indice de fluidité à chaud de la matière(IF)</i>	26
IV.2.3.1.	<i>Principe</i>	27
IV.2.4.	<i>Calorimétrie différentielle (DSC)</i>	29
IV.2.4.1.	<i>Caractéristiques mesurables</i>	30
IV.2.4.2.	<i>Principe</i>	30
IV.2.5.	<i>Essai de traction</i>	32
IV.2.5.1.	<i>Prise en charge des éprouvettes</i>	32
	Chapitre V : Résultats des essais de contrôle de qualité du revêtement extérieur	34
V.1.	<i>Essai d'immersion dans l'eau chaude du revêtement extérieur</i>	34
V.2.	<i>Essai de décollement cathodique du revêtement extérieur</i>	35
V.3.	<i>Indice de fluidité à chaud de la matière(IF)</i>	36
V.3.1.	<i>Phase de mesure</i>	36
V.3.1.1.	<i>Déterminer ΔMFR (La dégradation de PE)</i>	37
V.4.	<i>Calorimétrie différentielle (DSC)</i>	38
V.4.1.	<i>Résultats de l'essai</i>	38
V.5.	<i>Essai de traction</i>	42
	<i>Conclusion générale</i>	44
	<i>Références bibliographiques</i>	45

Liste des figures

- Figure I.1 : Situation géographiques d'ALFAPIPE GHARDAIA.
- Figure I.2 : Situation géographique d'ALFAPIPE GHARDAIA par rapport au puits de Hassi Messaoud et Hassi R'mel.
- Figure II.1 : Morphologie des thermoplastiques.
- Figure II.2 : Matière première PE sous forme de granulés et tube PEHD.
- Figure III.1 : Revêtement extérieur en tri couches.
- Figure IV.1 : Appareillage d'essai d'écoulement cathodique.
- Figure IV.2 : Support de fixation du cylindre sur l'éprouvette.
- Figure IV.3 : Éprouvettes d'essai.
- Figure IV.4 : Perçage du défaut artificiel.
- Figure IV.5 : Insertion d'éprouvette dans le bain et les électrodes dans le cylindre.
- Figure IV.6 : Insertion de filière.
- Figure IV.7 : Appareil d'indice de fluidité.
- Figure IV.8 : Echantillon de PEHD.
- Figure III.9 : Coupons de PEHD extrudé.
- Figure IV.10 : Insertion de filière.
- Figure IV.11 : Poussez vers le bas.
- Figure IV.12 : Remplir le cylindre et Presser l'échantillon.
- Figure IV.13 : Calorimétrie différentielle DSC.
- Figure IV.14 : Echantillon d'époxy poudre.
- Figure IV.15 : Echantillon de filme polymérisé après broyage.
- Figure IV.16 : Exemples de balayage thermique.
- Figure IV.17 : Exemples de balayage thermique sur le filme polymérisé.
- Figure IV.18 : Eprouvettes de traction.

Figure IV.19 : Découpage des éprouvettes.

Figure V.1 : Eprouvette de l'essai d'immersion dans l'eau chaude.

Figure V.2 : Fenêtre de l'essai en marche.

Figure V.3 : Coupons de l'essai.

Figure V.4 : Courbe d'analyse thermique d'époxy (b).

Figure V.5 : Courbe d'analyse thermique d'époxy (c).

Figure V.6 : Courbe balayage thermique sur le film polymérisé (d).

Figure V.7 : Courbe balayage thermique sur le film polymérisé (e).

Figure V.8 : Courbe d'essai de traction.

Liste des tableaux

Tableau I.1 : Propriétés mécaniques des différents polyéthylènes.

Tableau I.2 : Perméabilité du PEHD.

TableauIV.1 : Caractéristiques mesurables de l'essai décollement cathodique.

TableauIV.2 : Caractéristiques mesurables de l'essai Calorimétrie différentielle.

TableauV.1 : Résultats d'essais d'immersion dans l'eau chaude.

TableauV.2 : Résultats d'essais DSC.

Tableau V.3 : Résultats d'essais d'indice de fluidité de la matière(IF).

Tableau V.4 : Résultats d'essais de traction.

Liste des abréviations

ABS : Polystyrène.

CTA : Polyéthylène chlorosulfoné.

DGEBA : Diglycidyl éther de bisphénol A.

DSC : Calorimétrie différentielle.

EP : Époxydes.

FBE: Epoxy poudre.

FRR: Flow Rate Ratio.

IF : Indices de fluidité.

PEBD : Polyéthylène basse densité.

PEBDR : Polyéthylène basse densité radicalaire.

PEHD : Polyéthylène haute densité.

PEMD : Polyéthylène moyenne densité.

SI : Silicones.

UP : Polyesters insaturés.

MPa : Megapascal

Introduction

Introduction

ALFAPIPE GHARDAIA travaille pour protéger efficacement les canalisations en combinant la méthode de protection passive externe avec un revêtement polymère pour la sécurité des structures en acier transportant du gaz et du pétrole contre la corrosion.

Les deux types de revêtements polymères actuellement utilisés pour protéger les pipelines des agressions extérieures et augmenter leur durée de vie sont :

Le premier, un système monocouche, consiste à recouvrir le cylindre d'acier avec une couche d'époxy (FBE) dont l'épaisseur est voisine de 600 μm . Ce type de pipeline est principalement dédié au marché américain.

Le deuxième type de revêtement de pipeline, très utilisé en Europe et même en Algérie, est un système multicouche qui assemble trois couches (époxy / polyéthylène-adhésif / polyéthylène-topcoat) [1].

Une double protection est actuellement mise en œuvre, comprenant la pose d'un revêtement organique anticorrosion avant l'installation des canalisations et l'application d'une protection cathodique pendant toute la durée de leur exploitation [2].

La capacité du revêtement à protéger contre la corrosion externe réside en grande partie en fournissant une barrière efficace à l'entrée d'oxygène, d'ions d'eau et de vapeur d'eau à la surface de l'acier.

Le revêtement polyoléfine tri couche est constitué d'une sous couche mince d'époxy, d'une couche mince d'adhésif à base de copolymère de polyoléfine et d'une couche supérieure de plusieurs millimètres d'épaisseur, le plus souvent en polyéthylène. L'époxy sert comme adhésif tandis que le polyéthylène forme le revêtement épais de protection. L'adhésif assure un lien optimal entre le polyéthylène de nature très apolaire et l'époxy de nature très polaire. Ce système de revêtement bénéficie ainsi de très bonnes qualités d'adhérence, d'excellentes propriétés barrières, d'une faible sensibilité au décollement cathodique et de très bonnes propriétés mécaniques [3].

Le présent mémoire est structuré en cinq chapitres et clôturé par une conclusion générale.

Le premier chapitre concerne la présentation de l'entreprise.

Le deuxième chapitre est consacré à une partie théorique, englobant des généralités sur les polymères et le polyéthylène à haute densité.

Le troisième chapitre est consacré aux revêtements de la pipe.

Le quatrième chapitre comporte les essais effectués au niveau du laboratoire de la société sur le revêtement pour chaque arrivage de la matière première afin d'assurer leur qualité et la comparer avec les normes.

Un cinquième chapitre est réservé, pour présenter les résultats des essais et leurs interprétations.

Chapitre I

Présentation de l'entreprise

I.1. Historique

Les puits du pétrole et du gaz se trouvent à proximité de hassi R'mel et hassi Massoud, la tubérisé spiral d'El-Hadjar (Annaba) ne peut pas seule satisfaire les gros besoins de SONATRACH en matière de transport des hydrocarbures. Il a été décidé de créer cette 2^{ème} unité similaire à la première.

La mise en chantier de l'unité a démarré en Avril 1974, et celle entrée en production en 1977 d'une capacité de 125000 tonnes annuelle, d'une équivalence de 375km de tube de 42 pouces de diamètre.

Les machines installées dans cette usine peuvent produire des tubes de 16 à 64 pouces de diamètre, 6,92 à 25mm d'épaisseur et d'une longueur de 7 à 13m.

Les bobines sont transportées par voie ferroviaire de Annaba à Touggourt ou elles sont stockées dans un dépôt d'une capacité de 40000 tonnes, pour être transporté par camion SNTR jusqu'à GHARDAIA (350km).

Pour améliorer ses produits en 1992, Alpha Pipe l'a agrandi et a démarré les deux unités de revêtement. Intérieure et extérieure. Après cette extension elle a été capable de fabriquer les tubes gazoducs et oléoducs.

Jusqu'à 1999 toutes les unités ont été commandées par les technologies câblées. Après ils ont automatisé l'unité de production et celle de revêtement extérieur, Et en 2003 ils ont renouvelé les automates des quatre machines à souder.

En 2001, elle est devenu PIPE GAZ filiale ANABIB et en 2006 elle est devenu TUS Ghardaïa, la jumelle de TUS Annaba. Filiales ALFAPIPE.

I.2. Présentation de l'unité

ALFAPIPE GHARDAIA, Implantée à la zone industrielle de Bou Noura à Ghardaïa, à 10 km du chef-lieu de la wilaya, l'usine occupe une superficie de 230 000 m² et son effectif s'élève en moyenne à 700 employés. En production depuis 1977.

Sa spécialité est la fabrication de tubes en acier soudés en spirale (de diamètre 16 à 64 pouces, d'épaisseur 7,92 à 15 mm et d'une longueur de 7 à 13 m), adéquats à différents buts d'utilisation :

- La construction de pipelines (gazoducs et oléoducs).
- Les grands transferts d'eau entre les barrages et les agglomérations.
- Les activités des travaux publics.



Figure I.1. Situation géographique d'ALFAPIPE GHARDAIA.



Figure I.2. Situation géographique d'ALFAPIPE GHARDAIA par apport aux puits de Hassi Messaoud et Hassi R'mel.

I.3. Domaines d'application

➤ Entendue de la spécification :

La présente spécification définit les exigences techniques concernant la fabrication, le contrôle (destructif et non destructif) et la fourniture des tubes en acier, destinés à la construction des ouvrages de transport d'hydrocarbures en service non corrosif. L'usine fabriquant les tubes devra bénéficier des certifications API Q1 et API, iso. Les tubes sont fabriqués et revêtus selon les normes internationales spécifiquement technique du client. Le règlement algérien de sécurité pour les canalisations de transport d'hydrocarbures.

➤ Les normes de Confiant :

En dehors des dérogations ou des exigences particulières de la présente spécification et/ou de la commande, tous les tubes seront rigoureusement conformes aux :

- API 5L -45ème édition: American Petroleum Institute Standards specifications

for line Pipe.

- ISO 21 809: International Organization for Standardization for external coating pipelines.
- API RP 5L: Recommended practice for internal coating pipelines.

I.4. Domaine d'activité de l'entreprise

L'entreprise ALFA PIPE transforme les bobines en tubes spirales pour transporter le pétrole, le gaz, l'eau et tout autre liquide sous haute pression.

I.4.1. Pipeline

- Oléoducs (transport du pétrole).
- Gazoducs (transport du gaz).

I.4.2. Hydraulique

- Transport d'eau.
- Alimentation en eau potable.
- Infrastructure hydraulique.
- Assainissement (égout).
- Drainage.

Chapitre II

Généralités sur les polymères

Chapitre II : Généralités sur les polymères

II.1. Définitions

Les polymères, appelés aussi matières plastiques, sont des matériaux organiques composés essentiellement d'atomes de carbone et d'hydrogène. La plupart des polymères sont élaborés à partir d'un ou de deux types de monomères seulement. Les composés macromoléculaires sont respectivement appelés homo ou copolymères [4].

Une macromolécule correspond à un enchaînement d'une multitude de monomères, liés de façon covalente. Le terme polymère est plutôt réservé pour définir le matériau obtenu de manière naturelle ou par synthèse organique. Le terme plastique souligne plus fortement le caractère du matériau de synthèse fini (à partir duquel des pièces sont produites selon des technologies spécifiques), il définit moins la structure du matériau et les réactions requises pour son élaboration [5].

II.2. Classification des polymères

On peut classer les matériaux polymères suivant différents critères. Le point de vue thermique conduit au classement des matériaux polymères organiques en matériaux thermoplastiques et matériaux thermodurcissables [6]. Le point de vue mécanique introduit les notions des solides viscoélastiques et d'élastomères. On peut aussi examiner le matériau en s'intéressant à sa structure physique ou à sa structure chimique : dans le premier cas, les notions de matériau semi-cristallin et de matériau amorphe sont introduites ; dans le second, c'est la structure moléculaire en chaîne d'atome qui est à prendre en considération.

II.2.1. Point de vue chimique

➤ Polymères minéraux

Sont constitués par des chaînes renfermant un seul corps simple comme le diamant, le graphite, le phosphore et le soufre ou par des chaînes renfermant plusieurs hétéroatomes comme les silicates, les acides poly phosphoriques et les chlorures de poly phosphonitriles.

➤ **Polymères organiques**

C'est la classe la plus riche, ils constituent presque la totalité des polymères d'utilisation courante. Les principaux polymères organiques de synthèses sont : polyoléfines, les polyvinyloxydes, les poly diènes, les polyamides, les polyesters et les polyacryliques.

➤ **Polymères mixtes**

Sont doués de propriétés intéressantes dont une bonne résistance thermique (300-350 C°). L'hétéroatome peut être soit dans la chaîne principale soit dans les motifs latéraux.

II.2.2. Point de vue thermomécanique

➤ **Thermoplastiques**

Les thermoplastiques sont constitués de macromolécules linéaires ou ramifiées, liées entre elles par des liaisons physiques. Ces matières sont solides à température ambiante. Elles se ramollissent à la chaleur jusqu'à un état plastique. Ce processus est réversible, c'est-à-dire que les thermoplastiques se rigidifient à nouveau au refroidissement. Selon la régularité de leur chaîne, ces polymères peuvent se cristalliser (thermoplastiques semi-cristallins) ou non (thermoplastiques amorphes) [7].

Ce qui caractérise un matériau thermoplastique est la possibilité, après avoir subi une contrainte thermomécanique, d'être ramené par des moyens physiques à l'état initiale [8].

➤ **Thermodurcissables**

Les matières thermodurcissables diffèrent nettement des matières thermoplastiques, non seulement du point de vue de la structure chimique, mais aussi des technologies de mise en forme requises. Les principaux représentants de la famille des thermodurcissables sont les polyesters insaturés (UP), les époxydes (EP), les phénoplastes (phénol-formaldéhyde PF, notamment), les aminoplastes, les acrylates et les silicones (SI). Ces matières trouvent des applications, en particulier après renforcement par des fibres, pour l'élaboration d'équipements industriels et sportifs, mais aussi dans la construction aéronautique et d'engins spatiaux.

Les thermodurcissables sont stables même à des températures relativement élevées et présentent en générale une bonne tenue vis-à-vis des milieux agressifs. Ils ne peuvent jamais revenir à l'état initial quand leur température augmente [9].

➤ **Elastomères**

Les polymères de la 3ème famille, celle des élastomères, se distinguent par les

faibles valeurs des forces d'attraction entre les chaînes et de leurs modules élastiques (à température ambiante) et par leur capacité élevée de déformation (quelques centaines de pour cent) [10].

Les élastomères sont des composés macromoléculaires, dont les propriétés sont étroitement liées à leur nature chimique et au caractère aléatoire de la distribution des chaînes moléculaires. Le caoutchouc naturel et les caoutchoucs synthétiques appartiennent à cette famille [11].

II.2.3. Point de vue structure physique

➤ Polymère amorphe

Dans un polymère amorphe, les chaînes se présentent sous la forme de pelotes statistiques.

Les chaînes sont enchevêtrées et on note l'absence de structure ordonnée. Quand on chauffe un polymère amorphe, il subit une transition douce de l'état solide à l'état fluide, il n'y a donc pas de température de fusion. En effet, la structure des chaînes de macromolécule en pelote compacte et désordonnée empêche une transition brutale entre les états solide et liquide. Cependant, une brusque variation de mobilité moléculaire est observée à une température appelée température de transition vitreuse notée T_g [12].

➤ Polymères cristallins

Un polymère purement cristallin, quant à lui, présente des chaînes qui s'arrangent de façon ordonnée. Contrairement aux amorphes, les cristallins possèdent une température de fusion notée T_m . Cependant, un polymère totalement cristallin n'existe pas en réalité. Il reste toujours des défauts ou bien l'extrémité des chaînes qui ne peuvent adopter une structure cristalline [12].

➤ Polymères semi-cristallins

Les semi-cristallins présentent à la fois une partie amorphe où les chaînes moléculaires sont désordonnées et une partie cristalline ordonnée (fig. II.1). Ils présentent donc à la fois une température de transition vitreuse (correspondant à la mobilité de la phase amorphe) et une température de fusion (pour laquelle la phase cristalline se liquéfie). On a donc toujours $T_g < T_f$. Les polymères semi-cristallins peuvent être caractérisés par leur taux de cristallinité ce qui représente la fraction massique ou molaire d'unités structurales cristallisées par rapport à la totalité des unités présentes [12].

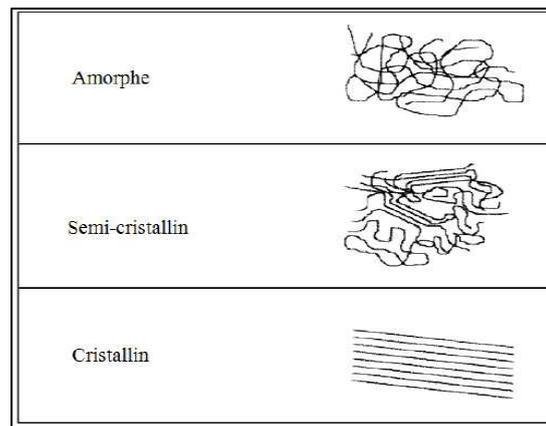


Figure. II.1. Morphologie des thermoplastiques [12]

II.3. Polyéthylène

II.3.1. Structure et types des polyéthylènes

Polyéthylène est un nom générique utilisé afin de décrire les polyoléfines issues de la polymérisation de l'éthylène. Ce sont probablement les polymères les plus couramment utilisés, en effet ils sont employés pour la fabrication des sacs plastiques, des bouteilles d'emballage et de certains jouets. Il en existe de nombreux types mais ceux-ci sont généralement classés dans deux grandes familles qui se définissent en fonction de leur masse volumique :

- polyéthylènes basse densité ou PE-BD : $0,92 \text{ g/cm}^3 < \rho < 0,94 \text{ g/cm}^3$.
- polyéthylènes haute densité ou PE-HD : $0,95 \text{ g/cm}^3 < \rho < 0,97 \text{ g/cm}^3$.

Le polyéthylène possède également d'excellentes propriétés d'isolation électrique et de résistance aux chocs et présente une grande inertie chimique et biologique (contact alimentaire).

C'est un matériau thermoplastique obtenu par polymérisation de l'éthylène (C_2H_4) menant à des macromolécules composées par la répétition du motif $-(\text{CH}_2)-$.

Divers procédés sont utilisables pour cette polymérisation, au nombre desquelles nous citerons : la déshydratation de l'alcool éthylique sur l'alumine, l'hydrogénation de l'acétylène et le craquage des hydrocarbures aliphatiques, se trouvant dans le naphta (pétrole brut) et les gaz naturels. La polymérisation s'effectue à haute température, vers 800°C . L'éthylène doit être soigneusement purifié, pour le débarrasser de diverses impuretés gazeuses comme : CO , CO_2 , N_2 , NH_3 , S , qui pourraient jouer le rôle d'inhibiteurs de polymérisation, en rompant les chaînes du polymère au fur et à mesure de leur formation [13].

II.3.2. Propriétés mécaniques des polyéthylènes

A la température ambiante, le polyéthylène est un matériau biphasique, dont l'une des phases est un élastomère amorphe, l'autre étant constituée de cristallites rigides. Ses propriétés mécaniques à l'état solide vont dépendre de plusieurs paramètres :

- La proportion des deux phases ;
- La perfection des cristallites ;
- La tenacité de la phase amorphe ;
- La cohésion entre les deux phases et entre les cristallites.

Ces paramètres sont directement liés à la structure des chaînes, à savoir leurs longueurs, à la répartition moléculaire, au nombre de ramifications et à leurs natures.

Le taux de cristallinité dépendra donc du taux de ramification de la chaîne. Plus les ramifications seront nombreuses et longues, plus les taux de cristallinité seront faibles à cause de la réorganisation des chaînes macromoléculaires [14].

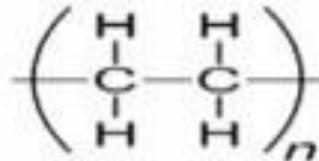
Le tableau (II.1) présente les propriétés mécaniques de ces différents polyéthylènes [15].

Tableau II.1: Propriétés mécaniques des différents polyéthylènes [15]

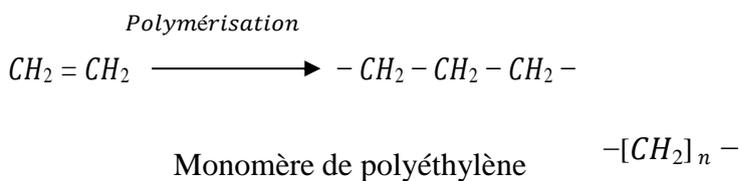
Propriétés	PEHD	PEBD		PEMD	
		Film	Plaquette	Film	Plaquette
Contrainte au seuil D'écoulement - traction- (MPa) (N/mm²)	25 – 30	8-15.5	7-10	9-20	10-20
Résistance à la rupture (MPa) (N/mm²)	30 – 35	9-23	8-10	20-30	10-13
Allongement rupture %	500-1100	150-1100	300-800	600-1200	500-700
Module d'élasticité en traction (MPa) (N/mm²)	800-1100	200-500	190-280	200-600	210-550
Dureté shore D	66	40 -47	40-47	46-63	46-63

II.4. Polyéthylène haute densité

Le polyéthylène PE, est l'un des polymères les plus simples et les moins chers. C'est un matériau semi cristallin obtenu par la polymérisation de l'éthylène. Le polyéthylène est constitué d'un assemblage d'une unité répétitive de structure :



La polymérisation du polyéthylène est résumée dans la réaction suivante [16] :



Il est appliqué comme un matériau de choix dans les applications les plus variées comme l'extrusion-soufflage des corps creux, l'injection d'articles les plus divers, l'extrusion des films, tubes et câbles ...etc [17].



Figure II .2 : Matière première PE sous forme de granulés et tube PEHD [18].

II.4.1. Présentation commerciale du polyéthylène à haute densité

Le polyéthylène à haute densité est habituellement présenté sous forme de granulés cylindriques ou lenticulaires de quelques millimètres. Ces granulés sont incolores et translucides à l'état naturel. Certaines applications nécessitent l'utilisation de composés colorés, qui sont livrés ainsi par certains producteurs. En sortie du réacteur de polymérisation, le polyéthylène haute densité se présente sous forme de poudre, Il peut être commercialisé sous cette forme pour certaines applications.

Le polyéthylène haute densité est généralement conditionné dans des sacs de 25 kg palettisés. Il peut être également livré en vrac (dans des citernes) ou en demi-vmc (dans des caisses en cartons ou des conteneurs souples) [21].

II.4.2. Propriétés du PEHD

Les propriétés des polyéthylènes dépendent essentiellement de trois paramètres structuraux à savoir : la cristallinité, la masse moléculaire et la distribution des masses moléculaires [16].

➤ 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 il est élevé dans le cas du PEHD homopolymère, dû à la structure linéaire de ses chaînes qui se replient facilement pour former des cristallites [16].

➤ Masse moléculaire

D'une manière générale, plus les chaînes polymériques sont longues (masse moléculaire grande) plus la viscosité à l'état fondu est élevée, la mise en œuvre est plus difficile et les propriétés mécaniques sont meilleur. Dans la pratique, la détermination de l'indice de fluidité à chaud (IF) du PE, qui est inversement proportionnel à la viscosité, donne une estimation sur sa masse moléculaire [16].

L'indice de fluidité selon la norme ISO1133 est mesuré sous une charge :

- De 2.16 kg pour les résines de faible masse molaire ;
- De 5 kg pour une masse molaire moyenne ;

- De 21.6 kg pour les résines de masse molaire élevée et pour le plastique.

Une valeur indicative de la largeur de la distribution des masses molaires, qui permet de comparer différents grades, peut être donnée par le rapport FRR (Flow Rate Ratio) ou par des mesures rhéologiques.

$$\text{FRR} = (\text{MFR } 190/21.6) / (\text{MFR } 190/2.16) \dots\dots\dots (\text{II.1})$$

➤ **Distribution de la masse moléculaire :**

En plus de la densité et de la masse moléculaire, 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 un grand uniforme permettant d'avoir une grande rigidité et un minimum de torsion. Une large distribution assure la facilité de mise en œuvre ainsi qu'une bonne résistance au choc et à la fissuration sous contrainte [16].

II.4.3. Propriétés rhéologiques

Le PEHD à l'état fondu présente un comportement viscoélastique non linéaire, cela signifie que sa viscosité diminue avec l'augmentation du cisaillement. Lors de l'extrusion, le polyéthylène est soumis à un gradient de vitesse de cisaillement, du cylindre de l'extrudeuse à la filière.

Il est donc important de connaître la courbe de viscosité-vitesse de cisaillement sur l'étendue de la plage de cisaillement. La mesure de l'indice de fluidité à chaud (MFI) permet d'estimer la viscosité à une vitesse de cisaillement donnée [16].

II.4.4. Propriétés mécaniques

➤ **Rigidité**

La rigidité d'une pièce en polyéthylène haute densité est d'autant plus élevée que la cristallinité du polymère est importante, dans une moindre mesure, elle diminue quand la masse molaire augmente [22].

➤ **Comportement au choc**

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

- Sa masse molaire est plus élevée (mais sa transformation est plus difficile)
- Sa cristallinité est plus faible (sa rigidité également)

La température est plus élevée (mais la rigidité décroît fortement avec l'augmentation de la température).

- La distribution des masses molaires est plus étroite (pour les pièces injectées), les tensions internes étant plus faibles.
- L'excellent comportement au choc à froid du polyéthylène haute densité est lié à sa température de transition vitreuse de l'ordre de -110°C [23].

➤ **Comportement au fluage**

Le fluage caractérise l'évolution au cours du temps (allongement, fléchissement, écrasement) d'une pièce soumise à une charge constante, c'est une manifestation de la viscoélasticité des plastiques. Il faut tenir compte de cette propriété pour le dimensionnement de pièces soumises à des contraintes de longue durée.

Le comportement au fluage peut être évalué au cours des essais mécaniques simples de traction mono axiale ou de flexion ; il est d'autant meilleur que la masse molaire est importante [24].

➤ **Résistance à la fissuration sous contrainte**

Les pièces en polyéthylène haute densité soumises à des contraintes internes ou externes dans un milieu liquide polaire peuvent se fissurer. Ce phénomène apparaît au cours du temps d'autant plus vite que la température est plus élevée. Les milieux les plus agressifs sont surtout les agents tensioactifs (détergents, émulsionnants, alcools, huiles de silicone, etc....)

La résistance à la fissuration sous contrainte du polyéthylène haute densité est relativement modérée. Elle augmente quand la masse molaire augmente et quand la cristallinité diminue [25].

➤ **Dureté**

Le polyéthylène à haute densité a une dureté relativement faible. Sa dureté varie relativement peu d'une résine à l'autre et augmente avec la cristallinité [22].

➤ **Résistance à l'abrasion**

La surface paraffinée du polyéthylène haute densité assure un faible coefficient de friction. Sa résistance à l'abrasion augmente avec la masse molaire et la cristallinité, elle est remarquable pour les PEHD de masse molaire très élevée.

Le coefficient de friction est le rapport entre la force de glissement et la force de maintien, exercées par deux surfaces en contact. Ce coefficient est en fait une évaluation de la

difficulté avec laquelle la surface d'un matériau va glisser sur un autre matériau [27].

II.4.5. Propriétés thermiques

Le point de fusion du PEHD se situe entre 120 et 136°C. La conductivité thermique et le coefficient de dilatation thermique linéaire sont en fonction du taux de cristallinité, ils sont plus élevés pour les homopolymères que les copolymères [27].

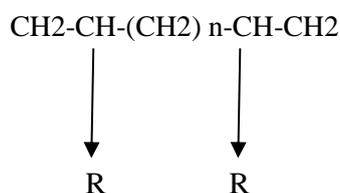
II.4.6. Propriétés chimiques

Les Propriétés chimiques du PE vis-à-vis des agents chimiques sont déterminées par leur structure paraffinée apolaire, par son caractère cristallin et sa très haute masse moléculaire. Il résiste bien aux acides forts (les acides inorganiques) et les bases fortes (les solutions salines), mais il est attaqué par les acides oxydants (les acides nitriques concentrés).

Il se gonfle dans les hydrocarbures aliphatiques et aromatiques et dans leurs dérivés halogénés, dans lesquels il se dissout à température élevée, ce qui explique sa grande perméabilité aux vapeurs de ces produits. Il est également peu perméable à la vapeur d'eau, à cause de son caractère hydrophobe (l'absorption d'eau est d'environ 0.01% et 0.5 % pour le PE contenant du noir de carbone) [27].

➤ Structure chimique et cristallinité :

La polymérisation de l'éthylène seul, selon un procédé à basse pression, conduit au polyéthylène homopolymère. La polymérisation de l'éthylène en présence d'une oléfine comonomère (propylène, butène, hexane, octane) produit un copolymère :



R étant $-(\text{CH}_2)_n\text{-CH}_3$ avec $n=0, 1, 3, 5$ selon que le Comonomère utilisé est du propylène, du butène, de l'hexane ou du l'octane.

Le nombre de branchement R dans le copolymère est proportionnel à la teneur en comonomère incorporé. Il faut signaler que, même en l'absence de tout Comonomère, le polyéthylène haute densité homopolymère peut contenir 1 à 2 branchements courts ($-\text{CH}_3$) pour milles atomes de carbone de la chaîne principale. Ces branchements correspondent à des accidents de polymérisation [28].

Tableau II.2. Perméabilité du PEHD [30]

Produits	Normes	Unités	Valeurs de la perméabilité
La vapeur d'eau H ₂ O	ASTM E 96-93	g.μm.m ⁻² d ⁻¹	145
Dioxyde de carbone CO ₂	ASTM D 1434-82	cm ³ .μm.m ⁻² . D ⁻¹ /bar	190000
L'oxygène O ₂			53000

Le polyéthylène haute densité est un polymère semi-cristallin. L'introduction de branchements courts dans la chaîne carbonée, favorisant l'encombrement stérique, abaisse la masse volumique du polyéthylène haute densité et sa cristallinité [29].

Le polyéthylène haute densité est d'autant plus cristallin que :

- Le nombre de branchements courts est plus faible ;
- La masse molaire est plus basse ;
- La vitesse de refroidissement est plus lente.

II.5. Corrosion

Le PE est inerte chimiquement. Il est imputrescible et ne se corrode pas. Un tube PE est insensible à une corrosion chimique ou électrique [27].

II.6. Permutation

De par leurs caractéristiques, les tubes PE présentent une bonne résistance à la permutation de la plupart des produits chimiques. Dans le cas de la présence dans le sol d'une forte pollution de composés aromatiques, un gainage du réseau est recommandé [27].

II.7. Utilisation industrielle

Le PEHD est utilisé sous différentes formes à savoir :

- Films, sacs et sachets : Sacs grande contenance, films agricoles, ...
- Tuyaux et tubes
- Câblerie : Câbles d'énergie ;

▪ Corps creux : jouets 8 ;

Récipients ménagers ou industriels : cuvettes, pots, bouteilles

Chapitre III

Revêtement de la pipe

Chapitre III : Revêtement de la pipe

III.1. Revêtement de la pipe

Les pipes sont recouvertes par du revêtement tri couche (époxy, adhésif, polyéthylènes haute densité.

-1^{ère} couche époxy poudre (FBE)

-2^{ème} couche : adhésif copolymère

-3^{ème} couche : polyéthylène extrudé (PEHD) par le passage d'une extrudeuse mono vis.

Ce revêtement offre une protection optimale, efficace et durable face aux contraintes évolutives de l'environnement :

- Faible résistivité des sols ;
- Variation des niveaux des nappes aquifères ;
- Pollution des sols (acidité, nitrates) [28].

III.1.1. Caractéristiques principales du revêtement

- Très grande inertie chimique ;
- Alliance des performances de l'époxy aux qualités du polyéthylène ;
- Excellente adhérence du revêtement sur le corps en acier (préparation de surface par grenailage - SA 2.5) ;
- Haute rigidité diélectrique ;
- Très grande stabilité dans le temps [29].

III.1.2. Application du revêtement extérieur

Le revêtement polyéthylène extrudé tri couche est conforme à la norme Européenne NF EN ISO 21809-1 Juin 2012. Le revêtement est constitué de deux couches d'accrochage et d'une couche de polyéthylène extrudé, appliquées sur l'acier après préparation de surface au degré de soin SA 2.5 (Norme ISO 8501.1 : 2007).

La première couche est constituée par l'application d'un époxy poudre destiné à optimiser la protection anticorrosion.

La deuxième couche est constituée par un copolymère destiné à assurer l'adhérence entre la 2^{ème} et la 3^{ème} couche.

La troisième couche est constituée par le revêtement polyéthylène à haute densité extrudé appliqué sur le tube préalablement enduit des couches 1 et 2 de façon à ce que le revêtement soit homogène et compact [30].

III.1.2.1. Epoxy

Le revêtement en époxy est constitué de deux composantes : une résine et un durcisseur, la résine est généralement de couleur verte, alors que le durcisseur est de couleur plus foncée. Ce type de revêtement est reconnu pour sa durabilité, sa solidité et sa résistance aux produits chimiques. Les résines époxy sont des oligomères réactifs dont le motif de base est un cycle oxirane [31].

Le polymère époxy diglycidyl éther de bisphénol A (DGEBA) est largement répandu. La DGEBA est obtenue par condensation du bisphénol A (C₁₅H₁₆O₂) en milieu alcalin avec l'épichlorohydrine (C₃H₅ClO) [32].

III.1.2.2. Adhésif

L'adhésif est un matériau qui permet de faire adhérer l'époxy et le polyéthylène à haute densité selon la nature des objets à assembler (notamment son aspect de surface : rugosité, porosité).

III.1.2.3. Polyéthylène haute densité

Le polyéthylène à haute densité est un polymère thermoplastique présenté sous forme de granulés. Le polyéthylène à haute densité s'impose dans diverses applications du fait de ses propriétés.

Les principales qualités du polyéthylène à haute densité : résilience même à basse température, résistance aux produits chimiques, faible sensibilité à l'eau, imperméabilité à la vapeur d'eau, excellentes propriétés électriques [32].

Le revêtement extérieur en polyéthylène en tri-couches. Il s'applique sur les :

- Canalisations enterrées ou posées en surface.
- Canalisations immergées en eau douce ou salée.

Le revêtement extérieur permet une grande inertie chimique, une excellente adhérence de revêtement sur le corps de l'acier.

Un apport au réseau d'une résistance fiable vis-à-vis des sols agressifs et des courants vagabonds.

Sur chaque tube est effectué un contrôle visuel, de non porosité électrique, d'adhérence et de résistance aux chocs.

Les essais de résistance à l'arrachement et à la pénétration sous charge par point connus sont effectués sur chaque tube.

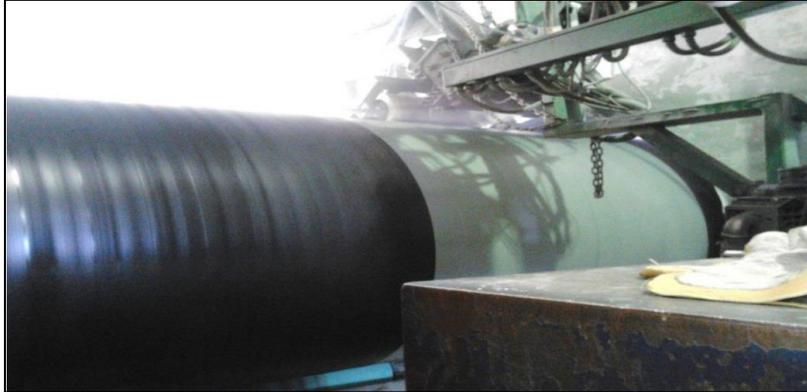


Figure III.1. Revêtement extérieur en tri couche

Chapitre IV

Matériels et méthode de contrôle de qualité du revêtement

Chapitre IV : Matériel et méthodes de contrôle de qualité du revêtement extérieur

IV.1. Contrôle de qualité du revêtement

Le contrôle de la qualité du revêtement permet de savoir si les produits vendus par l'entreprise sont conformes aux spécifications de vente. Ce contrôle est effectué par un contrôleur qualité. Ce dernier peut contrôler :

- Les composants d'un produit ou la matière première dès la réception ;
- La production en cours de réalisation ;
- Les produits finis.

A la suite du contrôle, le contrôleur qualité va rédiger un rapport sur le déroulement du contrôle et les mesures à prendre pour améliorer la production et réduire les cas de non-conformité [33].

IV.2. Essais de contrôle de qualité du revêtement extérieure

IV.2.1. Essai d'immersion dans l'eau chaude selon la norme ISO 21809

L'essai doit consister en une immersion dans l'eau chaude pour évaluer la résistance du revêtement.

Le matériel utilisé est constitué de :

- Un four ou un bain chauffant, dont la température peut être contrôlée à $80\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$;
- De la verrerie, de taille appropriée pour recevoir les échantillons, avec un couvercle en verre/plastique pour minimiser l'évaporation ;
- Un couteau ;
- Eprouvettes [33].

IV.2.1.1. Déroulement de l'essai

- Les échantillons doivent être découpés à froid sous forme d'éléments de 150 mm x 100 mm, avec le petit côté dans la direction perpendiculaire à l'axe du tube.
- Trois échantillons doivent être préparés à partir de l'échantillon de tube, pour chaque essai.

- Les éprouvettes doivent être placées dans un récipient en verre, remplie d'eau distillée préalablement chauffée à 80°C.
- S'assurer que les éprouvettes sont recouvertes par une hauteur d'au moins 50 mm d'eau.
- Maintenir l'eau et les éprouvettes à 80 °C pendant 48 heures.
- Après la période de conditionnement, les échantillons doivent être retirés du bain, séchés au moyen de papier ou d'un linge.
- Les échantillons doivent être examinés après avoir été refroidis à la température ambiante.
- Les échantillons doivent être soumis à un examen visuel pour évaluer la perte d'adhérence à l'interface revêtement/substrat sur les quatre faces. Ne pas tenir compte de tout décollement de revêtement de 5 mm sur chaque face au niveau des coins de l'échantillon [33].

IV.2.2. Essai de décollement cathodique

IV.2.2.1. Équipement de l'essai :

- Une source électrique en courant continu. Redressé, avec une sortie à tension contrôlée
- Une plaque chauffante, avec un récipient en acier, contenant du sable ou de la grenaille d'acier dont la température est maintenue à 3°C ou un four dont la température est maintenue à 3 °C ;
- Une électrode de référence au calomel ;
- Un fil électrode, en platine, de 0,8 mm à 1 mm ;
- Un cylindre en plastique, de diamètre intérieur 75 mm \pm 3 mm ;
- Une solution de chlorure de sodium à 3 % dans l'eau distillée ;
- Un couteau ;



Figure IV.1. Appareillage d'essai de décollement cathodique (photo originale) [33]

- Deux forets, de 6 mm et de 4 mm ;
- Support de fixation du cylindre sur l'éprouvette avec son joint d'étanchéité entre le cylindre et l'éprouvette.



Figure IV.2. Support de fixation du cylindre sur l'éprouvette

IV.2.2.2. Caractéristiques mesurables

La mesure de caractéristiques suivantes est prévue par le présent mode opératoire.

Tableau IV.1. Caractéristique mesurable de l'essai de décollement cathodique :

Caractéristique	Symbole	Dispositifs nécessaires
Tension (V)	E	Pt
Température (°C)	T°	TM
Rayon décollé (mm)	R _d	PC
PC : Pied à coulisse Pt : Potentiostat TM : Thermomètre		

Prise en charge des éprouvettes

Les éprouvettes prélevées dans des anneaux d'essai doivent être approximativement de 100 mm x 100 mm x l'épaisseur du tube.



Figure IV.3. Eprouvette d'essai

IV.2.2.3. Principe

- Les éprouvettes prélevées dans les tubes dont l'absence de porosités a été confirmée au moyen d'un détecteur de porosités pour assurer la continuité du revêtement ;
- Un défaut de diamètre 6 mm doit être percé au travers du revêtement au centre de l'éprouvette pour exposer le substrat en acier ;

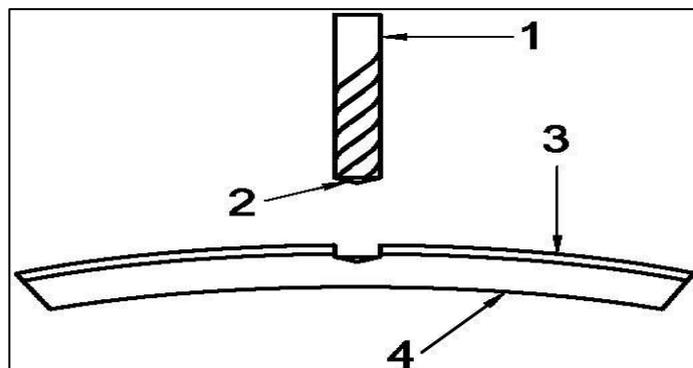


Figure IV.4. Perçage du défaut artificiel

- | | | | |
|----|----------------------------------|----|------------|
| 1. | Foret conique $\varnothing 6$ mm | 3. | Revêtement |
| 2. | Extrémité conique | 4. | Acier |

- Le cylindre en plastique doit être centré sur le défaut et un produit d'étanchéité doit être appliqué pour constituer un joint étanche à l'eau ;
- Le cylindre doit être rempli à une hauteur d'au moins 70 mm avec la solution de chlorure de sodium ;
- Préchauffer l'ensemble (éprouvette + solution) à la température d'essai ;
- Le niveau de la solution doit être marqué sur le cylindre ;

- L'électrode doit être insérée dans la solution et branchée à la borne positive de la source électrique du courant contenue ;
- La borne négative de la source électrique du courant contenue. Doit être connectée à une zone dénudée de l'éprouvette [33] ;
- La tension (négative par rapport à l'électrode de référence au calomel) doit être appliquée à l'éprouvette, maintenue constante dans les conditions d'essai suivantes :
3,5 V, $65\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$, pendant 24h

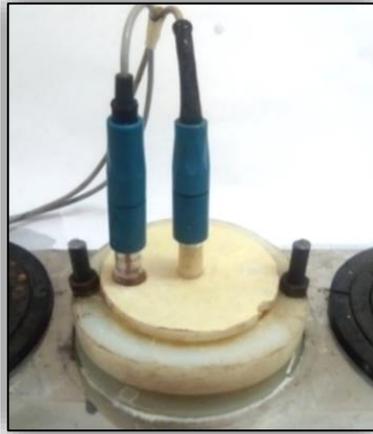


Figure IV.5 Insertion d'éprouvette dans le bain et les électrodes dans le cylindre

A la fin de l'essai, la cellule d'essai doit être démontée, l'éprouvette refroidie à l'air

À $20\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$ et les caractéristiques de décollement cathodique de l'éprouvette évaluées en au plus 1 h après retrait du milieu d'essai.

- Au moyen du couteau, 06 incisions radiales doivent être faites au travers du revêtement jusqu'au substrat. De telles incisions doivent s'étendre d'au moins 20 mm à partir du centre du défaut ;
- La pointe de la lame du couteau doit être insérée sous le revêtement au niveau du défaut. En Procédant à une action de levier, peler le revêtement. Continuer jusqu'à ce que le revêtement montre une ferme résistance à l'action de levier [33] ;
- La longueur sur laquelle il y a perte d'adhérence doit être mesurée à partir du bord du défaut le long de chaque incision radiale et la moyenne de ces valeurs mesurées doit être calculée [33].

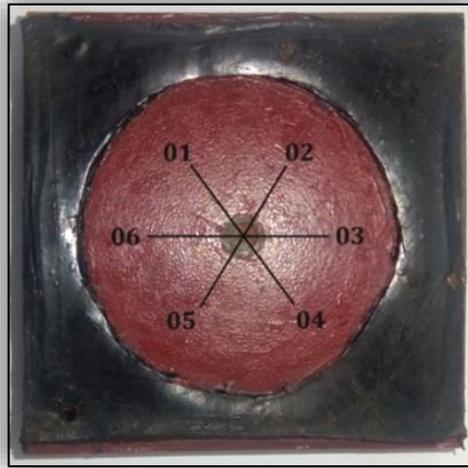


Figure IV.6. Incisions radiales [33]

IV.2.3. Indice de fluidité à chaud de la matière (IF) [34]

L'équipement doit consister en :

- Un microordinateur ;
- Un appareil d'indice de fluidité ;
- Une balance de précision ;
- Piston d'essai ;
- Filière ;
- Poids de base ;
- Piston pour pression d'échantillon dans le cylindre et nettoyage de cylindre.



Figure IV.7. Appareil d'indice de fluidité
(Extrusion plastomère Flow) ISO 113

La personne en charge de l'essai prend en charge les échantillons du projet après le revêtement extérieur des tubes désignés pour le teste.

❖ **PEHD utilisés**

• **PEHD BRUT** : Un échantillon représentatif de polyéthylène brut (granules) doit être prélevé directement à partir de sac de stockage.



Figure IV.8. Echantillon de PEHD BRUT [33].

• **PEHD EXTRUDE** : Les échantillons doivent être découpés dans un tube ou sur des bandes de polyéthylène que l'on a retirées de la surface du tube.



Figure IV.9. Coupons de PEHD extrudé

IV.2.3.1. Principe

- Allumer l'appareil (MFOV) et la balance ;
- Allumer le microordinateur et ouvrir le programme Tester III ;
- Insérez la filière à l'intérieur de cylindre de l'appareil ;
- Chauffer l'appareil à la température de l'essai (190°C) ;



Figure IV.10. Insertion de filière

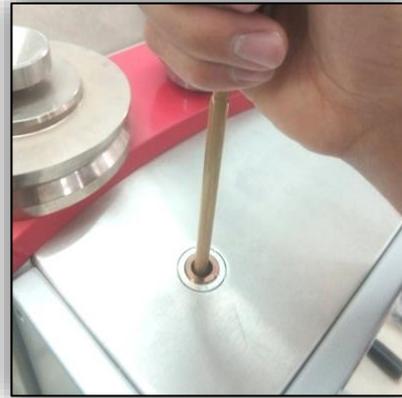


Figure IV.11. Poussez vers le bas

- Peser un échantillon de 3 à 8g de PE brut ou PE Extrudé ;
- Placer l'entonnoir au sommet du cylindre de l'appareil (MFLOW) ;
- Verser l'échantillon dans l'entonnoir pour remplir le cylindre de l'appareil ;
- Remplir et presser l'échantillon dans le cylindre en trois à quatre quantité pour éliminer l'air ;
- Placer le piston d'essai dans le cylindre de l'appareil



Figure IV.12. Remplir le cylindre et presser l'échantillon

❖ Phase de préchauffe

Le temps en minute de préchauffe commence pour le début de l'essai (pour notre produit le temps de préchauffe est "5 minutes = 300 s") [33].

Lorsque l'indice de fluidité est faible, on déduit que la viscosité et la masse molaire du polymère sont élevées [34].

❖ Phase de mesure

Après la phase de préchauffe (5min), le poids d'essai sera immédiatement appliqué au démarrage de l'essai :

- L'appareil signalé pour appliquer à nouveau le poids d'essai ;
- Laissez l'expérience marcher ;
- La filière évacue la matière ramollie dans le canal d'essai grâce au piston de l'essai ;
- L'appareil coupée automatique trois fois l'écheveau extrudé avec temps de 60s entre les coupes pour obtient trois coupons ;
- Ecarter le poids d'essai après la troisième coupe. (L'appareil signalé).



Figure V.2. Fenêtre de l'essai en marche



Figure V.3. les 3 coupons de l'essai

IV.2.4. Calorimétrie différentielle (DSC)

La calorimétrie différentielle à balayage (DSC) est une technique d'analyse et de quantification des phénomènes thermiques. Son principe de fonctionnement consiste à mesurer la variation de la différence de flux de chaleur échangé entre un échantillon à analyser et une référence. Le calorimètre consiste à mesurer le flux de chaleur nécessaire au maintien du matériau à la même température que celle de l'échantillon de référence.

L'enregistrement d'un signal proportionnel à la différence de flux de chaleur entre ces deux éléments permet de déterminer l'enthalpie de fusion [34].



Figure IV.13. Calorimétrie différentielle

IV.2.4.1. Caractéristiques mesurables

La mesure de caractéristiques suivantes est prévue par le présent mode opératoire, elles nécessitent les dispositifs répertoriés, ci-dessous [33].

Tableau IV.1. Caractéristiques mesurables de l'essai Calorimétrie différentielle :

Caractéristique	Symbole	Dispositifs nécessaires
Température de transition vitreuse (°C)	Tg	DSC
Enthalpie (J/g)	ΔH	DSC
Poids (mg)	M	Balance
DSC : calorimètre différentiel à balayage		

❖ Prise en charge des échantillons :

• Poudre époxy

Un échantillon représentatif de poudre époxy doit être prélevé directement à partir de l'enceinte de stockage.



Figure IV.14. Echantillon d'époxy poudre

• Film polymérisé

Un échantillon représentatif de film polymérisé doit être prélevé directement à partir du tube monocouche par pelage.



Figure IV.15. Echantillon de filme polymérisé après broyage

- Peser 10 mg \pm 3 mg avec une exactitude de 0,1 mg. Le creuser est hermétiquement fermé avec le couvercle.
- Déterminer la masse finale après fermeture.
- Placer l'échantillon et l'échantillon de référence dans la cellule DSC et purger à sec.

Etant donné que l'essai d'analyse thermique d'époxy poudre et film polymérisé est réalisé par une DSC assistée par l'ordinateur, une série de paramètres sont déjà prédéfinis.

IV.2.4.2. Principe

A- Mesure pour la poudre époxy

On doit utiliser la calorimétrie différentielle par balayage (DSC). Un échantillon poudre vierge de l'époxy doit être prélevé pour effectuer l'essai.

- Peser 12.6 mg de poudre époxy, Le récipient est hermétiquement fermé avec le Couvercle ;
- Placer l'échantillon et l'échantillon de référence dans la cellule du DSC (machine DSC 822^e) et purger avec de l'azote sec et maintenir la vitesse de chauffage 20°C/mn ;
- Plage de l'essai : 30°C à 240°C ;
- Réaliser les cycles de chauffages suivants, en commençant par le cycle (a) comme opération de conditionnement seulement pour la poudre époxy :

Cycle (a) Chauffer l'échantillon de 25 °C \pm 5 °C à 70 °C \pm 5 °C à une vitesse de 20 °C/min et maintenir pendant 1,5 min, puis refroidir l'échantillon à 25 °C \pm 5 °C.

Cycle (b) Chauffer l'échantillon de 25 °C \pm 5 °C à 275 °C \pm 5 °C à une vitesse de 20 °C/min, puis refroidir l'échantillon à 25 °C \pm 5 °C. Attendre 3 min à 25 °C \pm 5 °C.

Cycle (c) Chauffer l'échantillon de 25 °C \pm 5 °C à Tg + 40 °C (typiquement 150 °C) à une vitesse de 20 °C/min, puis refroidir l'échantillon à 25 °C \pm 5.

Évaluation des résultats

- Température de transition vitreuse (T_g), T_g est calculée au point d'inflexion (Figure 16) ;
- En évaluant le cycle (b), le T_g de la poudre non polymérisée est obtenu = T_{g1} ;
- En évaluant le cycle (c), le T_g de la poudre polymérisée est obtenu = T_{g2} ;

Chaleur de réaction de l'époxy

La chaleur exothermique de réaction (ΔH) est obtenue par intégration du pic exothermique du balayage DSC.

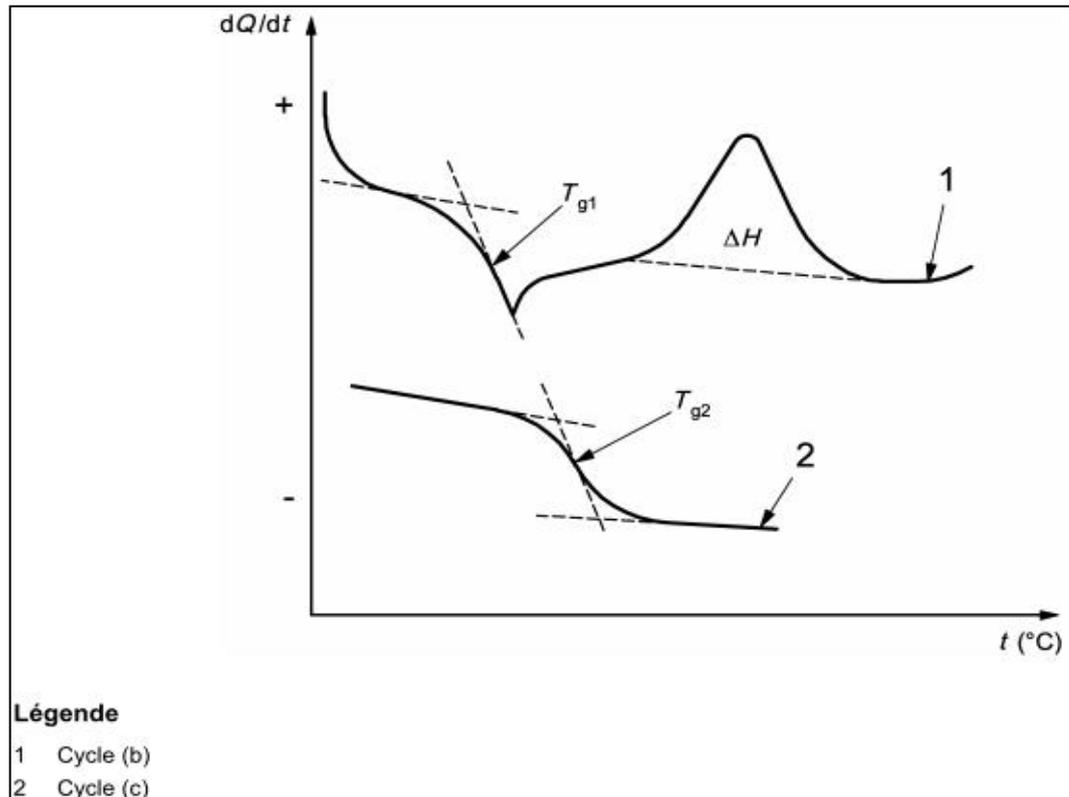


Figure IV.16. Exemples de balayage thermique sur la poudre époxy [34]

B- Mesure pour le film polymérisé

Cycle (b) Chauffer l'échantillon de $25\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ à $275\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ à une vitesse de 20 °C/min , puis refroidir l'échantillon à $25\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$. Attendre 3 min à $25\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$.

Cycle (c) Chauffer l'échantillon de $25\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ à $T_g + 40\text{ °C}$ (typiquement 150 °C) à une vitesse de 20 °C/min , puis refroidir l'échantillon à $25\text{ °C} \pm 5$.

- Évaluation des résultats

- Température de transition vitreuse (T_g), T_g est calculée au point d'inflexion (Figure 17).
- En évaluant le cycle (b), le T_g de film polymérisée est obtenu T_{g3} .
- En évaluant le cycle (c), le T_g de film polymérisée est obtenu T_{g4} .
- Déterminer le degré de Polymérisation de film polymérisé $\Delta T_g = T_{g4} - T_{g3}$.

- Chaleur de réaction de film polymérisé

La chaleur exothermique de réaction (ΔH_1) doit être obtenue par intégration du pic exothermique du cycle (b) du balayage DSC du film polymérisé.

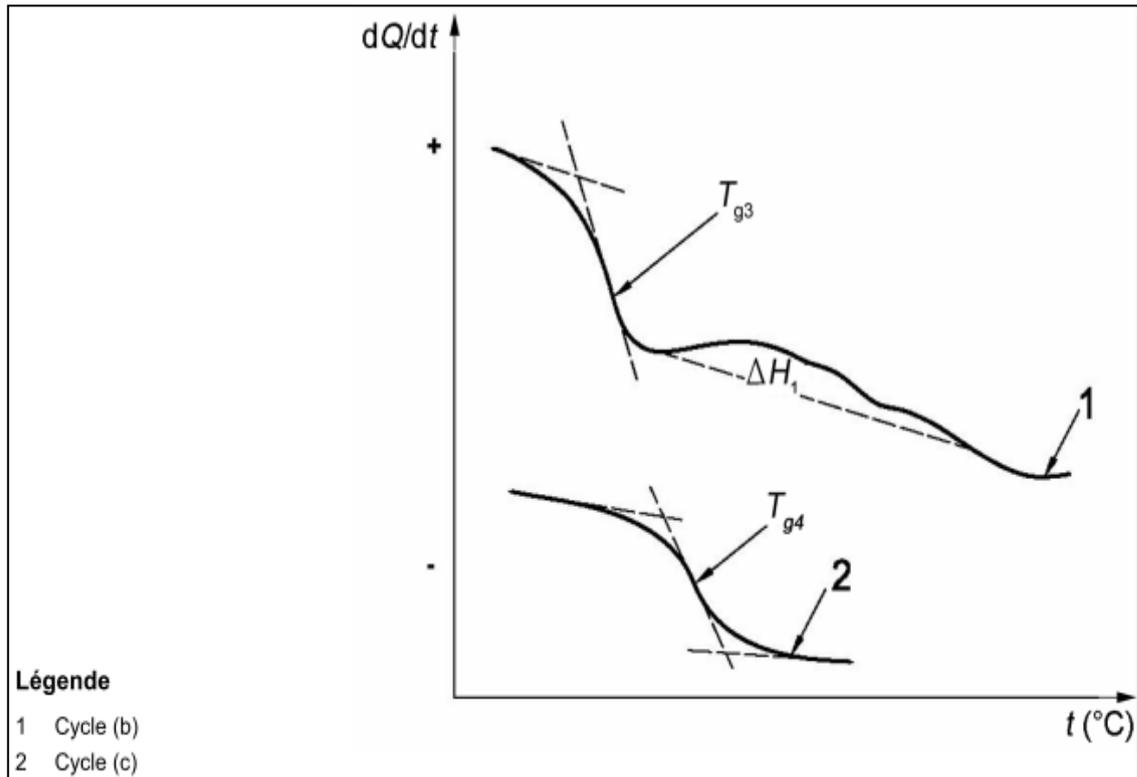


Figure IV.17. -Exemples de balayage thermique sur le film polymérisé

C- Chaleur résiduelle de réaction du revêtement polymérisé

Dans un film de revêtement complètement polymérisé, il convient d'observer aucune chaleur résiduelle de réaction.

Le degré de conversion peut être calculé par :

$$C = \frac{\Delta H - \Delta H_1}{\Delta H \times 100}$$

C est le degré de conversion (%) ;

ΔH est la chaleur exothermique de réaction de la poudre ; cycle (b) ;

ΔH_1 est la chaleur exothermique de réaction du film de revêtement ; cycle (b)

IV.2.5. *Essai de traction*

L'essai de traction est l'essai mécanique le plus fréquemment utilisé et mesure l'allongement ΔL , correspondant à une force F appliquée.

Nos machines d'essai de traction sont des machines universelles de marque ZWICK/ROELL d'une capacité de 2.5 KN sont équipé d'un dispositif de protection et de serrage facile à manier qui permet un montage rapide et sans problème de l'éprouvette, des capteurs de force et déplacement, extensomètre.

IV.2.5.1. Prise en charge des éprouvettes

La personne en charge de l'essai prend en charge les échantillons du projet après le revêtement extérieur des tubes désignés pour le teste [33].

❖ **Préparation des échantillons :** Les échantillons doivent être découpés dans le tube ou sur les bandes de polyéthylène que nous avons retirées de la surface du tube.

- Préparation des éprouvettes de traction type H



Figure IV.18. Éprouvettes de traction



Figure IV.19. Découpage des éprouvettes de traction

Chapitre V

Résultats des essais de Contrôle de qualité du revêtement

Chapitre V : Résultats des essais de contrôle de qualité du revêtement extérieur

V.1. Essai d'immersion dans l'eau chaude du revêtement extérieur

Selon la norme ISO 21 809-1 :2011, les conditions de l'essai sont les suivantes :

- Température de l'essai : 80°C
- Dimensions de l'éprouvette : 150 mm*100mm
- Durée de l'essai : 48 heures
- Les profondeurs de la perte d'adhérence : Moyenne ≤ 2 mm et maximum ≤ 3 mm.

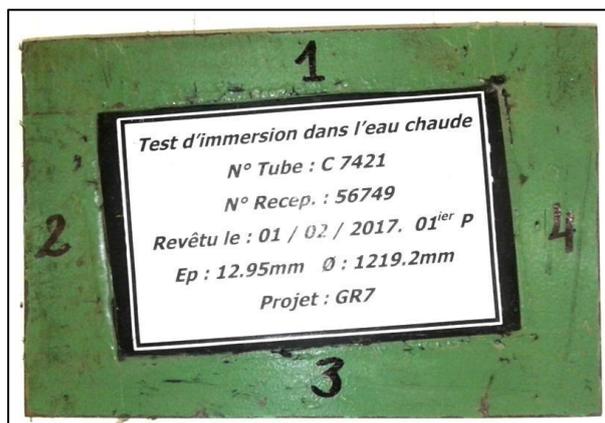


Figure V.1. Éprouvette de l'essai d'immersion dans l'eau chaude

Tableau V.1. Résultats d'essai d'immersion dans l'eau chaude :

Les faces		01	02	03	04	Résultats
Les profondeurs de décollement en (mm)	N°1	1.5	2.0	1.5	1.5	Les résultats sont acceptables et conformes aux normes
	N°2	1.0	2.0	0.5	1.0	
	N°3	1.0	1.5	0.5	1.5	
	N°4	0.5	1.5	1.0	1.0	
	Moyenne	1.0	1.75	0.87	1.25	

V.2. Essai de décollement cathodique du revêtement extérieur

Selon la norme ISO 21 809-1 :2011, les conditions de l'essai sont :

- Tension de l'essai : -3.5 Volt
- Concentration de la solution aqueuse (Na Cl) : 3%
- Température de l'essai : 62.3°C min /64.9°C max
- Diamètre du trou Ø : 6.0 mm
- Durée de l'essai : 24 heures
- Caractéristiques appliquées à 65 °C/ 24 h ; - 3,5 V : Rayon décolle ≤ 7 mm
- Nombre d'échantillons : 3
- Date :15/05/2022

Eich 1 :

- Température : : 62.3°C min /65°C max
- Tension de l'essai : -3.5 Volt

Eich 2 :

- Température : : 62.7°C min /64.9°C max
- Tension de l'essai : -3.5 Volt

Eich 3 :

- Température : : 62.3°C min /65.1°C max
- Tension de l'essai : -3.5 Volt

Tableau V.2 : Résultats d'essais de décollement cathodique :

Echantillon	Défaut (mm)	Mesures des rayons décollés (mm)						M O Y	
		1	2	3	4	5	6		
Eich 1	6.0	0.00	0.0.0	0.00	0.00	0.00	0.50	0.08	Conforme
Eich 2	6.0	0.99	1.27	1.69	1.80	0.74	0.39	1.15	Conforme
Eich 3	6.0	0.57	0.56	1.27	1.37	1.50	1.45	1.12	Conforme

V.3. Indice de fluidité à chaud de la matière(IF)

Selon la norme ISO 1133, les conditions sont les suivantes :

- Quantité : 4,6g
- Temps de préchauffe :300s
- Température de déroulement de l'essai : 190°C
- Poids :2.16 kg
- L'unité : g/10 min
- L'intervalle de tolérance : 0.35 – 0.45
- Nombre de section :3
- Course / temps :60s

Tableau V.3 : Résultats d'essais d'indice de fluidité de la matière (IF) MFLOW :

Nombres d'essai	N° de section	Poids des sections	MFR G/10min	MFR moye g/10min	
1 PE brut	1	0.0375	0.375	0.376	Les résultats sont acceptables
	2	0.0377	0.377		
	3	0.0378	0.378		
2 PE extrudé	1	0.0380	0.380	0.38	
	2	0.0381	0.381		
	3	0.0379	0.379		

Les résultats de la valeur de MFR moye est dans l'intervalle 0.35-0.45 selon l'exigence de la Norme ISO 1133.

V.3.1.1. Détermination de Δ MFR (La dégradation de PE)

Doit être calculée en utilisant les résultats précédents par cette relation mathématique ;

MFR moye : Indice de fluidité à chaud.

Δ MFR : Dégradation de PE en cour de processus.

$$\Delta MFR = \frac{MFR_{moy}(PE \text{ extrudé}) - MFR_{moy}(PE \text{ brut})}{MFR_{moy}(PE \text{ brut})} \times 100\%$$

$$\Delta MFR = \frac{0.38 - 0.376}{0.376} \times 100\%$$

$$\Delta MFR = 1.01\%$$

V.4. Calorimétrie différentielle (DSC)

L'analyse thermique doit être utilisée pour caractériser l'époxy non polymérisé (poudre, liquide mono composant ou liquide bi-composant) et le film polymérisé de revêtement.

V.4.1. Résultats Pour la poudre d'époxy

Après l'analyse thermique des échantillons d'époxy poudre on obtient les courbes :

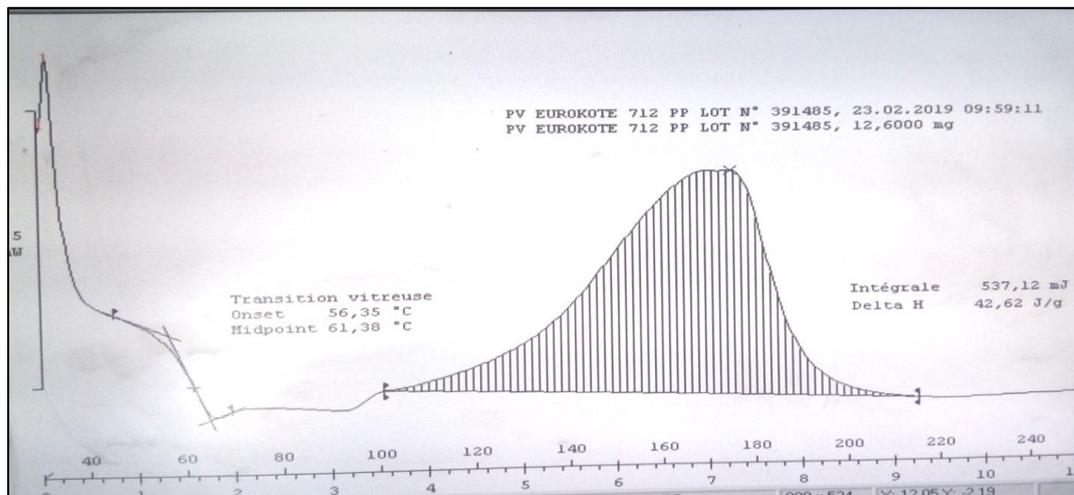


Figure V.4. Courbe d'analyse thermique d'époxy poudre (cycle b)

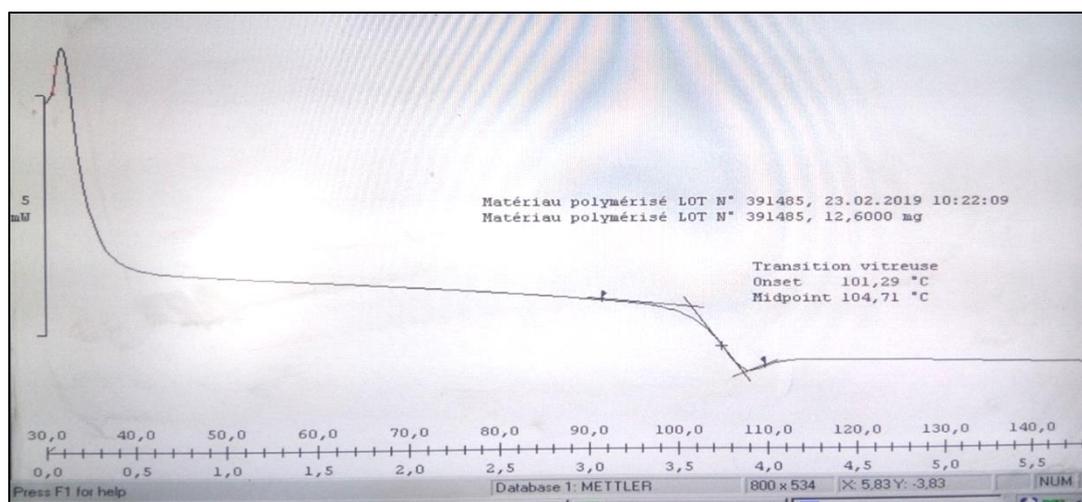


Figure V.5. Courbe d'analyse thermique d'époxy poudre (cycle c)

La chaleur exothermique de réaction (ΔH) est obtenue par intégration du pic exothermique du balayage DSC.

Les changements de phase observés dans un diagramme sont des processus endothermiques ou exothermiques, c'est à dire qu'ils produisent respectivement une absorption ou un dégagement de chaleur. Dans le cas de polymères cristallins ou semi-cristallins.

Cette technique permet de déterminer la chaleur de fusion ΔH_f endothermique (aire sous le pic dans la figure V.5 et la température de fusion T_f (position du sommet du pic. La température de fusion permet d'estimer la taille des cristaux et la masse molaire du matériau. Ainsi, une température de fusion élevée implique généralement de gros cristaux issus d'une masse molaire élevée et d'un degré d'enchevêtrement faible. Le taux de cristallinité (X_c)

correspond au rapport entre l'enthalpie de fusion du polymère (ΔH_f) et celle de ce même polymère considéré comme 100 % cristallin.

❖ **Détermination de ΔH (La chaleur exothermique de réaction) par DSC pour le PEHD (cycle b) :**

La cristallinité du PEHD a été déterminée à partir de l'équation : $X_c = (\Delta H / \Delta H^\circ) \times 100\%$ Avec ΔH l'enthalpie de fusion du PEHD et ΔH° est l'enthalpie de fusion du PEHD de cristallinité 100% ($\Delta H^\circ = 290 \text{ J/g}$).

Tg1(PV) = 61.38°C (cycle b)

Tg2(PV) = 104.71°C (cycle c)

Intégrale de quantité de chaleur est 569.03mj=I(PV)

Masse de poudre époxy = 12.6mg

Tg : Température de transition vitreuse

$$\Delta H = \frac{I}{Masse}$$

$$\Delta H = \frac{569.03}{12.6}$$

$$\Delta H = 45.165 \text{ J/g}$$

Donc cristallinité du PEHD est :

$$X_c = \frac{\Delta H}{\Delta H^\circ} = \frac{45.165}{290} = 0.15 \times 100 = 15\%$$

Pour certains époxy, des cycles de chauffage différents peuvent être nécessaires conformément aux instructions du fabricant d'époxy.

V.4.2. Résultats Pour le filme polymérisé

Après l'analyse thermique des échantillons d'époxy poudre ont obtenir les courbes :

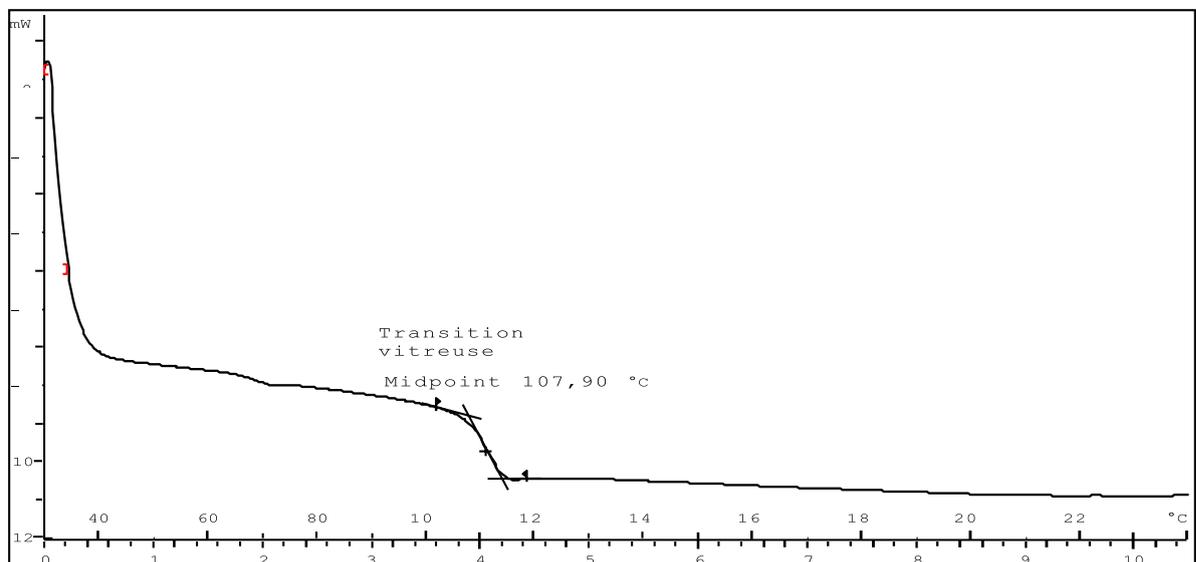
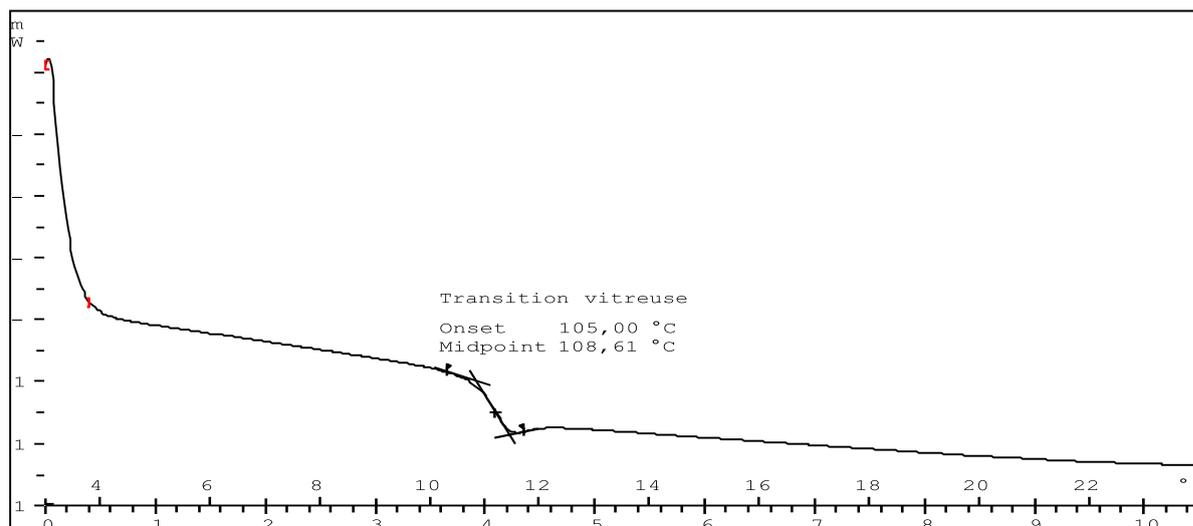


Figure V.6. Courbe balayage thermique sur le film polymérisé (cycle d)**Figure V.7.** Courbe balayage thermique sur le film polymérisé (cycle e)**Remarque :**

- Notez la perte de chaleur au milieu du travail de film polymérisé dans le (cycle d)

V.4.2.1. Déterminer le degré de Polymérisation de filme polymérisé ΔTg :

Tg : Température de transition vitreuse.

Tg doit être calculé d'après la courbe de la même façon pour le cycle (d) et le cycle (e) de la Tg_3 et Tg du cycle (d).

Tg_4 et Tg du cycle (e).

Pour les revêtements, déterminer le changement de la valeur de Tg au moyen des formules suivantes :

$$\Delta Tg = Tg_4 - Tg_3$$

ΔTg est le changement de la valeur de Tg (°C).

$$\Delta Tg (PV) = Tg_4 - Tg_3 = 108,61 - 107,90 = 0,71 \text{ °C}$$

Remarque : $\Delta Tg (PV)$ est inclus dans la tolérance du ΔTg donné par le fabricant.

V.5. Essai de traction

L'essai consiste à soumettre une éprouvette à un effort de traction suivant son axe, généralement jusqu'à la rupture en vue de déterminer une ou plusieurs caractéristiques mécaniques :

- Pré charge : 1N
- La vitesse d'essai est 100 mm/min.
- La vitesse du module de traction est 1mm/min.
- L0 (course standard) : 25mm

Conformément à la norme du produit polyéthylène à haute densité.

On démarre l'essai avec l'enregistrement des données efforts/allongement, L'essai est effectué avec 5 éprouvettes :

- **F** : les forces s'exprime en Newton
- ΔL : L'allongement de l'éprouvette
- **L0** : est la longueur initiale
- ϵ : la déformation
- Δ : contrainte à la rupture ;
- σM : contrainte à la rupture maximale
- ϵM : la déformation maximale

Tableau V.4. Résultats d'essai Les résultats sont acceptables et conformes aux normes :

Date : 10/05/2022								
Nombres D'essai	H(mm)	B(mm)	$\sigma_x(N/m^2)$	$\sigma_b(N/m^2)$	$\sigma_M(N/m^2)$	ϵ_{tb} (%)	ϵ_M (%)	$S_0(m^2)$
01	2.38	5.08	17.05	20.0	21.1	600	570	12.09
02	2.6	5.03	15.4	19.5	19.6	620	570	13.08
03	2.65	5.07	18.6	24.2	24.7	680	650	13.43
04	2.95	4.99	15.7	20.9	21.7	670	630	14.72
05	2.92	4.97	15.2	18.1	18.6	590	560	14.51

Donc :

Nous choisissons la valeur de déformation T_b le plus petite

$\epsilon_{tb} (\%) = 590$

Remarque :

$\epsilon_{tb} (\%) \geq 550$ Standard

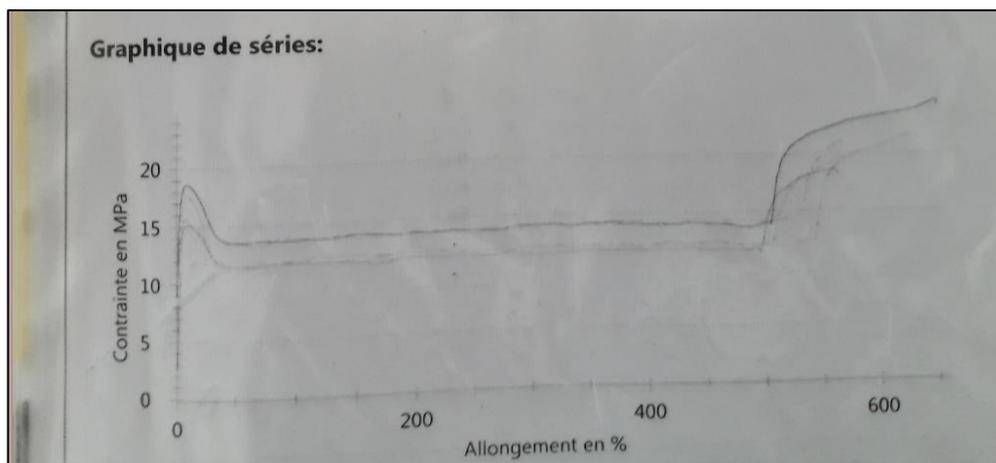


Figure V.8. La courbe d'essai de traction

Conclusion

Conclusion générale

Le polymère possède des caractéristiques mécaniques, qui font de lui le matériau exemplaire pour la protection de l'acier contre la corrosion et les agressions extérieurs. L'assemblage de l'acier par le polymère permet de garder ses caractéristiques mécaniques et prolongera durée de vie des pipes de pétrole et des gaz et les protège de la corrosion et des agressions extérieures.

D'après les résultats des essais obtenus, le système de revêtement tri couche appliqué bénéficie ainsi de très bonnes qualités d'adhérence, d'excellentes propriétés barrières, d'une faible sensibilité au décollement cathodique et de très bonnes propriétés mécaniques. En outre, ces résultats sont conformes aux normes et spécifications exigées par les clients.

Afin de réduire le problème de corrosion de pipeline de gaz et de pétrole, les chercheurs ont trouvé un ensemble de méthodes permettant de détecter précocement la corrosion. Parmi les méthodes de détection, on envoie dans la canalisation un outil intelligent qui permet de recueillir les données et informations nécessaires qui permettent de connaître l'état interne et externe du tube.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

- [1] Revue de production d'ALFAPIPE.
- [2] Gottfried W. Ehvenstein, Fabienne Montagne, Matériaux polymères, Structure, propriétés et application, Hermès, Paris 2000.
- [3] Marc Carrega, les polymères de la molécule à l'objet, EDP, Grenoble 1999.
- [4] Hans-Henning Kausch, Nicole Heymans, Christopher John Plummer et Pierre Decroly, Matériaux polymères : Propriétés mécaniques et physiques. Principe de mise en œuvre, Lausanne 2001.
- [5] E. Bardal; corrosion and protection; Springer (2004).
- [6] B. Normad, B. Balland ; prévention et lutte contre la corrosion une approche scientifique et technique ; presses polytechniques. (2004).
- [7] H. H. Uhlig; Corrosion and Corrosion Control; Wiley, New York. (1971).
- [8] A. Chekkat ; « Etude de l'efficacité inhibitrice de la corrosion sur l'acier, le cuivre, et l'aluminium dans un milieu aqueux par (2- Benzylamino éthanol) » ; Thèse de magister. Ecole militaire polytechnique, Alger (2006).
- [9] Optimisation de la tête d'extrusion pour la fabrication de pièces thermoplastique par NADHIR LEBAAL Institut National Polytechnique de Lorraine - INPL, 2007.
- [10] Jacky Aubry. Technologie, Les matériaux.
- [11] Hans-Henning Kausch et al ; Matériaux polymères ; Propriétés mécaniques et physiques ; 2001.
- [12] Patrick Combette ; Isabelle Ernoult ; Physique des polymères ; Volume 1. 2005.
- [13] Michel Fontanille ; Yves Granou ; Chimie et physico-chimie des polymères 2e et 3e cycles ; 2002.
- [14] J. Dorlot ; J. Massounave et al, Des matériaux ; 1995.
- [15] J. Martin et al ; Traité des matériaux Tome 14 ; 2001.
- [16] Meriem BOUTERFA, thèse de Magister « Etude de la détermination du paramètre D'interaction entre deux polymères par voie Mécanique "effet du comptabilisant sur ce Paramètre », option : Génie de Polymères, Université Ferhat Abbas Sétif, 2011.
- [17] [http : // www.orgapolym.com / PDF /Cahier 6 / 2 –Structures macromoléculaires.](http://www.orgapolym.com/PDF/Cahier%206%20-%20Structures%20macromoléculaires.pdf)
- [18] Michel frontanille, Yves Gnanou, _chimie et physico chimie des polymères”, 2eme et 3eme
- [19] Asma BENACHOUR, L'influence des paramètres opératoires sur les propriétés du

PEHD et les performances du réacteur de polymérisation, mémoire de Master 1 Génie des Procédés. 1 Avril 2015- 3 juin 2015, page « 7

[20] JacqueBeson ; Anne-Françoise ; Gourgues-Lorenzon ; Matériaux pour l'ingénieur ; 2006.

[21] Makdour Mohamed ; Polymères, Synthèse Macromoléculaire ; Tome 1 ; Office des publications universitaires O.P.U. Alger. 1982.

[22] Technique d'ingénieur chapitre de polyéthylène à haute densité MartinRobstein ; Chantal Soerensen ; Chimie Avancée ; 2011.

[23] B. Stanislas, Mémoire de fin d'études ; « Etude du dimensionnement optimal d'un système de protection cathodique, alimenté par énergie solaire », Université de Boumerdès (2010).

[24] D. Landolt, « Corrosion et chimie des surfaces des métaux » Presses Polytechniques et Universitaires Romandes (2003).

[25] N. Koura, J. Appl. Phys. 34 (1995) 1643-1647

[26] S. B. Abolmaali, J.B. Talbot, J. Electrochemical. Soc. 140 (1993) 443-445.

[27] Meriem BOUTERFA, thèse de Magister « Etude de la détermination du paramètre D'interaction entre deux polymères par voie Mécanique "effet du comptabilisant sur ce Paramètre », option : Génie de Polymères, Université Ferhat Abbas Sétif, 2011

[28] Coombs J., Fundamentals of corrosion mechanisms, Chevron corporation, New York 1999.

[29] Corrosion et prévention, Institue algérien du pétrole-corporate université, Algérie, 2006.

[30] Einar B., Corrosion and protection, Norway, 2003

[31] Jacques L., Protection contre la corrosion, Techniques de l'ingénieur, France, 1990.

[32] Radhia Y., Synthèse de nouveaux composés de l'acide phosphonique et mise en évidence de leur acidité affinité de chélation et de leurs propriétés inhibitrices de corrosion, Mémoire de Magister, Université de Setif (Algérie), 2012.

[33] Documentation ALFA PIPE GHARDAIA

[34] Documentation technique de l'unité ALFAPIPE (Ex : TUS, EN Si)