

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Ferhat Abbas Sétif-1

Faculté de Technologie

Département de Génie des Procédés

## **Thèse**

Présentée par :

**Melle TALHI FATIMA ZOHRA**

**Pour l'obtention du Diplôme de:**

**DOCTORAT EN SCIENCES**

Option : Génie des Polymères

## **THEME**

***Etude de la fiabilité des assemblages des tubes en PE  
utilisés pour la distribution du gaz***

Soutenue le : 30/09/2017

Devant le jury :

Pr. DJAFER BENACHOUR	Université Ferhat ABBAS, Sétif-1	Président
Pr. MOHAMED TAHAR BENANIBA	Université Ferhat ABBAS, Sétif-1	Rapporteur
Pr. NAIMA BELHANECHÉ-BENSEMRA	ENP, Alger	Co-Rapporteur
Pr. FAROUK REZGUI	Université A. Mira, Béjaïa	Examineur
Pr. HOCINE DJIDJELLI	Université A. Mira, Béjaïa	Examineur
Pr. NACERDDINE HADDAOUI	Université Ferhat ABBAS, Sétif-1	Examineur

## **Remerciements**

*Je suis très reconnaissante envers Madame Naima BELHANECHÉ-BENSEMRA, Professeure à l'école Nationale Polytechnique d'El-Harrach, et Monsieur Mohamed Tahar BENANIBA, Professeur à l'Université Ferhat ABBAS Sétif 1, d'avoir accepté d'être les rapporteurs de ce travail.*

*Je tiens à adresser ma profonde reconnaissance à Madame Naima BELHANECHÉ-BENSEMRA pour son soutien, son implication et pour les conseils donnés et redonnés sans relâche m'ayant permis d'acquérir aujourd'hui une méthode de travail indispensable pour mener à bien une thèse.*

*Mes remerciements vont également à Madame Valérie MASSARDIER pour m'avoir si bien accueillie au laboratoire d'Ingénierie des Matériaux Polymères (IMP), INSA de Lyon, et pour m'avoir facilité la tâche afin de réaliser certaines caractérisations.*

*Mes remerciements s'adressent à l'ensemble des membres du jury qui ont accepté de juger ce travail de thèse.*

*Je tiens à remercier Monsieur Djafer BENACHOUR, Professeur à l'Université Ferhat ABBAS Sétif 1, pour avoir accepté de présider ce jury.*

*Je remercie Monsieur Nacerddine HADDAOUI, Professeur à l'Université Ferhat ABBAS Sétif 1, et Messieurs Farouk. REZGUI et Hocine DJIDJELLI, professeurs à l'Université Abderrahmane Mira de Béjaïa, pour avoir accepté d'évaluer ce travail et de faire partie de ce jury.*

*Je tiens à remercier Monsieur Aziouez BENBADER, Madame Faiza Mendi et Mademoiselle Taous BACHIR-BEY du Centre de Recherche et de Développement de l'Electricité et du Gaz (CREDEG) pour leur aide et pour m'avoir accueillie au laboratoire Tubes Polyéthylène*

*Je voudrais également exprimer ma gratitude envers mon ex patron Monsieur Jean Pierre LAUWERYS pour ses nombreux conseils et suggestions.*

*J'aimerais tout particulièrement remercier les propriétaires des sociétés Maprogaz, Eulyplast, Frères Halimi, Aggoune Plast, Profiplast et K.Plast pour mon accueil au sein de leurs entreprises respectives. Je remercie également le personnel de ces sociétés pour sa contribution à l'avancée de ce travail.*

*Les mots me manquent pour exprimer ma gratitude à mes amis et les personnes chères à mon cœur pour avoir été à mes côtés. Je remercie tout particulièrement Hamza, Isam, Razik, Bousaha, Seifeddine, Yacine, Samia, Wassila, Zohra, Karima et bien sûr Sorya qui ont toujours su être là pour m'encourager et me soutenir durant ma thèse.*

*Je souhaiterais finir en remerciant ma famille et en particulier mes très chers parents. Je n'oublierai pas le soutien que vous m'avez apporté durant toute ma vie.*

# TABLE DES MATIERES

Remerciements.....	i
Table des matières.....	ii
Liste des figures.....	vi
Liste des tableaux.....	xiii
Liste des abévviations.....	xv
Introduction générale.....	1

## CHAPITRE I : Synthèse Bibliographique

I-1 Les tubes en polyéthylène (PE).....	5
I-1-1 Structure et propriétés du PE de tubes.....	5
I-1-2 Propriétés du PE de tubes.....	7
I-1-3 Stabilisation du PE des tubes.....	9
I-1-4 Procédé de fabrication des tubes en PE.....	12
I-1-5 Durabilité des tubes en PE.....	13
I-1-5-1 Vieillessement des tubes en PE.....	13
I-1-5-2 Rupture des tubes en PE.....	14
I-1-5-3 Prédiction de la durée vie des tubes en PE.....	15
I-1-5-4 Perte physique des antioxydants.....	18
I-2 Soudage des tubes en polyéthylène (PE).....	20
I-2-1 Diffusion macromoléculaire à l'interface des soudures.....	20
I-2-2 Techniques de soudage des tubes en PE.....	22
I-2-2-1 Le soudage bout à bout.....	22
I-2-2-2 Le soudage par poly-fusion.....	27
I-2-2-3 Le soudage par électro-fusion.....	29
I-3 Facteurs affectant la qualité des soudures de tubes en PE.....	33
I-3-1 Cas du soudage bout à bout.....	34
I-3-1-1 Influence des paramètres de soudage.....	34
I-3-1-2 Influence du désalignement.....	37

I-3-1-3 Influence des polluants.....	38
I-3-1-4 Influence des propriétés des matériaux de tubes.....	39
I-3-2 Cas de l'électro-soudage.....	39
I-3-2-1 Influence des paramètres de soudage.....	39
I-3-2-2 Influence des polluants.....	41
I-3-2-3 Influence du vide entre le tube et le raccord.....	43
I-3-2-4 Influence des propriétés du PE de tubes.....	43
I-4 Effet du soudage par fusion sur la performance des tubes en PE.....	44
I-5 Conclusion.....	47

## **CHAPITRE II : Etude de l'Effet des Conditions de Soudage sur la Qualité des Soudures de Tubes en PE**

II-1 Les matériaux utilisés.....	49
II-2 Machines et paramètres de soudage.....	51
II-2-1 Soudage bout à bout.....	51
II-2-1-1 Présentation de la machine de soudage.....	51
II-2-1-2 Les paramètres de soudage.....	52
II-2-2 Soudage par électro-fusion.....	54
II-2-2-1 Présentation de la machine de soudage.....	54
II-2-2-2 Les paramètres de soudage.....	55
II-3 Présentation des échantillons de soudures.....	55
II-3-1 Cas des soudures bout à bout.....	55
II-3-2 Cas des électro-soudures.....	58
II-4 Identification des échantillons de soudures préparés.....	59
II-5 Caractérisation des soudures.....	59
II-5-1 Contrôle de l'aspect et mesure des dimensions des bourrelets de soudure .....	60
II-5-2 Essai de traction.....	61
II-5-3 Résistance à la décohésion des électro-soudures.....	63

II-5-3-1 La décohésion d'un manchon.....	63
II-5-3-2 Décohésion d'une selle de branchement.....	65
II-5-4 Essai de pression hydrostatique.....	66
II-6 Résultats et discussion.....	68
II-6-1 Aspect et dimensions des bourrelets de soudure.....	68
II-6-2 Propriété en traction.....	72
II-6-3 Résistance à la décohésion.....	77
II-6-4 Résistance à la pression hydrostatique.....	80
II-7 Conclusion.....	83

### **CHAPITRE III : Caractérisation Mécanique des Soudures de Tubes en PE Vieillies Naturellement**

III-1 Présentation des matériaux étudiés.....	85
III-2 Caractérisation des soudures vieilles.....	89
III-2-1 Essai de décohésion.....	89
III-2-2 Essai de pression hydrostatique.....	89
III-3 Résultats et discussion.....	90
III-3-1 Résistance à la décohésion.....	90
III-3-2 Résistance à la pression hydrostatique.....	91
III-4 Conclusion.....	93

### **CHAPITRE IV : Comparaison entre la Performance des Tubes en PE Soudés Bout à Bout et leurs Analogues Non soudés**

IV-1 Présentation des matériaux étudiés.....	94
IV-2 Préparation des échantillons de référence.....	96
IV-3 Caractérisation des échantillons de soudure.....	97
IV-3-1 A l'échelle microstructurale.....	97

IV-3-1-1 Détermination du taux de cristallinité par DSC.....	97
IV-3-1-2 Diffraction des Rayon X (DRX).....	99
IV-3-2 A l'échelle moléculaire.....	101
IV-3-2-1 Temps d'induction à l'oxydation (TIO).....	101
IV-3-2-2 Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF).....	102
IV-3-2-3 Spectroscopie Ultra-Violet (UV).....	103
IV-3-2-4 Analyse Thermique Gravimétrique (ATG).....	103
IV-3-3 A l'échelle macromoléculaire : Rhéologie à l'état fondu.....	104
IV-3-4-1 Essai de traction uni-axiale.....	105
IV-3-4-2 Résistance à la pression hydrostatique.....	106
IV-4 Résultats et discussion.....	107
IV-4-1 Evolution du taux de cristallinité.....	107
IV-4-1-1 Résultats de la DSC.....	107
IV-4-1-2 Résultats de la DRX.....	109
IV-4-2 Temps d'induction à l'oxydation.....	111
IV-4-3 Spectroscopie IRTF-ATR.....	114
IV-4-4 Spectroscopie UV.....	116
IV-4-5 Analyse thermogravimétrique (ATG).....	117
IV-4-6 Evolution de la viscosité à l'état fondu.....	119
IV-4-7 Propriété en traction.....	120
IV-4-8 Résistance à la pression hydrostatique.....	124
IV-5 Conclusion.....	124
Conclusion Générale et Perspectives.....	127
Références.....	130
Annexes.....	144

## LISTE DES FIGURES

### CHAPITRE I

<b>Figure I-1</b>	Distribution bimodale des masses moléculaires .....	6
<b>Figure I-2</b>	Représentation schématique de la structure semi-cristalline du PE.....	8
<b>Figure I-3</b>	Représentation schématique du développement des propriétés du PE de tubes.....	8
<b>Figure I-4</b>	Schéma représentatif du mode d'action des antioxydants primaire et secondaire au cours de la dégradation thermo-oxydante d'un polymère.....	9
<b>Figure I-5</b>	Evolution de l'efficacité des antioxydants avec la température.....	10
<b>Figure I-6</b>	Structure chimique des antioxydants : (a) Irgafos 168 (antioxydant secondaire), (b) Irganox 1010 (antioxydant primaire).....	10
<b>Figure I-7</b>	Structure du noir de carbone d'après Allen et al. (1998).....	11
<b>Figure I-8</b>	Les différentes parties d'une ligne d'extrusion des tubes en PE.....	12
<b>Figure I-9</b>	Représentation schématique de la structure d'une craquelure.....	13
<b>Figure I-10</b>	Fissuration sous faible contrainte à l'échelle moléculaire à l'origine d'une rupture de type fragile.....	14
<b>Figure I-11</b>	Fissuration sous contrainte élevée à l'échelle moléculaire à l'origine d'une rupture de type ductile.....	14
<b>Figure I-12</b>	Illustration schématique des mécanismes de la rupture des tubes en PE sous pression.....	15
<b>Figure I-13</b>	Schéma représentatif des processus de perte des antioxydants du PE et leurs interactions.....	18
<b>Figure I-14</b>	Etapes d'inter-diffusion moléculaire au cours du soudage par fusion, selon le modèle de Wu et al. (2008).....	22
<b>Figure I-15</b>	Principe du soudage bout à bout.....	23
<b>Figure I-16</b>	Les principales étapes du soudage bout à bout.....	24
<b>Figure I-17</b>	Cycle de soudage bout à bout.....	25

<b>Figure I-18</b>	Forme des bourrelets de soudure à différent moments du soudage : (a) Début de l'égalisation, b) Fin de l'égalisation-début du chauffage, c) Fin du chauffage, d) Fin du soudage.....	26
<b>Figure I-19</b>	Présentation schématique de l'écoulement de la manière fondue durant la phase de soudage bout à bout.....	27
<b>Figure I-20</b>	Principe du soudage par poly-fusion : (a) Soudage d'un tube et un té, (b) Soudage d'un tube et une selle.....	28
<b>Figure I-21</b>	Schéma présentant les étapes du soudage par poly-fusion ; (1) Insertion de la plaque chauffante, (2) Chauffage des surfaces à souder, (3) Soudage.....	29
<b>Figure I-22</b>	Raccords utilisés lors du soudage par l'électro-fusion.....	30
<b>Figure I-23</b>	Représentation schématique des raccords électro-soudables : (a) Manchon, (b) Selle té.....	30
<b>Figure I-24</b>	Grattage de la surface des tubes à souder par électro-fusion.....	31
<b>Figure I-25</b>	Fixation des parties à souder par électro-fusion à l'aide du positionneur.....	31
<b>Figure I-26</b>	Principe et étapes du soudage par électro-fusion.....	32
<b>Figure I-27</b>	Coupe dans un assemblage de tubes et manchon par électro-fusion.....	33
<b>Figure I-28</b>	Variation de la température de chauffage en fonction de l'épaisseur nominale de paroi des tubes en PE.....	35
<b>Figure I-29</b>	Coupes dans des soudures bout à bout réalisées : (a) Dans des conditions optimales, (b) Pour un temps de chauffage excessif, (c) Pour un temps ou une pression de chauffage insuffisant.....	35
<b>Figure I-30</b>	Micrographies de l'interface de soudure bout à bout obtenue : (a) Dans des conditions optimales, (b) A basse températures de chauffage, (c) A haute température de chauffage.....	36
<b>Figure I-31</b>	Examen microscopie des zones de rupture des soudures pour une contamination par la poussière.....	38
<b>Figure I-32</b>	Soudure d'un tube et un manchon électro-soudable, obtenue durant un temps de chauffage excessif.....	40
<b>Figure I-33</b>	Evolution de la température à l'interface d'une soudure obtenue par électro-fusion.....	41
<b>Figure I-34</b>	Vide un niveau de la zone de fusion d'un assemblage par électro-fusion, dû à la contamination : (a) Coupe dans l'interface de la soudure, (b) Image ultrasonique prise de l'extérieur de l'assemblage.....	42

<b>Figure I-35</b>	Initiation et propagation d'une fissure dans la paroi du manchon sous l'effet de la pression interne : (a) Apparence de la défaillance sur l'extérieur du manchon, (b) Coupe dans la zone de fusion contaminée.....	43
<b>Figure I-36</b>	Comparaison entre les courbes de traction des tubes et des soudures bout à bout en PE 80, obtenues pour les températures 23°C et -40°C.....	45
<b>Figure I-37</b>	Variation de la résistance à l'impact des tubes et des soudures bout à bout en PE 80 en fonction de la température et la vitesse d'impact.....	45
<b>Figure I-38</b>	Distribution du module de young ( $E$ ) dans la zone de soudure bout à bout de tubes (selon le modèle de Mikula et al., 2015).....	46
<b>Figure I-39</b>	Points d'initiation de la propagation lente des fissures dans : (a) la soudure bout à bout, (b) l'électro-soudure.....	46
<b>Figure I-40</b>	Initiation de la propagation d'une fissure au-dessous du bourrelet de soudure bout à bout de tubes en PE.....	47

## CHAPITRE II

<b>Figure II-1</b>	Tubes en PE utilisés pour la réalisation des soudures.....	50
<b>Figure II-2</b>	Raccords électro-soudables en PE100: (a) Manchon INNOGAZ (b) Selle de branchement FUSAMATIC.....	50
<b>Figure II-3</b>	Machine de soudage bout à bout de type GATOR 250 (FUSION PROVIDA).....	51
<b>Figure II-4</b>	Schéma explicatif du fonctionnement du bâti de la machine de soudage bout à bout.....	53
<b>Figure II-5</b>	Machine de soudage par l'électro-fusion de type QBOX (FUSION PROVIDA).....	54
<b>Figure II-6</b>	Désalignement ( $d$ ) des tubes à souder bout à bout (a) Photo réelle, (b) Schéma représentatif .....	56
<b>Figure II-7</b>	Soudage des surfaces contaminées par l'eau.....	57
<b>Figure II-8</b>	Chauffage de surfaces contaminées par la poussière de la terre sèche.....	57
<b>Figure II-9</b>	Humidification de la surface du tube, à souder, avec le solvant dégraissant.	59
<b>Figure II-10</b>	Schéma présentant les dimensions des bourrelets de soudure (L: longueur, H : hauteur).....	60
<b>Figure II-11</b>	Emplacement des points de mesure des dimensions des bourrelets de soudure.....	61

<b>Figure II-12</b>	Méthode de prélèvement des éprouvettes dans un échantillon de tube.....	61
<b>Figure II-13</b>	Profil des éprouvettes (Type 1) de l'essai de traction .....	62
<b>Figure II-14</b>	Courbe typique de la contrainte appliquée à l'éprouvette en fonction de son allongement, pour la détermination des caractéristiques en traction du PE.....	63
<b>Figure II-15</b>	Préparation des échantillons de soudure de tubes et manchon .....	63
<b>Figure II-16</b>	Principe de l'essai de décohésion d'un manchon (ISO 13955,1997).....	64
<b>Figure II-17</b>	Rupture typique à l'interface d'une électro-soudure avec l'augmentation de la fragilité de gauche à droite : (1) 100% ductile, (4) 100% fragile.....	64
<b>Figure II-18</b>	Principe de calcul du pourcentage de décohésion d'un manchon.....	65
<b>Figure II-19</b>	Principe de l'essai de décohésion d'une selle.....	66
<b>Figure II-20</b>	Contrainte circonférentielles ( $\sigma$ ) induite par la pression hydraulique (P)...	67
<b>Figure II-21</b>	Schéma explicatif du principe de l'essai de pression hydrostatique.....	68
<b>Figure II-22</b>	Aspect des bourrelets de soudure de : (a) l'échantillon SBCE (Contamination par l'eau), (b) la référence SBR.....	69
<b>Figure II-23</b>	Bourrelets asymétriques de l'échantillon SBNA (soudure des tubes non alignés).....	69
<b>Figure II-24</b>	Echantillon de soudure SBCEP (Contamination par la poussière).....	70
<b>Figure II-25</b>	Largeur caractéristiques des bourrelets externe en fonction de la position autour de tube.....	71
<b>Figure II-26</b>	Illustration schématique des bourrelets de soudure selon ASTM F2620 (2013).....	72
<b>Figure II-27</b>	Rupture des éprouvettes de soudure bout à bout soumises à l'essai de traction.....	73
<b>Figure II-28</b>	Courbe contrainte/ déformation enregistrée pour le référence SBR.....	73
<b>Figure II-29</b>	Comparaison entre les propriétés en traction des échantillons SBCEP, SBCE et la référence SBR : (a) Contrainte au seuil d'écoulement( $\sigma_y$ ), (b) Allongement à la rupture ( $\epsilon_r$ ), (c) contrainte à la rupture ( $\sigma_r$ ), (d) Module d'élasticité ( $E$ ).....	74
<b>Figure II-30</b>	Courbes contrainte/déformation enregistrés pour l'échantillon SBNA (soudure des tubes non alignés).....	75

<b>Figure II-31</b>	Eprouvette de l'échantillon SENA (soudure de tubes et manchon non alignés soumise à l'essai de décohésion.....	78
<b>Figure II-32</b>	Rupture du tube constatée pour l'échantillon SENA (soudure de tube et selle non aligné) soumis à l'essai de décohésion.....	78
<b>Figure II-33</b>	Décohésion complète du manchon de : (a) L'échantillon SESG (soudage sans grattage et nettoyage des surfaces des tubes) et (b) l'échantillon SECS (soudage des surfaces contaminées par le solvant nettoyant).....	79
<b>Figure II-34</b>	Décohésion de la selle de l'échantillon SECS (soudage des surfaces contaminées par le solvant nettoyant) : (a) surface externe du tube, (b) surface interne de la selle.....	80
<b>Figure II-35</b>	Echantillons de soudure bout à bout soumis à l'essai de pression hydrostatique (80°C/165h/4,5MPa) : (a) SBCE (Contamination par l'eau), (b) SBCP (Contamination par la poussière, (c) SBNA (soudure des tubes nonalignés).....	81
<b>Figure II-36</b>	Représentation des contraintes induites par l'application de la pression hydraulique à l'intérieur d'une soudure de tubes et manchon en PE.....	82

### CHAPITRE III

<b>Figure III-1</b>	Photo d'un échantillon de soudure bout à bout déterrée le 12/07/2009 au site de Staouali, Alger.....	85
<b>Figure III-2</b>	Situation géographique des sites de prélèvement des échantillons de soudures vieilles.....	87
<b>Figure III-3</b>	Eprouvettes préparées pour l'essai de pression hydrostatique prélevées dans : une soudure par poly-fusion (Echantillon SPF3).....	90
<b>Figure III-4</b>	Rupture fragile en pression hydrostatique (80°C/4MPa) dans le manchon d'un échantillon de soudure par poly-fusion (Echantillon SPF2).....	92

### CHAPITRE IV

<b>Figure IV-1</b>	Echantillon de soudures bout à bout utilisés comme référence (Age 0) : (a)Echantillon de soudure PE-B, (b) Echantillon de soudure PE-Y.....	97
<b>Figure IV-2</b>	Présentation schématique des positions de prélèvement des échantillons analysés par la DSC.....	98
<b>Figure IV-3</b>	Enthalpie ( $AH_f$ ) et température de fusion ( $T_f$ ) du PE sur un thermogramme de SDC.....	99
<b>Figure IV-4</b>	Un diffractogramme typique du PE orthorhombique.....	101

<b>Figure IV-5</b>	Méthode de détermination du temps d'Induction à l'Oxydation (TIO) par DSC à 200°C.....	102
<b>Figure IV-6</b>	Géométrie de la cellule de mesure de rhéomètre oscillatoire.....	104
<b>Figure IV-7</b>	Prélèvement des éprouvettes de l'essai de traction dans la soudure (a) et dans le tube (b).....	105
<b>Figure IV-8</b>	Eprouvettes de tubes soudés et tube sain préparées pour l'essai de pression hydrostatique.....	106
<b>Figure IV-9</b>	Taux de cristallinité ( $X_c$ ) mesurés sur trois positions différentes de la zone de soudure et de la paroi du tube pour : (a) tube et soudure de référence (PE-B et PE-Y) et ceux âgés de 20 ans, (b) tube et soudure PE-Y et ceux âgés de 20 ans, (b) tube et soudure PE-Y et ceux âgés de 25 ans, (c) tube et soudures PE-Y et ceux âgés de 30 ans.....	107
<b>Figure IV-10</b>	Thermogrammes de DSC enregistrés pour les soudures et les tubes vieillis et ceux de référence (PE-Y,PE-B).....	109
<b>Figure IV-11</b>	Diffractogrammes enregistrés pour le tube et la soudure les plus anciens (30 ans) et ceux de référence (PE-Y).....	110
<b>Figure IV-12</b>	Comparaison entre les thermogrammes de TIO à la surface externe et au centre de la paroi du tube sur l'échantillon vieilli (30 ans) et la référence (Tube PE-B).....	113
<b>Figure IV-13</b>	Thermogrammes de TIO sur la position milieu du tube et de la soudure les plus anciens (30 ans) et ceux de référence (PE-B).....	113
<b>Figure IV-14</b>	Spectres IRTF-ATR des surfaces externes des tubes de référence (Tube PE-B et Tube PE-Y) et des tubes vieillis.....	115
<b>Figure IV-15</b>	Fonctions chimiques de l'antioxydant Irganox 1010.....	115
<b>Figure IV-16</b>	Spectres UV enregistrés pour les tubes vieillis et la référence (Tube PE-Y).....	116
<b>Figure IV-17</b>	Thermogrammes (a) ATG et (b) d(ATG) sur le tube et la soudure vieillis (30 ans) et ceux de référence (PE-B).....	118
<b>Figure IV-18</b>	Viscosité complexe ( $/\eta^*$ ) en fonction de la fréquence ( $\omega$ ) pour le tube et la soudure vieillis (30 ans) et ceux de référence (PE-Y).....	119
<b>Figure IV-19</b>	Propriétés en traction obtenue sur les tubes et les soudures vieillis et sur ceux de référence : (a) la contrainte au seuil d'écoulement ( $\sigma_y$ ), (b) le module d'élasticité (E), (c) l'allongement à la rupture ( $\epsilon_r$ ), (d) la contrainte maximale à la rupture ( $\sigma_r$ ).....	121

<b>Figure IV-20</b>	Facteur de soudage ( $f$ ) obtenu pour les résultats échantillons vieillis et pour ceux de référence (PE-Y, PE-B).....	122
<b>Figure IV-21</b>	Comparaison entre les courbes contrainte /déformation des tubes et des soudures vieillis et de ceux de référence (PE-Y).....	123
<b>Figure IV-22</b>	Rupture des éprouvettes de tubes et de soudures soumises à l'essai de traction.....	124

## LISTE DES TABLEAUX

### CHAPITRE II

<b>Tableau II-1</b>	Caractéristiques des matériaux de base des tubes et des raccords .....	51
<b>Tableau II-2</b>	Paramètres standards de soudage bout à bout des tubes en PE en fonction des dimensions des tubes.....	52
<b>Tableau II-3</b>	Paramètres de soudage par électro-fusion à 23°C.....	55
<b>Tableau II-4</b>	Désignations des échantillons de soudures préparés.....	59
<b>Tableau II-5</b>	Essais effectués pour la caractérisation des échantillons de soudure.....	60
<b>Tableau II-6</b>	Valeurs de désalignement ( $d$ ) mesuré aux six points différents.....	70
<b>Tableau II-7</b>	Propriétés en traction obtenues pour l'échantillon SBNA (Soudure des tubes non alignés).....	76
<b>Tableau II-8</b>	Propriétés en traction obtenues pour différents temps de refroidissement....	77
<b>Tableau II-9</b>	Résultats de l'essai de décohésion.....	77

### CHAPITRE III

<b>Tableau III-1</b>	Récapitulatif des échantillons de soudure déterrés, sélectionnés pour l'étude.....	88
<b>Tableau III-2</b>	Essais mécaniques effectués sur les échantillons de soudures vieilles.....	90
<b>Tableau III-3</b>	Résultats de l'essai de décohésion pour les échantillons d'électro-soudure vieilles.....	91
<b>Tableau III-4</b>	Résultats de l'essai de pression hydrostatique pour les échantillons de soudures vieilles.....	92

### CHAPITRE IV

<b>Tableau IV-1</b>	Récapitulatif des échantillons de soudure bout à bout soumis à l'étude.....	95
<b>Tableau IV-2</b>	Propriété des tubes utilisés pour la préparation des échantillons de référence.....	96

<b>Tableau IV-3</b>	Taux de cristallinité ( $X_c$ ) mesurés par la DRX.....	110
<b>Tableau IV-4</b>	Temps d'induction (TIO) obtenus pour les échantillons vieillis et ceux de référence (PE-B, PE-Y).....	112
<b>Tableau IV-5</b>	Résultats de l'analyse thermogravimétrique (ATG) obtenus sur les tubes et les soudures vieillis et ceux de référence.....	117

## LISTE DES ABREVIATIONS

<b>ASTM</b>	American Society for Testing Material (Société américaine pour les essais des matériaux).
<b>ATG</b>	Analyse Thermique Gravimétrique.
<b>ATR</b>	Attenuated Total Reflectance (Réflexion totale atténuée).
<b>DN</b>	Diamètre Nominal.
<b>DRX</b>	Diffraction des Rayons X.
<b>DSC</b>	Differential Scanning Calorimetry (Calorimétrie différentielle à balayage).
<b>DVS</b>	Deutscher Verband für Schweißtechnik (Association allemande de technologie de soudage).
<b>EN</b>	European norm (Norme européenne).
<b>FRR</b>	Flow Rate Ratio (Rapport des vitesses d'écoulement).
<b>ISO</b>	International Organization for Standardization (Organisation internationale de normalisation).
<b>MFR</b>	Melt Flow Rate (Indice de fluidité à chaud).
<b>MRS</b>	Minimum Required Strength (Contrainte minimale requise).
<b>PN</b>	Pression Nominale.
<b>PEMD</b>	Polyéthylène Moyenne Densité.
<b>PEHD</b>	Polyéthylène Haute Densité.
<b>RCP</b>	Rapid Crack Propagation (Propagation rapide de fissure).
<b>SBB</b>	Soudure Bout à Bout.
<b>SCG</b>	Slow Crack Growth (Résistance à la propagation lente de fissure).
<b>SDR</b>	Standard Dimension Ratio (Rapport des dimensions nominales).
<b>SPF</b>	Soudure par la Poly-Fusion.
<b>TEB</b>	Tesile Energy at Break (Energie de traction à la rupture).
<b>TIO</b>	Temps d'Induction à l'Oxydation.

# Introduction Générale

Les tubes en polyéthylène (PE) ont été initialement introduits dans les systèmes de distribution du gaz naturel, par BRITISH GAS (UK), à la fin des années 60 (Dossogne, 1996 ; Schult et Hessel, 2006). Par la suite, leur domaine d'applications s'est élargi à d'autres utilisations telles que le transport de l'eau potable. Actuellement, les tubes en PE sont utilisés dans diverses industries, ce qui leur permet de conquérir d'importantes parts du marché mondial et en particulier du marché européen de tubes.

A titre d'exemple, Gaz de France utilisa les tubes en PE depuis le milieu des années 70. Dans cette même période, la SONELGAZ (Société Nationale d'Electricité et du Gaz), en Algérie, décida de les introduire dans son réseau de distribution du gaz naturel. En effet, le premier tube en PE à été posé en janvier 1978 à Alger, plus précisément à la ville de Staouali (Source Sonelgaz). Depuis ce temps, l'utilisation des tubes en PE n'a pas cessée de s'accroître d'année en année à la faveur de l'extension du réseau de distribution du gaz naturel en Algérie.

Le choix du PE, comme matériau de base des tubes de gaz, découle de ses nombreux atouts technico-économiques. A l'inverse des matériaux traditionnels, à savoir la fonte et l'acier, le PE est léger et flexible, ce qui facilite les opérations de transport, de manutention et de mise en œuvre sur et sous le terrain (installation rapide et aisée).

Il possède une bonne résistance aux agressions chimiques et à la corrosion ce qui permet d'éviter les surcoûts dus à l'application d'une protection passive ou active.

De plus, les systèmes en PE s'adaptent aux mouvements du terrain, ce qui permet d'être très appréciés pour les endroits exposés aux tremblements de terre et aux grandes variations de température (Borealis, 2003; Raynaud, 2004; Grann-Mayer, 2005 ; Nathiez, 2006).

Du fait de leur bonne résistance à la fissuration, les canalisations en PE présentent un degré de fiabilité élevé dans des conditions d'utilisations normales. Dans ces conditions, leur durée de vie est estimée à plus de 50 ans, jusqu'à même 100 ans (Hessel, 2006; Hessel, 2007).

Les tubes en PE possèdent, également, l'avantage majeur de pouvoir être assemblés par des techniques de soudage par fusion efficaces et faciles à mettre en œuvre. Les plus connues en Europe et en Algérie sont : le soudage bout à bout et l'électro-soudage (soudage par électro-fusion).

Le soudage bout à bout est la technique la plus anciennement utilisée en Algérie (depuis la première utilisation du PE dans les canalisations de gaz). Elle consiste à faire fondre les extrémités de deux tubes au moyen d'une plaque chauffante, appelée également, miroir chauffant. Il s'agit d'une technique simple à mettre en œuvre et peu coûteuse (pas d'apport de matière supplémentaire). Quant à l'électro-soudage, il est utilisé depuis les années 90. Il consiste, pour l'essentiel, à joindre des tubes à l'aide des raccords (manchon, prise de dérivation ...) dits électro-soudables munis d'un enroulement métallique apportant par effet Joule, l'énergie nécessaire pour générer la fusion des PE de tubes et raccord. L'inconvénient majeur de cette technique est le prix élevé des raccords utilisés pour assembler les tubes de grands diamètres.

Les deux techniques sont, actuellement, les plus utilisées par la SONELGAZ pour la réalisation des nouvelles extensions et la réhabilitation des anciens systèmes de gaz en remplaçant le métal par le PE. Le choix de ces deux techniques est basé sur des aspects économiques mais aussi pratiques tels que la facilité de la réalisation et la sécurité. En effet, le soudage bout à bout est destiné, en particulier, à assembler les tubes de diamètre de 125 mm et plus (jusqu'à 250 mm, le plus gros diamètre utilisé par la SONELGAZ). Alors que, l'électro-soudage est, principalement, conçu pour les branchements reliant les compteurs des abonnés au réseau de distribution de gaz en utilisant des tubes plus petits de diamètre 20, 40 et 63 mm. L'électro-soudage est également utilisé pour la réparation des réseaux défectueux, ce qui est plus pratiquement réalisable sur chantier comparativement au soudage bout à bout.

En dépit des progrès qu'enregistrent ces techniques ces dernières années, notamment l'automatisation des machines de soudage offrant un minimum de risque de défaillance, il demeure un certain nombre de réserves quant à leur utilisation systématique dans des conditions particulières.

A titre illustratif, un système de tubes enterrés, en service, est soumis à un ensemble de contraintes qui peuvent être induites par la pression de service, la variation de la

température, le tremblement de terre, le trafic routier, etc.. Parties intégrantes du système de tubes, les jonctions seront exposées à ces mêmes contraintes. Par conséquent, la durabilité d'un système de tubes dépend aussi de la fiabilité des jonctions.

Ceci a conduit le centre de recherche et de développement de l'électricité et du gaz (CREDEG, une filiale de la SONEGAS) à lancer un projet de recherche dans le but, d'une part, d'étudier les facteurs pouvant affecter la qualité des soudures bout à bout et des électro-soudures au cours de leur réalisation et, d'autre part, d'évaluer l'état de vieillissement des soudures en PE, en service depuis des décennies, recherche s'inscrivant en l'occurrence dans le même esprit de notre thèse.

Notre travail de réflexion se décline dans ce manuscrit en quatre chapitres. Le premier est dédié à la synthèse bibliographique. Cette partie est constituée de deux sous chapitres. Le premier est axé sur les tubes en PE utilisés dans les systèmes de distribution du gaz naturel dans lequel nous présenterons la structure et les propriétés du PE de base ainsi que sa stabilisation. Le processus de fabrication et la durabilité des tubes en PE seront également abordés dans le premier sous chapitre. Le second sera consacré aux différentes techniques de soudage par fusion généralement utilisées pour assembler les tubes en PE. Suite à la description détaillée du processus de chaque technique, l'accent sera mis sur les facteurs internes et externes pouvant réduire la performance des soudures réalisées par le soudage bout à bout et l'électro-soudage. Les résultats des travaux de recherche menés dans ce sens, y seront présentés.

Les trois autres chapitres constituent la partie centrale de notre thèse. Ils seront consacrés à la présentation des études réalisées dans le but d'atteindre les objectifs ainsi tracés.

Nous aborderons tout d'abord une étude concernant l'effet des conditions de soudage sur la qualité des soudures bout à bout et des électro-soudures. Les conséquences de la négligence et la non qualification de la main d'œuvre seront considérées. Ainsi, nous nous intéresserons à étudier l'effet du non alignement, des contaminants et du temps de refroidissement nécessaire pour la solidification des soudures. Après avoir décrit les matériaux et les techniques expérimentales utilisées, les résultats de cette étude seront donnés et discutés.

Dans le troisième chapitre, nous tenterons de diagnostiquer l'état de vieillissement des soudures de tubes en service pendant des décennies. Ce chapitre traitera le comportement mécanique à court et au moyen terme de trois types de soudures vieilles naturellement. Il s'agit des soudures bout à bout, des électro-soudures et des soudures par poly-fusion qui sont en service jusqu'à nos jours.

Dans le quatrième chapitre, nous présenterons une étude comparative entre la performance des tubes en PE soudés bout à bout et leurs analogues non soudés. Pour cela, selon une approche multi-échelle, les propriétés des soudures bout à bout de différents âges (de 0 à 30 ans) seront étudiées ensuite comparées à celles des tubes pères (les mêmes tubes non soudés). La structuration de ce chapitre suivra les variations induites par le vieillissement, sur les soudures et les tubes, aux échelles microstructurale, moléculaire, macromoléculaire et macroscopique.

Enfin, nous terminons notre thèse par une conclusion générale et des perspectives quant à la suite de ce travail.

# Chapitre I

## Synthèse bibliographique

Cette analyse bibliographique vise à donner au lecteur une vision synthétique de ce travail de thèse. Elle traitera, dans un premier temps, des tubes en polyéthylène (PE) utilisés dans les applications sous pression, notamment, la distribution du gaz naturel. Elle présentera la structure, les propriétés et la stabilisation de leur matériau de base. La mise en œuvre et la durabilité des tubes en PE seront, également, abordées dans la première partie.

La seconde partie, sera consacrée aux techniques de soudage par fusion les plus utilisées pour assembler les tubes en PE. Après la description du processus de chaque technique, l'accent sera mis sur les facteurs internes et externes pouvant réduire la performance des soudures réalisées par le soudage bout à bout et par l'électro-fusion qui sont, actuellement, utilisés pour la réalisation des réseaux de distribution du gaz en Algérie. En dernier lieu, l'effet du soudage par fusion sur la performance des tubes en PE sera discuté.

### **I.1 Les tubes en polyéthylène (PE)**

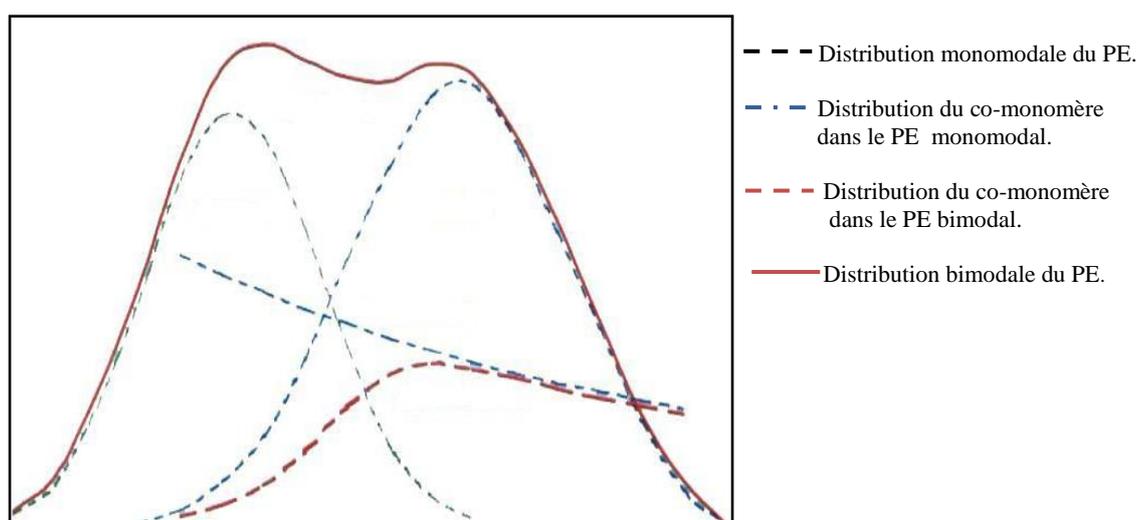
#### **I.1.1 Structure du PE de tubes**

Le polyéthylène PE a commencé à être utilisé dans les systèmes de tubes sous pression, depuis le début des années 50 (Gaube et al., 1976). Il s'agit du polyéthylène basse densité (PEBD), proposé pour les tubes d'eau de petit diamètre et de faible pression. Une dizaine d'années après, le polyéthylène haute densité (PEHD) a été introduit dans la fabrication des canalisations de grand diamètre. Le premier grade, nommé Hostalen GM5010, a été promu par HOESCHST (Allemagne) en 1961 (Schulte et Hessel, 2006). Il a été connu comme étant la première génération de PE.

A la fin des années 60, la société BRITISH GAZ commença l'utilisation des tubes en PE dans ses réseaux de distribution du gaz naturel. Le type de PE n'est plus le PEBD ou le PEHD, c'est le polyéthylène moyenne densité (PEMD) (Dossogne, 1996) qui a été considéré, depuis, comme étant la deuxième génération de PE.

Il s'agit d'un copolymère d'éthylène et de butène-1, comme le grade TR418 fabriqué par PHILLIPS PETROLEUM (USA) en 1971. Par la suite, le grade 3802 Y, développé par FINA CHEMICALS (Belgique), en 1974, en utilisant l'hexène-1 comme comonomère. C'était, également, la première introduction de la couleur jaune pour les systèmes de distribution du gaz naturel (Fina Chemicals, 1998).

Au début des années 90, un nouveau type de PE plus performant, appelé : PEHD bimodal, a été introduit dans la production des tubes de gaz. Son appellation se réfère à la distribution bimodale des masses moléculaires (Figure I-1) obtenue par un nouveau procédé de fabrication de PE, très différent des procédés existants à l'époque (Dewit, 1992; Scheirs et Events, 1996; Siberd, 2003; Suys, 2003; Borealis; 2003; Albani, 2011).



**Figure I-1** : Distribution bimodale des masses moléculaires (Cazenave, 2005).

Le premier grade de PEHD bimodal, nommé : Eltex Tub 121, a vu le jour en 1989. Il est à base de copolymère d'éthylène et de butène-1, développé par SOLVAY POLYOLEFINS (Belgique) (Solvay Polyolefins, 1998 ; Raynaud, 2004). C'était, donc, la naissance de la troisième génération de PE.

Le remplacement du co-monomère le butène-1 par l'hexène-1 a conduit à l'apparition de la 4<sup>ème</sup> génération de PE, de propriétés nettement améliorées (Clutton et al.1998), innové par FINA CHEMICALS, en 1997. Le grade apparu, a été nommé : Finathene XS10 (Fina Chemicals, 1998 ; Nathiez, 2006).

En 1996, les différents types de PE, utilisés dans les applications sous pression, ont été classés en fonction de leur performance à long terme qui est définie par leur résistance minimale requise MRS (Minimum Required Strength) permettant d'assurer une durée de vie minimale de 50 ans. A titre indicatif, pour des valeurs de MRS de 8 MPa et 10 MPa, le PE est classé respectivement PE80 et PE100 (ISO12162, 1995).

Vu sa performance remarquable dans les applications sous pression, le PE100 est, actuellement, le plus utilisé dans la fabrication des tubes destinés à la distribution du gaz naturel.

### **I.1.2 Propriétés du PE de tubes**

Le PE doit son développement à l'amélioration de ses propriétés mécaniques à savoir, la résistance à la pression hydrostatique à long terme (ou MRS), la résistance à la propagation lente de fissure SCG (Slow Crack Growth) et la résistance à la propagation rapide de fissure RCP (Rapid Crack Propagation). Ces caractéristiques sont très influencées par le type du co-monomère, la masse volumique, le poids moléculaire et par la distribution des masses moléculaires. Un meilleur contrôle de ces paramètres permet d'adapter des meilleures propriétés.

Une masse volumique (ou taux de cristallinité) élevée assure une bonne rigidité (une bonne résistance à la rupture ductile sous la pression interne). Alors qu'un poids moléculaire élevé garantit une bonne ténacité. Ces deux paramètres permettent au tube de supporter des pressions plus élevées.

Toutefois, de longs branchements et une large distribution des masses moléculaires de type bimodale augmentent le degré d'enchevêtrement et le nombre des molécules de lien dans la partie amorphe assurant un meilleur lien entre les lamelles cristallines (Figure I-2) et, par conséquent, une bonne résistance aux ruptures dues aux phénomènes de fissuration sous contraintes (Fina Chemicals, 1998 ; Solvay Polyolefins, 1998 ; Hubert et al., 2001; Kitao, 2001 ; Krishnaswamy, 2005 ; Sun et al., 2011).

L'amélioration des propriétés du PE, d'une génération à une autre, est bien illustrée sur la Figure I-3 ; elle a permis d'augmenter la durée de vie des tubes jusqu'à 100 ans.

Bien que le PE100 soit plus performant que le PE80 (PEMD), ce dernier reste le préféré pour la fabrication des tubes de petit diamètre et ceux destinés à des applications spécifiques et ce, grâce à sa flexibilité.

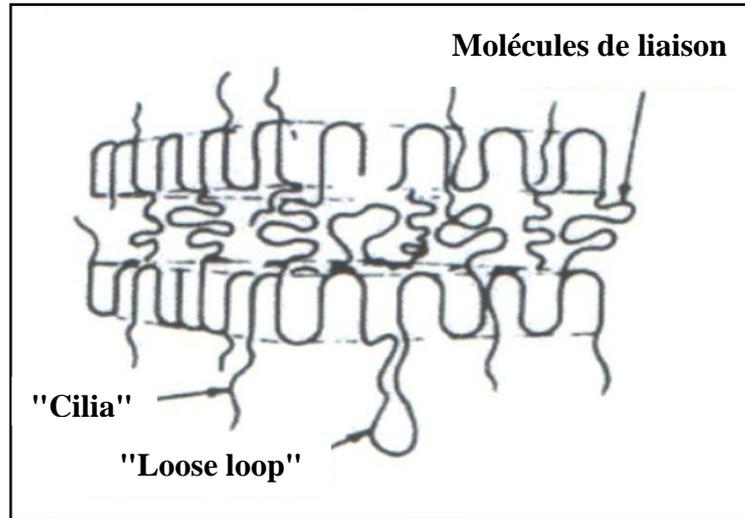


Figure I-2 : Représentation schématique de la structure semi-cristalline du PE (Cazenave, 2005).

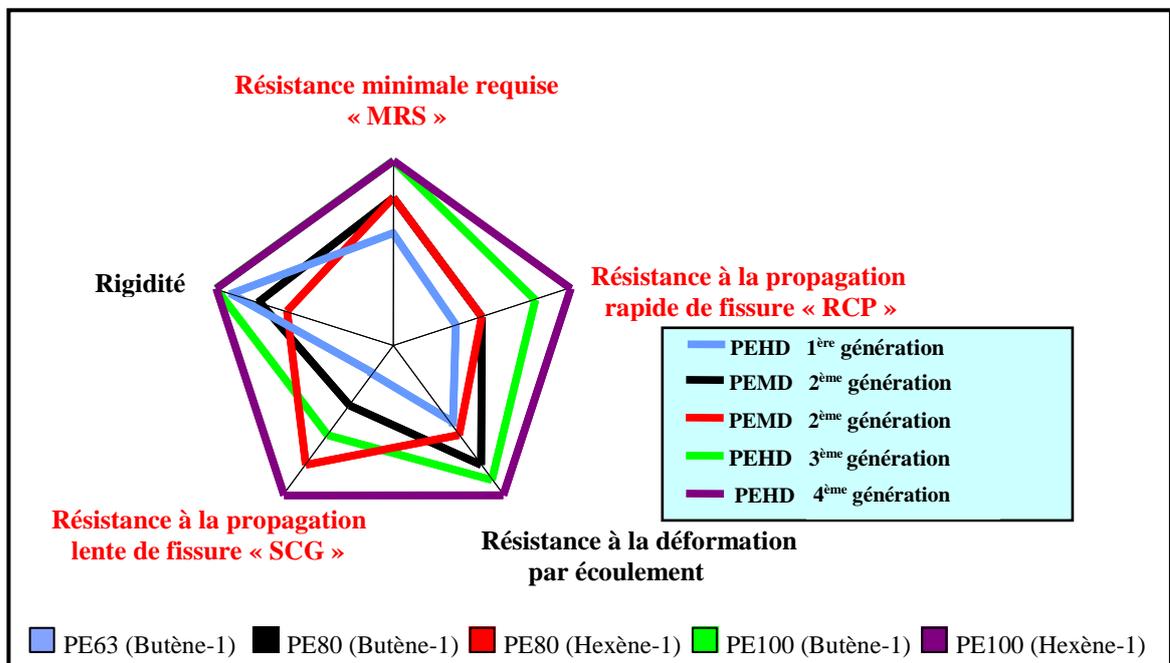


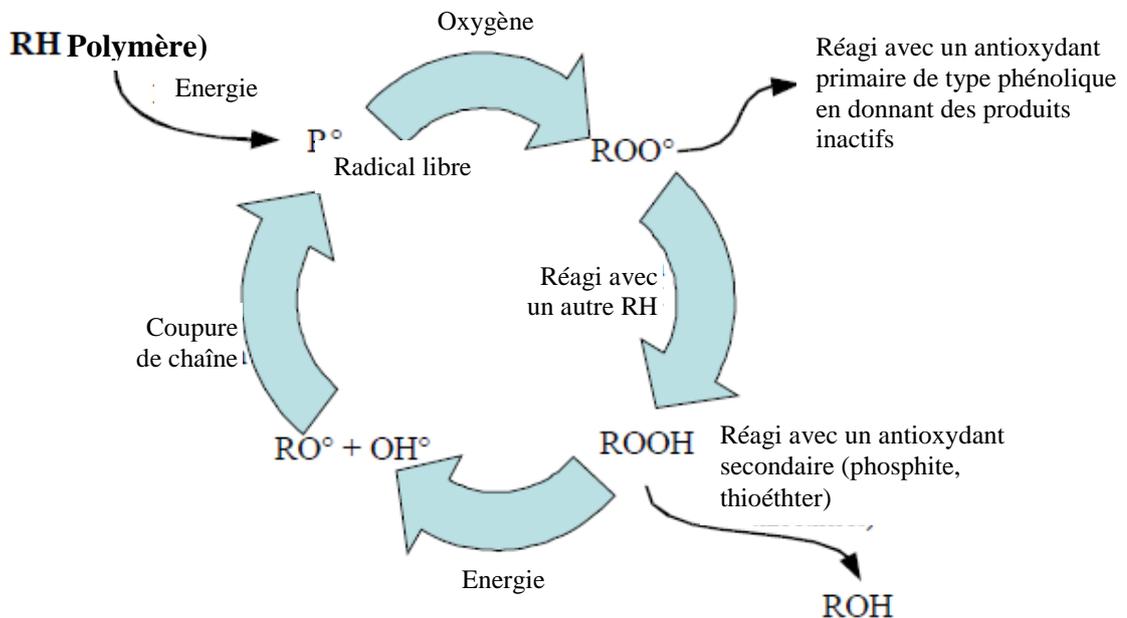
Figure I-3 : Représentation schématique du développement des propriétés du PE de tubes (Fina Chemicals 1998).

### I.1.3 Stabilisation du PE des tubes

Afin de répondre aux spécifications des normes appliquées dans le domaine de distribution du gaz (EN1555-2, 2010 ; ISO4437, 2007), le PE de tubes doit être stabilisé de manière à assurer une meilleure protection contre la dégradation durant sa transformation ainsi que durant le stockage, le transport et la durée de service des tubes.

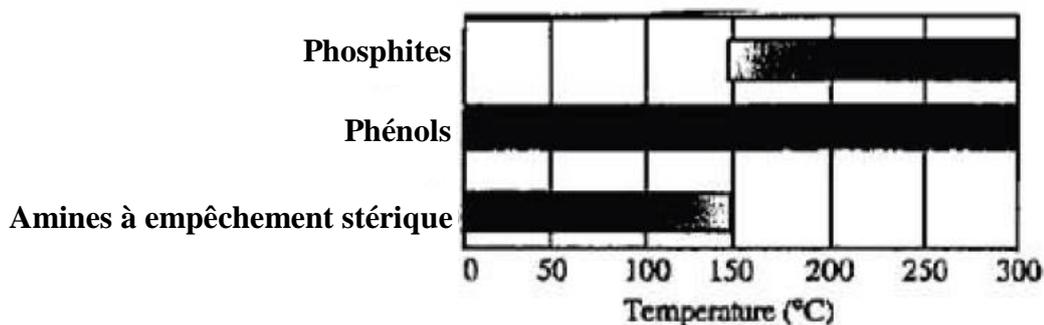
Les tubes sous pression demandent plus de protection que les tubes sans pression, de même que les tubes exposés à l'air libre et les tubes enterrés. Une mauvaise stabilisation peut conduire à la fissuration des tubes et par conséquent à la diminution de leur durée de vie.

Dans ce cas, deux types d'antioxydants sont, généralement, utilisés : les antioxydants phénoliques (antioxydants primaires) et les phosphites (antioxydants secondaires) (Schwetlick et al., 1991; Pospisil, 1993). Le mode d'action des premiers consiste à désactiver les radicaux libres formés lors de l'oxydation du PE, ce qui implique leur transformation en des molécules stables. Alors que, celui des seconds consiste à réduire les hydroperoxydes (ROOH) en produits non radicalaires (Carette, 1992). Le schéma, présenté sur la figure I-4, explique clairement le mode d'action de chacun des deux types d'antioxydant (Lundbäck, 2005).



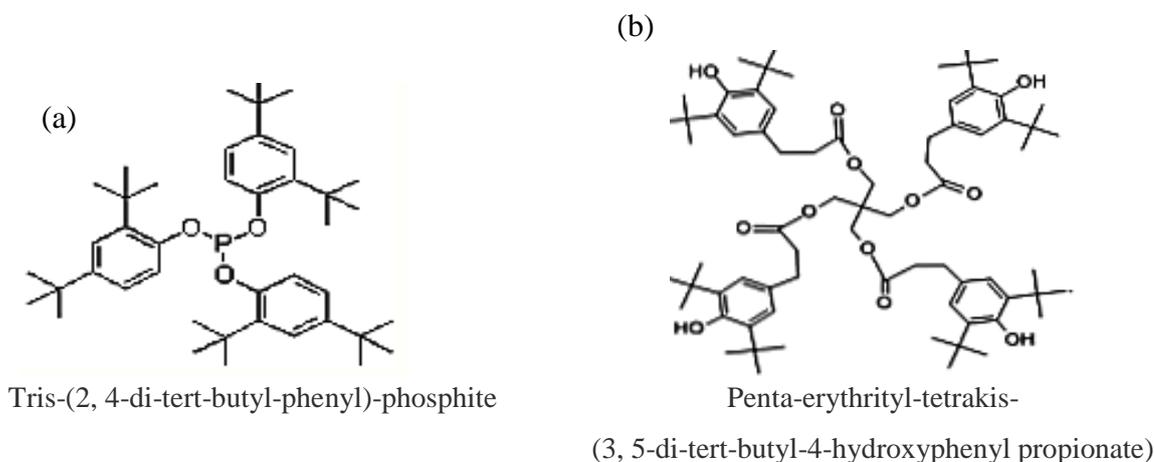
**Figure I-4:** Schéma représentatif du mode d'action des antioxydants primaire et secondaire au cours de la dégradation thermo-oxydante d'un polymère (Lundbäck, 2005).

Par ailleurs, chaque antioxydant possède une activité optimale sur une plage de température spécifique (Figure I-5). En effet, les antioxydants agissant à haute température assurent une protection pendant la mise en œuvre. Tandis que, ceux à large gamme de température, appelés antioxydants de fonctionnement, protègent le PE tout au long de son cycle de vie (Gedde et al., 1994 ; Tireau, 2011; Mkacher, 2012; Carlota, 2012).



**Figure I-5:** Evolution de l'efficacité des antioxydants avec la température (Hsuan et Koerner, 1998).

Généralement, il est d'usage d'utiliser des mélanges synergétiques d'antioxydants (Schwarzenbach, 1987 ; Chirinos-Padron et al., 1987; Moss et Zweifel, 1989 ; Bauer et al., 1997 ; Hoang et al., 2004). Par exemple, l'utilisation d'un phosphite, tel que l'Irgafos 168 (Figure I-6-a), combiné à un phénol de masse molaire élevée, tel que l'Irganox 1010 (Figure I-6-b), en concentrations massiques comprises entre 0,005 et 0,2 % (Klemchuk et Horng, 1991 ; Zaharescu et al, 1999 ; Davis et al., 2006) permettrait de stabiliser le PE au cours de la mise en forme à des températures de l'ordre de 200 à 300°C (Habicher, 2005).

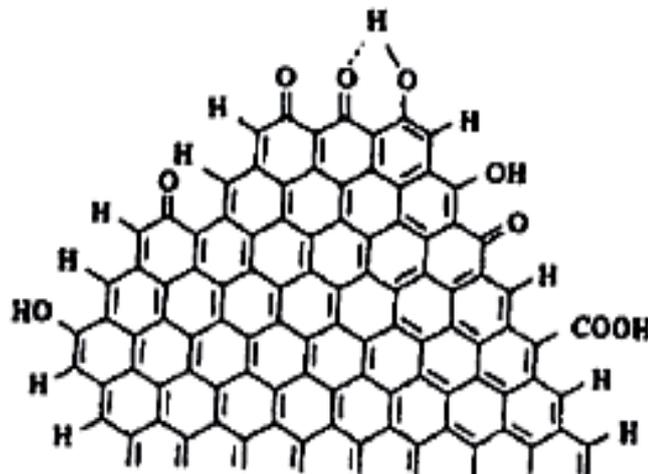


**Figure I-6:** Structure chimique des antioxydants : (a) Irgafos 168 (antioxydant secondaire), (b) Irganox 1010 (antioxydant primaire).

Les tubes installés à l'air libre doivent être bien protégés contre la lumière solaire à laquelle ils seront exposés pendant leur service. Le noir de carbone est le meilleur anti-UV utilisé dans ce cas, avec une teneur de 2 à 2,5 % en poids (EN1555-2, 2010 ; ISO4437, 2007). En raison de sa double fonction, anti-UV et stabilisant thermique (Allen et al., 1998), ce taux peut assurer une meilleure protection contre la thermo et la photo-dégradation des tubes pendant toute leur durée de service.

Ainsi, l'addition du noir de carbone peut améliorer l'effet synergétique entre les antioxydants primaires et secondaires et, de ce fait, augmenter la stabilité à la thermo-oxydation du PE (Phease et al., 2000).

Toutefois, les particules de noir de carbone doivent avoir une taille comprise entre 10 et 25 nm (Accorsi, 1999). Ceci est lié à son caractère hydrophile (l'eau peut être adsorbée à la surface des particules de noir de carbone) (Figure-I-7). De plus, elles doivent être bien dispersées dans la matrice du PE car des agglomérations importantes peuvent être à l'origine des défaillances d'un système de tubes (Davis et al., 2006 ; EN1555-2, 2010 ; ISO4437, 2007)

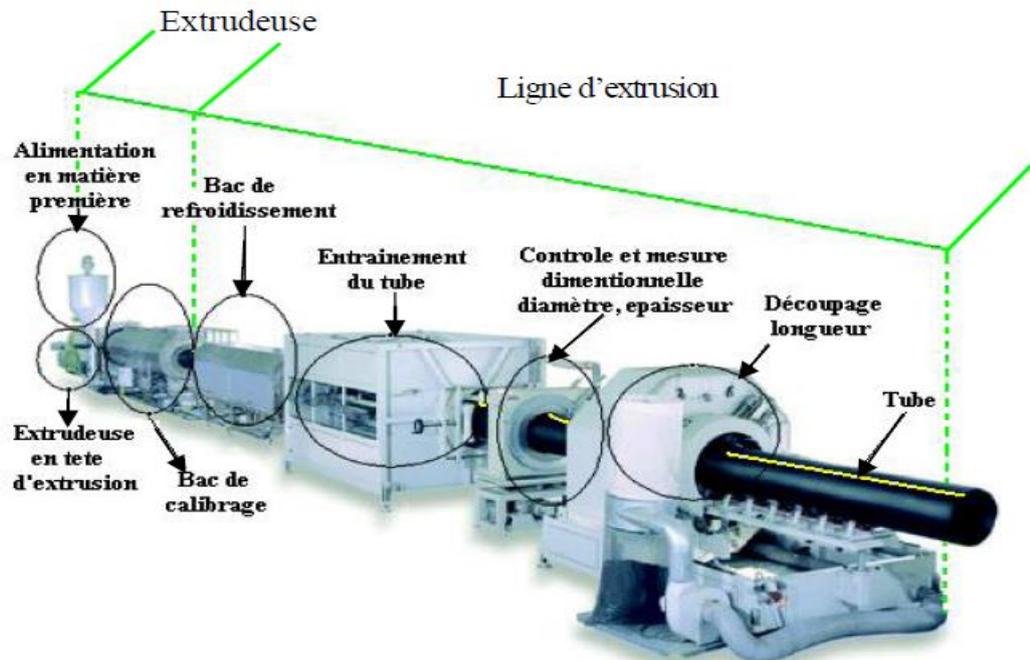


*Figure I-7 : Structure du noir de carbone d'après Allen et al. (1998).*

Par ailleurs, les tubes enterrés nécessitent moins de protection contre les rayons UV (protection durant leur stockage et transport). Cette protection peut être assurée par l'addition d'un absorbeur d'UV ou d'une amine à empêchement stérique, Hindered Amine Light Stabilizer HALS, (Figure I-4) (Davis et al., 2006).

### I.1.4 Procédé de fabrication des tubes en PE

Les tubes en PE sont fabriqués par un procédé d'extrusion continu (Figure 1-8). Le principe est d'introduire les granulés du PE au moyen d'une trémie d'alimentation dans un cylindre chauffé à l'intérieur duquel ils sont chauffés et fondus ensuite poussés par une vis d'Archimède d'une façon continue vers la filière qui donnera la forme finale du tube. L'ensemble trémie, cylindre, vis et filière constitue l'extrudeuse (Bost, 1982; PPI, 2014).



*Figure I-8 : Les différentes parties d'une ligne d'extrusion des tubes en PE (Puissant, 2009).*

A la sortie de la filière, le tube mou est soumis à un étirage isotherme à l'air libre induisant une orientation et une organisation des chaînes moléculaires selon l'axe d'étirage. Ce changement de la morphologie cristalline du PE conduit à des propriétés mécaniques différentes entre la direction de l'extrusion et la direction perpendiculaire (plus améliorée dans le sens d'étirage) (Dusunceli et Colak, 2008 ; Puissant, 2009).

Le tube est ensuite refroidi par le passage, en premier lieu, dans un bac de calibrage où son diamètre est ajusté à une dimension donnée et, en deuxième lieu, dans une série de bacs d'eau pour un refroidissement complémentaire. Le changement brusque de température auquel le PE a été soumis durant la trempe, conduit à la création d'un gradient de température dans la paroi du tube (Tifonova et al., 1997) et, par suite, à l'augmentation du taux de

crystallinité de l'extérieur à l'intérieur de la paroi du tube ,ce qui aboutit à l'augmentation des propriétés élastique du PE dans le même sens (Kiass, 2005 ; Carin, 2005).

A la fin de la ligne d'extrusion, le tube est découpé à la longueur désirée à l'aide d'une scie circulaire suiveuse.

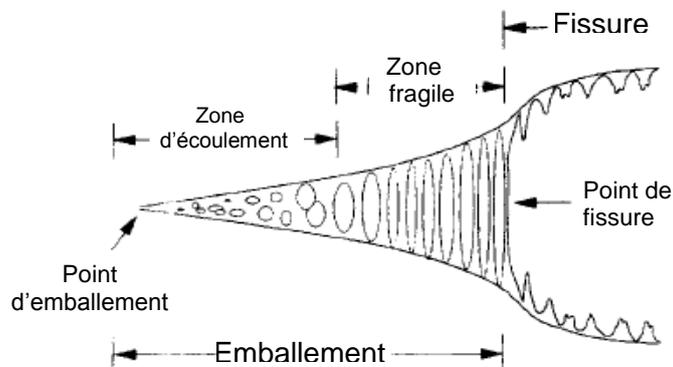
## I.1.5 Durabilité des tubes en PE

### I.1.5.1 Vieillessement des tubes en PE

Les fuites au niveau des canalisations enterrées peuvent être dues aux vieillissements physique et chimique du matériau de tube à cause de son exposition prolongée aux différentes contraintes mécaniques, aux microorganismes, aux produits chimiques, etc....

Le vieillissement du PE est caractérisé par le phénomène de fissuration sous contraintes chimiques et mécaniques. Les premières sont induites par l'environnement d'installation des tubes, alors que les secondes ont plusieurs origines telles que le fluide transporté, le tremblement de terre, le trafic routier, etc..... Le phénomène se manifeste d'abord par l'initiation des microfissures à l'intérieur ou à l'extérieur du tube ensuite par leur propagation au cours du temps jusqu'à sa rupture. (Figure I-9) (Fleissner, 1998 ; Zhang, 2006).

L'initiation des fissures peut avoir lieu aux points de concentration des contraintes (Ben Hadj Hamouda et al., 2001) alors que la vitesse de propagation des fissures est gouvernée par la totalité des contraintes auxquelles le tube sera exposé (Brown, 2007).

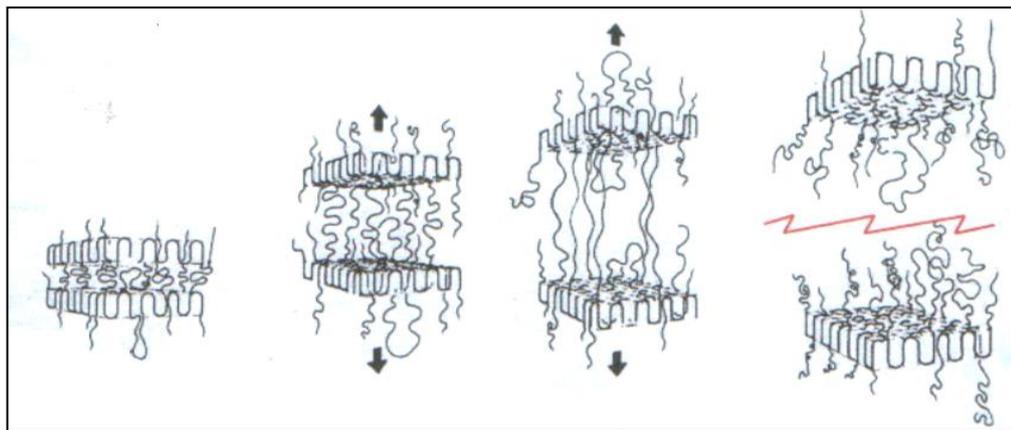


**Figure I-9** : Représentation schématique de la structure d'une craquelure (Fleissner, 1998).

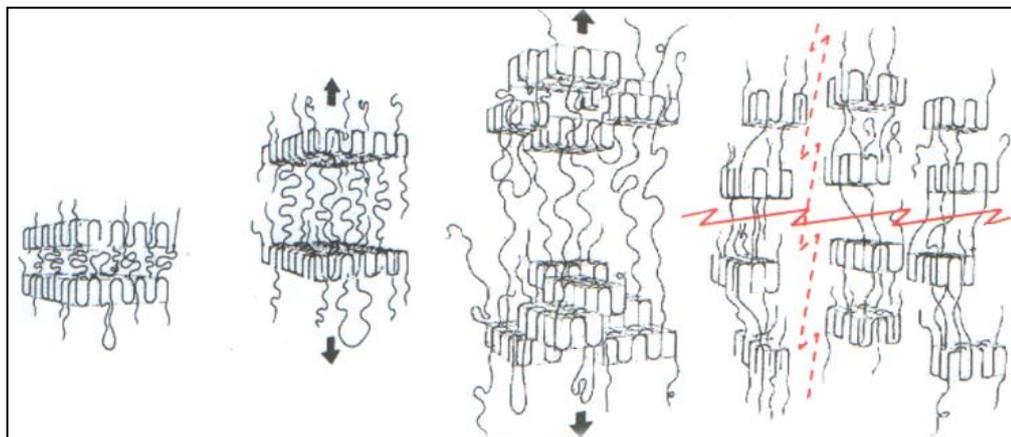
### 1.1.5.2 Rupture des tubes en PE

En fonction de l'intensité de la contrainte mécanique appliquée, la rupture du tube en PE se fait selon deux manières distinctes (Lustiger, 1985):

- Sous l'effet des faibles contraintes de traction, inférieures à la résistance mécanique du PE à court terme, les molécules de liens se démêlent et se relaxent à long terme où elle seront désenchevêtrées laissant derrière elles quelques unes qui n'ont pas pu supporter la contrainte appliquée conduisant à une rupture de type fragile dans la zone amorphe inter-lamellaire (Figure I-10).
- A forte contrainte, où la rupture est de type ductile, les liaisons secondaires dans la phase amorphe se tendent et s'alignent et la zone cristalline se détend. Lorsque les contraintes exercées deviennent trop fortes (au-delà du seuil d'écoulement), les macromolécules de la phase cristalline se séparent en petits segments (Figure I-11).



**Figure I-10:** Fissuration sous faible contrainte à l'échelle moléculaire à l'origine d'une rupture de type fragile (Lustiger, 1985).



**Figure I-11:** Fissuration sous contrainte élevée à l'échelle moléculaire à l'origine d'une rupture de type ductile (Lustiger, 1985).

### 1.1.5.3 Prédiction de la durée vie des tubes en PE

Les mécanismes de la rupture des tubes en PE, sous l'effet de la pression interne, sont divisés en trois parties ou régions caractéristiques A, B et C (Figure I-12). Dans la région A (le domaine des contraintes élevées), la rupture se produit avec une déformation importante (rupture ductile) provoquant un gonflement du tube puis un éclatement sous forme de bec de perroquet. Elle est due au développement rapide de micro-craquelures perpendiculairement à l'axe du tube sous l'effet de la pression interne (Ben Hadj Hamouda et al., 2001).

Dans la région B (le domaine des contraintes faibles), la rupture est produite suite à l'initiation et la propagation lente des microfissures produisant une fissure plane et parallèle à l'axe du tube sans déformation visible (rupture fragile). Le point de transition des ruptures ductile-fragile (le genou) détermine la durée de vie d'un tube à une température donnée (Barker et al., 1983 ; Gaube et al., 1985 ; Ifwarson, 1989 ; Gedde et Ifwarson, 1990 ; Brown et al., 1993, Lang et al., 1997).

Dans la région C, presque indépendante du niveau de la contrainte, la rupture fragile résulte de la dégradation thermo-oxydante du matériau du tube (Choi et al., 2009) ; elle peut avoir lieu après la consommation chimique ou la perte physique des antioxydants (Hsuan Y.G et Koerner, 1998 ; Hoang et Lowe, 2008 ; Tireau, 2011 ; Carlota, 2012).

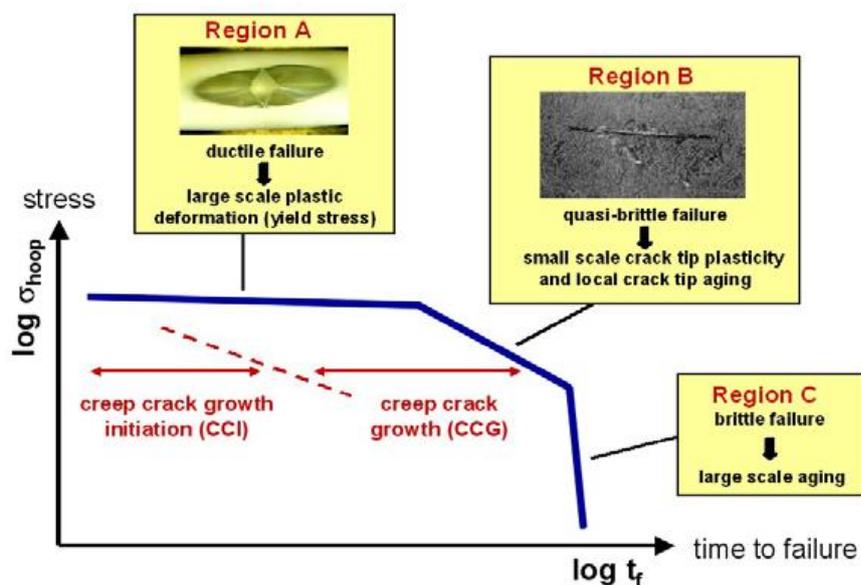


Figure I-12 : Illustration schématique des mécanismes de la rupture des tubes en PE sous pression (Lang et al., 1997).

Ainsi, le graphe représentant le logarithme de la contrainte circonférentielle ( $\sigma_{hoop}$ , hoop stress) en fonction du logarithme du temps de rupture, illustré sur la figure I-12, est, généralement, utilisé pour prédire la durée de vie du PE à la température ambiante (20°C) à laquelle la formation du genou nécessite une durée de temps très longue (impossible de la reproduire en laboratoire) ce qui a nécessité d'utiliser une méthode d'extrapolation, dans des conditions accélérées (Gedde et al., 1994), décrite dans la norme ISO 9080 (2003). Méthode basée sur la loi d'Arrhenius reliant la contrainte circonférentielle appliquée, le temps d'exposition et l'inverse de la température absolue du milieu. Cette méthode montre que la durée de vie est estimée à 50 ans pour le PE80, alors que pour les matériaux plus performants, tels que le PE100, elle peut atteindre les 100 ans.

De plus, cette méthode d'extrapolation a permis de déterminer la résistance minimale requise (MRS) qui représente la contrainte minimale à laquelle les tubes doivent résister pendant une durée de 50 ans à 20°C (voir paragraphe I.1.1).

Toutefois, Chudnovsky et al. (2002) trouvent que cette méthode est très coûteuse et demande beaucoup de temps (10 000 heures (>1 an) au minimum), notamment pour le PE100 (Sun et al. 2014).

Comme montré sur la figure I-12 et d'après Brown (2007) la résistance à la propagation lente des fissures détermine la durée de vie des tubes. Ainsi, Hessel (2006, 2007) a montré qu'en utilisant les résultats du test de FNCT (Full Noch Creep Test), conçu pour déterminer la résistance à des fissures des tubes de gaz (ISO 16770, 2004), à la place de ceux du test de pression hydrostatique et utilisant la même méthode d'extrapolation, nous pouvons aboutir à des estimations identiques (50 ans pour le PE80 et 100 ans pour le PE100) en économisant la moitié du temps.

Cependant, Chaoui et al. (2008) ont préféré utiliser le test de fatigue, pour étudier le phénomène de propagation des fissures dans les tubes de gaz, qui peut donner, d'après Zhou et al. (2011), des résultats plus fiables pendant un temps réduit, notamment pour la prédiction de la durée de vie des tubes en PE100.

Quant à Majer et al. (2016), dans autre approche, ils ont combiné l'effet de la pression hydrostatique et celui du point de chargement (Point load) sur le comportement de la

propagation des fissures. Ces auteurs trouvent que cette combinaison est très proche des conditions réelles auxquelles les tubes enterrés seront exposés en service, et que donc, cette approche est pertinente pour estimer la durée de vie des tubes en PE.

Dans le même but, une méthode de simulations numériques a été développée par Frank et al. (2009) et Hutar et al. (2011) pour prédire la durée de vie des tubes en PE. Elle se réfère à l'approche de la mécanique de la rupture, utilisée dans la littérature pour quantifier la propagation lente des fissures (Lu et Brown, 1992 ; Brostow et al., 1991; Schoeffl et Lang, 2015).

Alors que, Hoang et Lowe (2008) ont adopté une approche différente pour étudier la durabilité des tubes d'eau en PE100. Cette approche a été largement citée dans la littérature pour prévoir la durée de vie des géo-membranes en PEHD (Husuan et Koener, 1998; Mueller et Jakob, 2003; Mueller et al., 2003 ; Husuan et Li; 2005 ). Ces auteurs et ainsi que d'autres (Mkacher, 2012 ; Tireau, 2012) considèrent la thermo-oxydation comme le processus majeur de dégradation du PE. En effet, sa durée de vie peut être estimée en déterminant les vitesses de perte des antioxydants par des mesures du temps d'induction à l'oxydation (TIO) qui correspond au temps nécessaire pour perdre l'ensemble des antioxydants présents dans le matériau.

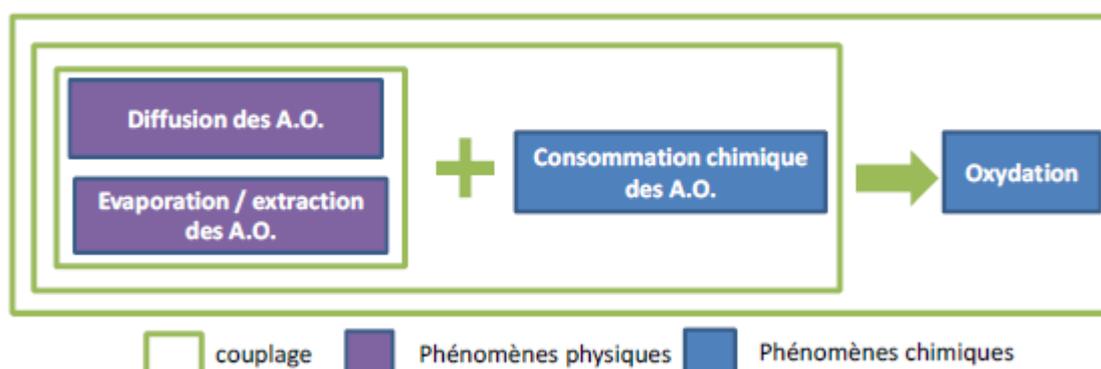
En se fiant aux résultats de mesure du TIO, Hoang et Lowe (2008) ont trouvé que la perte totale des antioxydants phénolique et phosphite est prévue au terme de 35 ans d'exposition des tubes en PE100 dans de l'eau à la température de service de 25°C, tandis que la durée de vie a été estimée à 85 ans.

Du fait que les tubes à base de PE des premières générations sont en service jusqu'à nos jours, certains auteurs se sont employés à étudier leur état et prévoir leur durée de vie résiduelle après de longues périodes d'utilisation. A titre d'exemple, Frank et al. (2009) ont constaté que les tubes en PE 80 (PE de la deuxième génération) en utilisation pendant 30 ans dans le domaine du gaz, sont en bon état et peuvent tenir jusqu'à plus de 50 ans. Tandis que la durée de vie restante des tubes, à base de PE de la même génération, en service pendant 41 dans le domaine de l'eau, a été estimée à 27 ans par Schulte et Hessel (2006).

#### 1.1.5.4 Perte physique des antioxydants

Les deux phénomènes prépondérants régissant la stabilité du PE sont : la migration des antioxydants du PE vers le milieu environnant extérieur ou intérieur (perte physique) et leur consommation par réaction avec les produits issus de l'oxydation du PE (perte chimique) (Sangam et Rowe, 2002 ; Han et al., 2004 ; Hoang et Lowe, 2008).

Un schéma représentatif des processus de perte des antioxydants du PE et leurs interactions est illustré sur la figure I-13.



**Figure I-13** : Schéma représentatif des processus de perte des antioxydants du PE et leurs interactions (Mkacher, 2012).

Ainsi, la perte physique des antioxydants se produit selon un processus de migration purement physique, conduisant à la réduction de la durée de vie du matériau.

Le processus de migration s'effectue en deux étapes : une première correspond à la diffusion de l'antioxydant vers la surface (dans la direction de gradient de concentration), la seconde correspond au passage des molécules de l'antioxydant de la surface vers le milieu environnant (Hsuan et Koerner ; 1998 ; Fayolle, 2005). Ces deux actes ont lieu simultanément, mais l'étape la plus lente contrôle la cinétique globale de perte.

Lors de la deuxième étape, la perte des antioxydants se fait par extraction si le milieu environnant est un liquide (comme l'eau) et par évaporation si le milieu est gazeux (air par exemple) (Allen et al., 1997 ; Sangam et Rowe, 2002 ; Hoang et Lowe, 2008 ; Tireau, 2011).

Par ailleurs, les trois phénomènes (diffusion, extraction et évaporation) sont influencés par la température (Allen et al., 1997, Lundback, 2006 ; Hoang et Lowe, 2008 ;

Mkacher ; 2012). A titre d'exemple, Möller et Gevert (1998), Han et al. (2004) et Mkacher (2012) ont mis en évidence que la vitesse d'évaporation des antioxydants phénoliques est une fonction croissante de la température. Le même comportement a été constaté pour leur diffusion, par Möller et Gevert (2003).

En ce qui concerne l'extraction, Hsuan et Koerner (1998) ont constaté qu'elle est dépendante de la température. De plus, Smith et al. (1992) ont montré, dans le cas des tubes en PEHD immergés dans de l'eau entre 80°C et 105°C, que la perte en antioxydants (un mélange synergique de phénol et phosphite) est rapide au début d'exposition ensuite elle diminue lorsque le temps d'induction à l'oxydation (TIO) atteindra 30 à 50% de sa valeur initiale.

En revanche Viebke et Gedde (2004) ont trouvé que la présence du noir de carbone dans la matrice du PE de tubes peut diminuer la perte des antioxydants en raison de la possibilité de leur adsorption en surface sur des particules de noir de carbone. En revanche, la présence d'eau favorise la migration des antioxydants car les molécules d'eau sont capables de s'adsorber, à la place des antioxydants, sur la surface des particules de noir de carbone.

Dans le cas d'une double exposition air/eau, selon Lundbäck et al. (2006), les phénomènes d'évaporation seraient négligeables devant l'extraction. Quand à Smith et al. (1992), ils ont estimé que l'extraction représente environ 75% des pertes totales en antioxydants tandis que l'évaporation n'en représente seulement que 25% à une même température.

Ainsi, la plus part d'études menées sur la perte des antioxydants par extraction visent à prédire la durée de vie, notamment des conduites d'eau (Lundbäck et al., 2006; Hoang et Lowe, 2008 ; Mittelman et al., 2008) en se basant sur des mesures du temps d'induction à l'oxydation (TIO).

Par ailleurs, des microorganismes peuvent s'installer à la surface des tubes enterrés et consommer les additifs du PE (Verdu, 1984), tels que les antioxydants. La diffusion du cœur vers la surface alimente en continu cette dernière de sorte qu'à terme, la quasi-totalité de l'adjuvant présent peut être consommée. Le PE devient donc plus vulnérable aux attaques bactériennes.

## **I.2 Soudage des tubes en polyéthylène (PE)**

Le soudage par fusion est l'une des méthodes utilisées pour assembler des pièces thermoplastiques. Ce procédé consiste à chauffer deux pièces simultanément et à les presser l'une contre l'autre. Les deux pièces refroidissent ensemble et forment une liaison permanente. Quand cela est réalisé correctement, les deux pièces deviennent indiscernables l'un de l'autre et les propriétés mécaniques de la soudure sont équivalentes à celles du matériau initial. Le soudage par fusion se fait par différentes techniques qui peuvent être divisés en deux principales catégories, selon la source de chaleur nécessaire à la fusion des thermoplastiques :

- Dans la première catégorie, la chaleur est générée par un mouvement mécanique, c'est le cas du soudage par vibrations ultrasoniques, le soudage par friction, etc.....
- Dans la deuxième, la chaleur provient d'une source externe telle que : une plaque chauffante (cas du soudage par polyfusion et soudage par bout à bout), une résistance thermique (cas du soudage par électrofusion) ou un rayonnement thermique (cas du soudage par infrarouge, par laser....) (Sercer et Raos, 2017).

L'utilisation du soudage par fusion dans le domaine des tubes sous pressions remonte au années 60. Ce mode a été initialement utilisé en Europe pour la réalisation des réseaux d'eau potable. Par la suite, il s'est étendu aux systèmes de tubes de gaz naturel où il a fait ses preuves de sécurité et d'efficacité. La technique la plus anciennement utilisée est le soudage par bout à bout. Les techniques de la poly-fusion et de l'électro-fusion viennent après (Potente, 1988; Grann-Mayer, 2005 ; Troughton, 2008; PPI, 2014). A l'inverse du soudage bout à bout, dans les deux dernières techniques, les tubes en PE sont raccordés au moyen des raccords (manchon, selle de branchement, coude, bouchon, ..... ) à base de même type de PE, fabriqués par injection. Les autres techniques telles que le soudage par friction, ultrason, infrarouge, induction et par laser n'ont pas trouvé un grand débouché dans le domaine de tubes à cause de leur coût élevé. Elles sont conçues uniquement pour quelques applications spécifiques (Kagan et Nichols ; 2005 ; Siddiq et Ghassemieh, 2008 ; Dong, 2005, Grewelle et Benatar, 2007 ; Levy et al., 2008).

### **I.2.1 Diffusion macromoléculaire à l'interface des soudures**

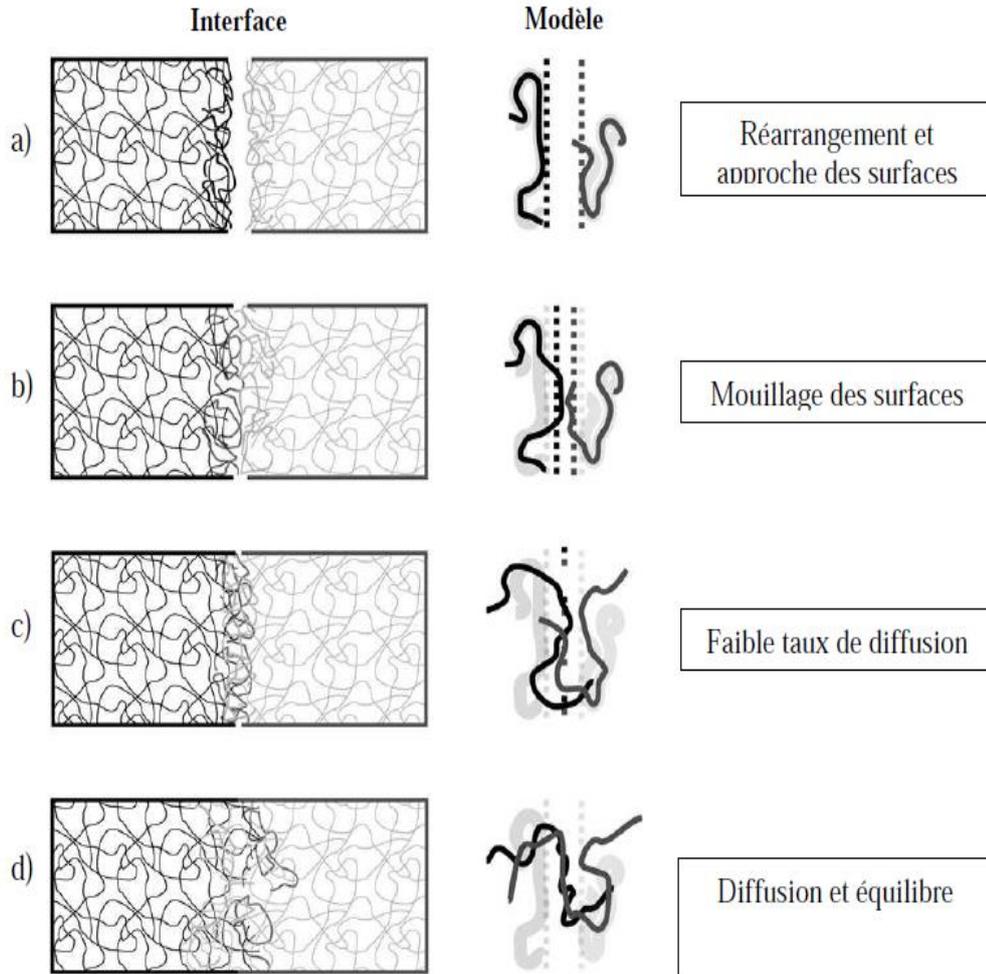
Lorsque deux blocs d'un même matériau sont mis en contact pendant une certaine durée et à une température donnée, l'interface qui les sépare finit par disparaître, et les deux

blocs n'en forment plus qu'un. Ce phénomène d'importance se produit dans le cas du soudage par fusion.

Les études qui traitent du mécanisme d'adhésion des matériaux polymères entre eux, sont nombreuses. Dans le cas du soudage par fusion, ce mécanisme résulte de la présence de deux phénomènes : le mouillage et l'inter-diffusion. Le premier, appelé aussi « cicatrisation », fait intervenir les tensions de surfaces en contact et prédomine aux températures inférieures à la température de fusion du polymère (Schonhorn et Sharpe, 1965), alors que le phénomène d'inter-diffusion des chaînes macromoléculaires se traduit par un enchevêtrement des macromolécules au niveau de l'interface entre les deux polymères à assembler (Grewelle et Benatar, 2007). Ce phénomène existe aux températures et aux temps de soudage élevés (Jud et Kausch, 1979). Pour que ce phénomène ait lieu, les molécules doivent être suffisamment mobiles. Il dépend de la capacité des macromolécules à s'enchevêtrer et de la compatibilité entre les deux polymères assemblés (Saint-Royre et al., 1989).

Wool et O'Connor (1981) ont proposé de représenter le modèle d'inter-diffusion macromoléculaire en quatre étapes, illustrées par les figures I-14-a, I-14-b, I-14-c et I-14-d :

- 1-** Réarrangement et rapprochement des surfaces : deux surfaces sont maintenues en contact et portées à une température au dessus de la température de fusion pour que les chaînes macromoléculaires acquièrent l'énergie cinétique nécessaire à leur mobilité (Figure I-14- a).
- 2 -** Mouillage des surfaces (Figure I-14- b).
- 3 -** Faible taux de diffusion : les macromolécules glissent les unes par rapport aux autres et s'enchevêtrent de part et d'autre de l'interface (Figure I-14-c).
- 4-** Diffusion et équilibre : les macromolécules s'interpénètrent progressivement, jusqu'à atteindre l'équilibre suffisamment profondément. Les macromolécules tendent alors à se relaxer et à prendre des conformations énergétiquement favorables par rapport à leur environnement (Figure I-14- d).



**Figure I-14:** *Etapes d'inter-diffusion moléculaire au cours du soudage par fusion, selon le modèle de Wu et al. (2008).*

## **I.2.2 Techniques de soudage des tubes en PE**

Dans cette partie, nous allons décrire les techniques adoptées dans le domaine de distribution du gaz naturel à savoir, le soudage bout à bout, la poly-fusion et l'électro-fusion.

### ***1.2.2.1 Le soudage bout à bout***

En Algérie, le soudage bout à bout est utilisé depuis le début des années 70 (début d'utilisation des tubes en PE en Algérie) par la société SONELGAZ pour la réalisation de ses réseaux de distribution du gaz naturel.

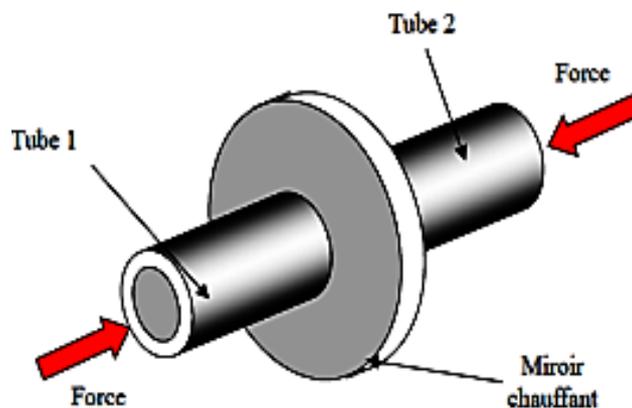
C'est une technique simple à réaliser et moins coûteuse (pas de raccords ou autres matières). Elle permet d'assembler les tubes de diamètres très variés allant de 90 à 1200 mm. A l'inverse de l'électro-fusion, le soudage bout à bout est très conçu pour les canalisations de

grands diamètres (à cause du prix élevé des pièces de raccordement) (Akkurt, 2014). Il est donc plus utilisé pour assembler les tubes d'eau que les tubes de gaz à cause de la large gamme de diamètres qui existe dans le domaine du transport et de la distribution de l'eau potable.

#### **a) Principe**

Le soudage bout à bout consiste à chauffer la surface des extrémités des tubes à assembler au moyen d'une plaque chauffante (ou miroir chauffant) ensuite à mettre en contact ces surfaces ramollies en exerçant une certaine pression et enfin à laisser refroidir l'ensemble ainsi constitué jusqu'à la solidification totale (Figure I-15) (Potente et al., 1988; ISO11414, 2009; Troughton, 2008; Grann-Mayer, 2005; EN1555-5, 2010).

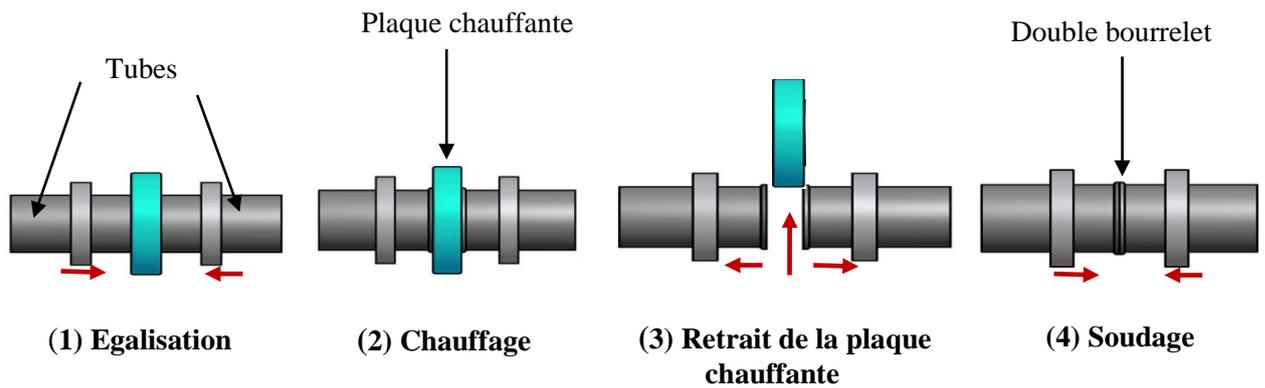
Les soudures obtenues sont caractérisées par l'apparition d'un double bourrelet (ou cordon de soudure). Sa forme est utilisée généralement pour donner une première indication visuelle sur la qualité des soudures (EN1555-6, 1995).



**Figure I-15 : Principe du soudage bout à bout (Hehn, 2006).**

#### **b) Principales étapes du soudage bout à bout**

Le processus de soudage bout à bout est divisé en quatre étapes et actions considérées très utiles afin d'obtenir une soudure de bonne qualité (Figure I-16).



*Figure I-16 : Les principales étapes du soudage bout à bout.*

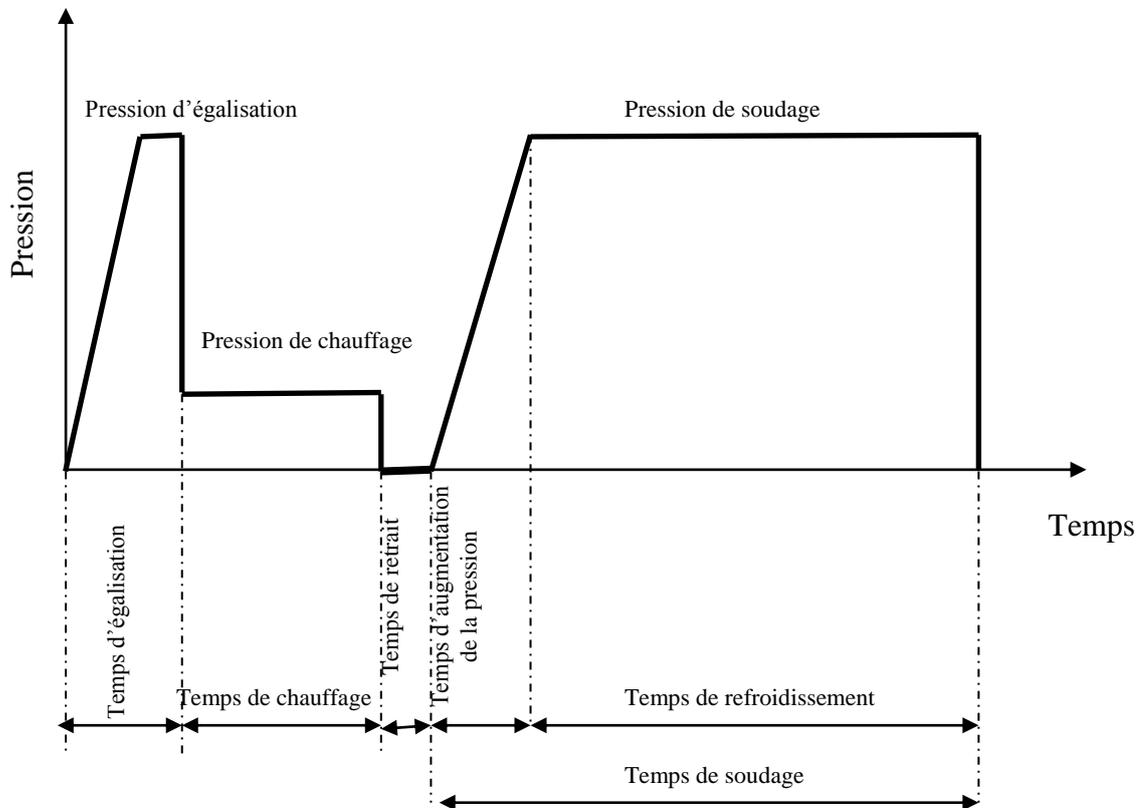
(1) **Egalisation :** Les deux surfaces des tubes à assembler, préalablement nettoyées et rabotées pour obtenir une surface la plus lisse possible au niveau du plan de soudage, sont plaquées contre la plaque chauffante avec une pression appropriée pendant quelques secondes (temps d'égalisation). Sous l'effet de cette pression et de la chaleur, transférée par conduction, une partie de la matière fusionnée est éjectée latéralement à l'extérieur des deux surfaces formant une couche fine constituant le bourrelet de soudage.

(2) **Chauffage :** Durant cette étape, les deux tubes sont maintenus en contact avec la plaque chauffante à une pression modérée (pression de chauffage) pendant un certain temps (temps de chauffage), égale à environ dix fois l'épaisseur de la paroi du tube assurant la pénétration de la chaleur dans les surfaces jusqu'à atteindre la température de soudage. La couche de polymère fondu s'élargit sous l'effet de la température, le développement des bourrelets se poursuivant pendant cette étape.

(3) **Retrait de la plaque chauffante :** Après le chauffage, la plaque chauffante est retirée le plus rapidement possible afin d'éviter le refroidissement du matériau fondu en contact avec l'air ambiant.

(4) **Soudage :** C'est la dernière étape durant laquelle les deux surfaces chauffées sont directement mises en contact à une vitesse presque nulle. La pression de mise en contact augmente linéairement pendant un temps spécifié d'atteinte de la pression de soudage qui sera maintenue pendant un temps de refroidissement correspondant à la solidification de la soudure. Durant cette étape, une diffusion intermoléculaire se produit, créant un enchevêtrement des chaînes polymériques, déterminant ainsi la résistance de la soudure (Potente et Tappe, 1989 ; Stokes, 1989 ; 1997 ; Grewell et al., 2003 ; PPI, 2009).

La figure I-17 présente le cycle de fusion pour le soudage bout à bout ainsi décrit dans les normes DVS 2207-1 (1995), ISO 21307 (2011) et ASTM F1056 (1997).



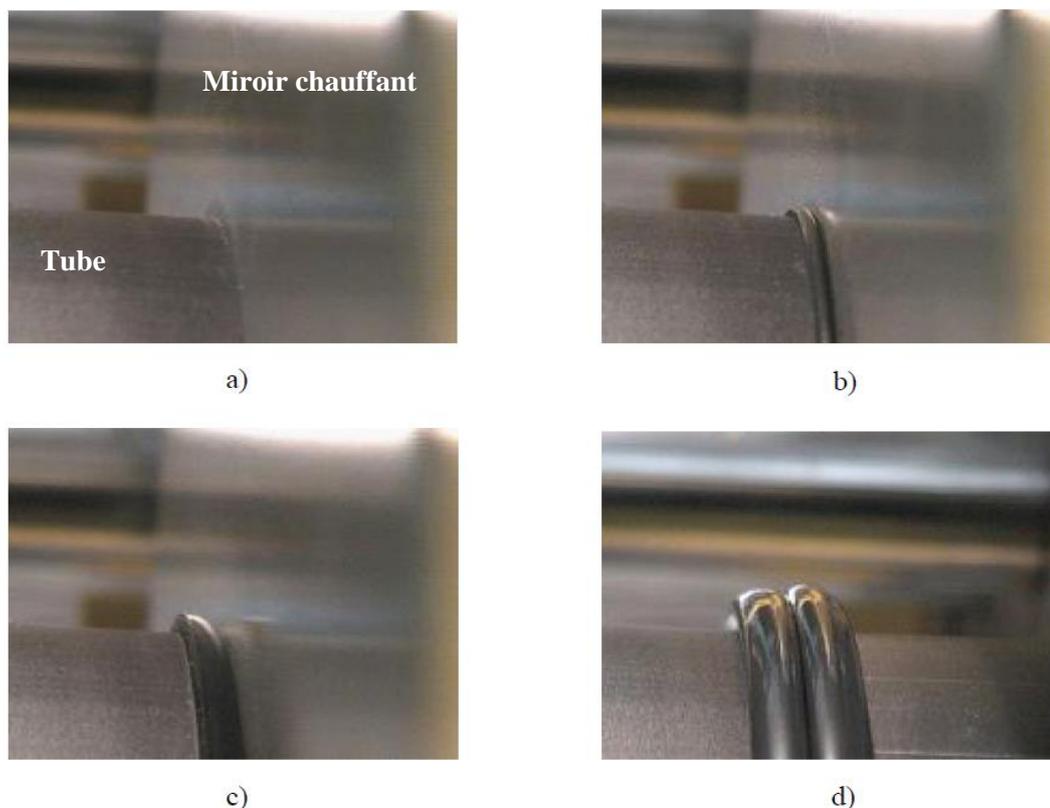
**Figure I-17** : Cycle de soudage bout à bout (DVS 2207-1, 1995).

### **c) Formation des bourrelets de soudure**

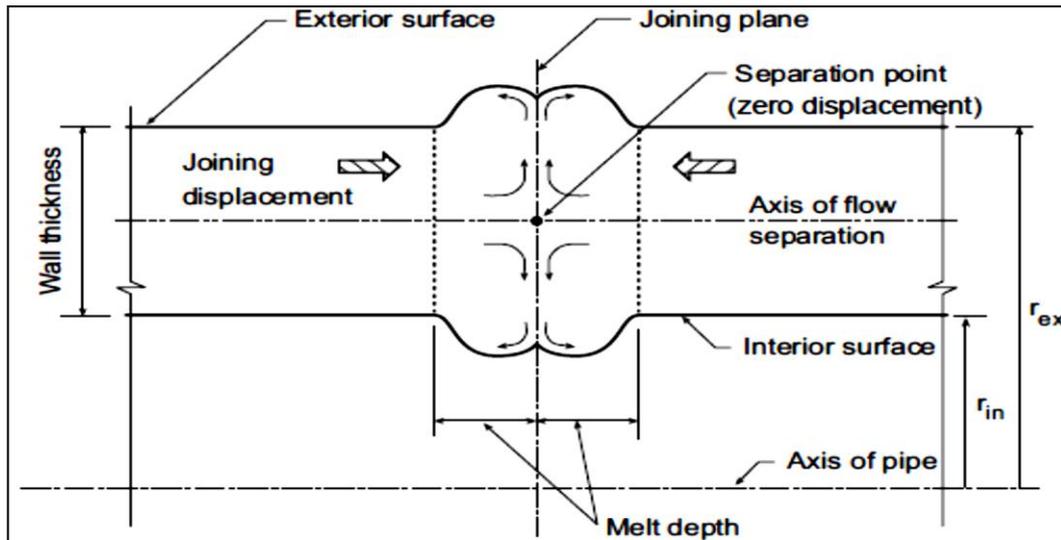
L'analyse du procédé de soudage bout à bout par Hehn (2006) a montré que les étapes d'égalisation, de chauffage et de soudage jouent un rôle primordial dans l'évolution des bourrelets de soudure. Cette évolution est bien illustrée par les figures I-18-a, I-18-d, I-18-c et I-18-d. Les bourrelets se développent sous l'effet du chauffage et de la pression appliquée sur les tubes.

La température est la responsable de la forte augmentation du volume des bourrelets durant l'étape de chauffage (pression très faible) mettant en évidence l'importance de la dilatation thermique du polymère. Comme le plus grand déplacement de matière se produit pendant la phase de soudage par pression des tubes l'un contre l'autre, la couche de polymère fondu, formée dans les étapes d'égalisation et de chauffage, est éjectée latéralement (Zieglzer, 2004).

Selon Daigle et al. (2003), la théorie de déplacement de la matière fondue, durant la phase de soudage, schématisée sur la figure I-19, est basée sur l'hypothèse que lorsque deux extrémités molles de tubes sont mises en contact sous une pression donnée, une partie de matière est poussée vers l'extérieur de la paroi du tube, formant les bourrelets externes et internes de soudure, alors que le reste de matière, au niveau du plan de soudage, ne subissant aucun déplacement. Ainsi, chaque bourrelet termine sa formation en s'enroulant sur lui-même, lui donnant une forme finale (forme torique visible sur la figure I-18-d).



**Figure I-18** : *Forme des bourrelets de soudure à différents moments du soudage : a) Début de l'égalisation, b) Fin de l'égalisation - début du chauffage, c) Fin du chauffage, d) Fin du soudage (Hehn, 2006).*



**Figure I-19:** Présentation schématique de l'écoulement de la matière fondue durant la phase de soudage bout à bout (Daigle et al., 2003).

### 1.2.2.2 Le soudage par poly-fusion

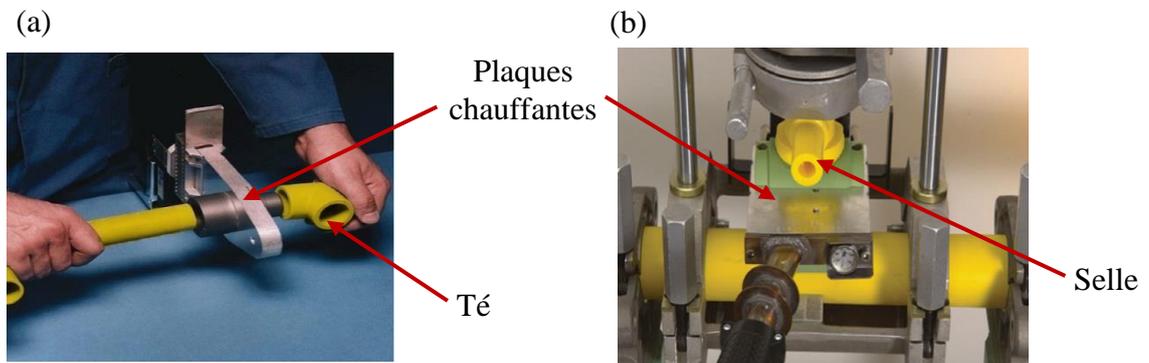
La technique de soudage par poly-fusion est apparue après le soudage bout à bout. Elle a été développée pour répondre au besoin d'assemblage de tubes d'épaisseurs différentes ; ce qui n'est pas possible à réaliser par la technique du soudage bout à bout, mais elle présente l'inconvénient d'être couteuse, ce qui limite son utilisation pour l'assemblage des tubes de petit diamètre (jusqu'au diamètre 125 mm).

Ainsi, cette technique a été utilisée en Algérie à la fin des années 70. Au terme d'une vingtaine d'années environ, elle a été abandonnée suite à l'apparition de la technique d'électro-soudage (source Sonelgaz). Par contre, aux Etats Unis, elle a existé jusqu'à nos jours.

#### a) Principe

Le principe de cette technique consiste à assembler les tubes à l'aide des pièces injectées en PE (manchon, selle de branchement, etc....) en utilisant des plaques chauffantes spéciales permettant de chauffer simultanément les surfaces à souder c'est-à-dire celles du tube et du raccord.

Dans le cas d'assemblage des tubes à l'aide d'un manchon, d'un coude, d'un bouchon ou d'un té, la plaque chauffante utilisée est munie de deux douilles mâle et femelle (Figure I-20-a). Tandis que pour le raccordement au moyen d'une selle de branchement ou d'une selle té, l'élément chauffant utilisé est muni d'une surface courbée (Figure I-20-b) (Sonelgaz, 1997 ; Grewell et Benatar, 2007 ; Troughton, 2008)

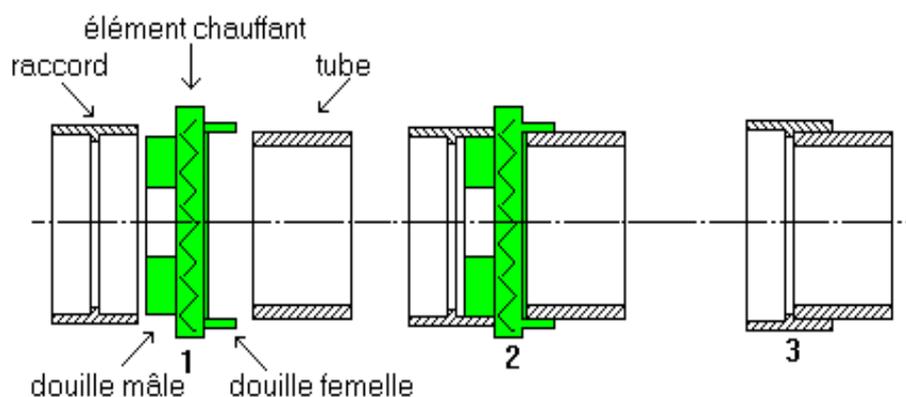


**Figure I-20:** Principe du soudage par poly-fusion : (a) Soudage d'un tube et un té, (b) Soudage d'un tube et une selle (Troughton, 2008).

#### **b) Les étapes du soudage par poly-fusion**

Trois étapes essentielles sont suivies pour le soudage des tubes par poly-fusion (Figure I-21):

- **Etape 1 :** Après le nettoyage, l'extrémité du tube à raccorder est introduite dans la douille femelle de la plaque chauffante au même temps que l'introduction de la douille mâle dans l'une des extrémités du raccord. Dans le cas du raccordement d'une selle, les surfaces à souder sont mises en contact avec les faces de la plaque chauffante adaptées à chacune.
- **Etape 2 :** Les surfaces du tube et du raccord sont simultanément chauffée à une température adéquate pendant un temps approprié.
- **Etape 3 :** Après le chauffage, les extrémités du tube et du raccord sont retirées rapidement de la plaque chauffante puis directement introduites l'une dans l'autre de sorte que les surfaces chauffées du raccord et du tube sont rapidement plaquées l'une contre l'autre comme le cas de la selle. L'ensemble est maintenue fixé jusqu'à l'épuisement de la totalité du temps de refroidissement recommandé pour la solidification de la soudure (Wavin Plastics Limited, 1983 ; Grewell et Benatar, 2007 ; PPI, 2014).



**Figure I-21** : Schéma présentant les étapes du soudage par poly-fusion : (1) Insertion de la plaque chauffante, (2) Chauffage des surfaces à souder, (3) Soudage (Sonelgaz, 1997).

### **I.2.2.3 Le soudage par électro-fusion**

La technique de soudage par fusion a été développée en 1956 par Mannesman (Mannesman, 1956) pour assembler les tubes de pression en PE. Alors que sa première utilisation, pour la construction des réseaux de gaz, remonte au milieu des années 70 par Gaz de France.

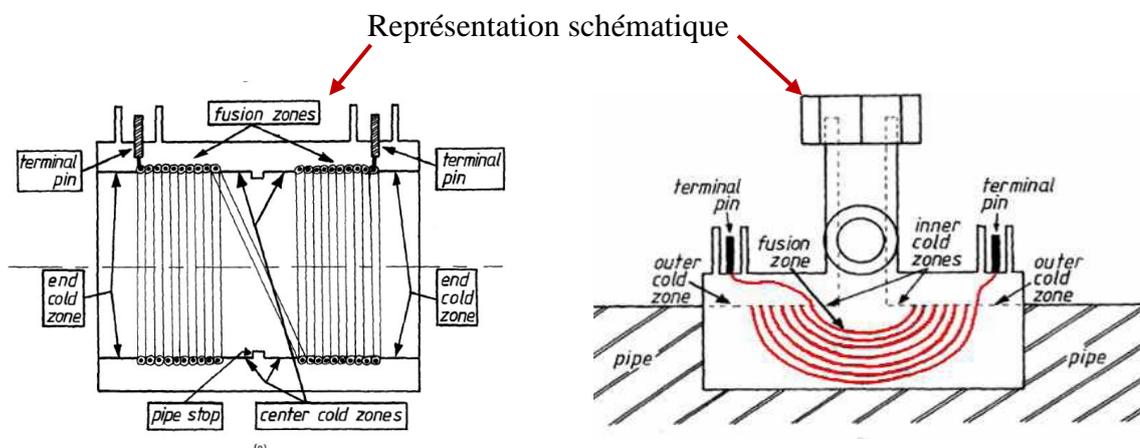
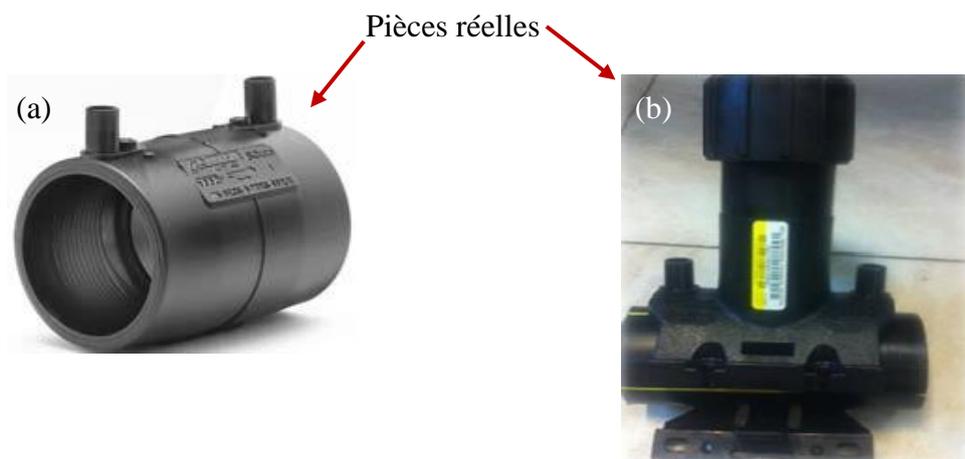
Contrairement à la poly-fusion, lors de l'électro-soudage, les tubes sont raccordés au moyen de pièces en PE soudées électriquement aux surfaces externes des tubes sans utiliser de plaques chauffantes. Il s'agit d'un processus simple avec faible exigence d'énergie et équipement. Cette technique s'avère être donc la plus avantageuse, plus particulièrement pour les installations spécifiques (tranchée étroite, accès difficiles, réparation...) en raison de la facilité d'installation avec minimum de coût (le coût élevé du raccord est compensé par la facilité d'installation). Elle peut être utilisée pour assembler les tubes de diamètre 20 jusqu'à 200 mm (Akkurt, 2014).

#### **a) Principe**

La technique de l'électro-soudage consiste à joindre les tubes à l'aide de raccords dits « électro-soudables », manchon, selle de branchement, prise de dérivation, etc... (Figure I-22) comportant un enroulement métallique incorporé à sa leur surface interne au moment de leur fabrication par injection. Par effet Joule, le fil métallique apporte l'énergie nécessaire pour générer la fusion de la matière adjacente. Les parties en dehors des zones de fusion sont des zones non soudées, appelées « zones froides », dont la matière est restée à l'état solide (Figure I-23). La faible conductivité du polyéthylène favorise cet emprisonnement de la matière.



*Figure I-22 : Raccords utilisés lors du soudage par l'électro-fusion.*



*Figure I-23 : Représentation schématique des raccords électro-soudables : (a) Manchon, (b) Selle té (Bowman, 1997).*

Le rôle des zones froides est d'empêcher l'éjection de la matière fondue à l'extérieur, sous la pression liée à la dilatation du polymère, et donc de la maintenir dans les zones de fusion (Hanjong Plastic Inc., 1995 ; Bowman, 1997 ; Grann-Mayer, 2005 ; Nakashiba et al., 1993 ; Nishimura, 1994).

Les fils chauffants sont fabriqués à partir d'alliage de cuivre, de zinc et de nickel. A titre d'exemple, cinq types d'alliages sont utilisés pour la fabrication des fils chauffants : Cu<sub>99</sub> (ETP), Cu<sub>95</sub>Zn<sub>5</sub>, Cu<sub>80</sub>Zn<sub>20</sub>, Cu<sub>90</sub>Ni<sub>10</sub>, Cu<sub>66</sub>Ni<sub>44</sub>.

### ***b) Les étapes du soudage par électro-fusion***

Les étapes suivantes sont indispensables afin d'obtenir un assemblage fiable :

- **Étape 1 :** Le processus commence par un grattage uniforme de la surface du tube à souder (Figure I-24) afin d'enlever la couche de surface éventuellement dégradée. Il se poursuit par un nettoyage des surfaces des tubes et du raccord avec un solvant adapté afin de réduire tout risque de pollution.



***Figure I-24: Grattage de la surface des tubes à souder par électro-fusion.***

- **Étape 2 :** Les parties à souder (tubes et raccord) sont assemblées ensuite fixées sur un positionneur adapté au diamètre des tubes et au type du raccord (Figure I-25). Ce dispositif permet un positionnement parfait du raccord et un bon alignement des parties à souder. Le raccord est ensuite relié à une machine de soudage.



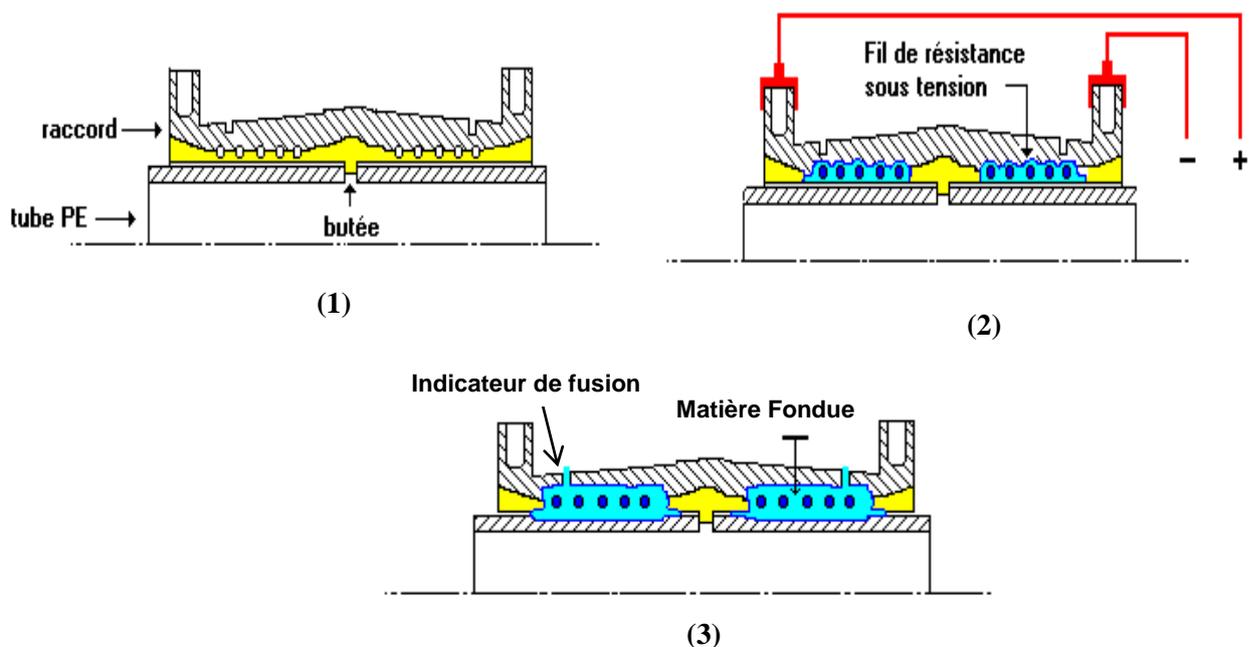
***Figure I-25: Fixation des parties à souder par électro-fusion à l'aide du positionneur.***

- **Etape 3 :** Lorsque le courant électrique passe dans le fil de résistance, le matériau au niveau des zones de fusion, se gonfle, remplissant le vide entre le tube et le raccord ; ensuite les deux surfaces en contact commencent à fondre au delà de leur température de fusion. Pendant un temps de chauffage donné, la diffusion intermoléculaire à travers l'interface de soudure a lieu ainsi que les enchevêtrements des chaînes polymériques créent une soudure qui se solidifie au gré d'un refroidissement lent durant un temps approprié (Figure I-26).

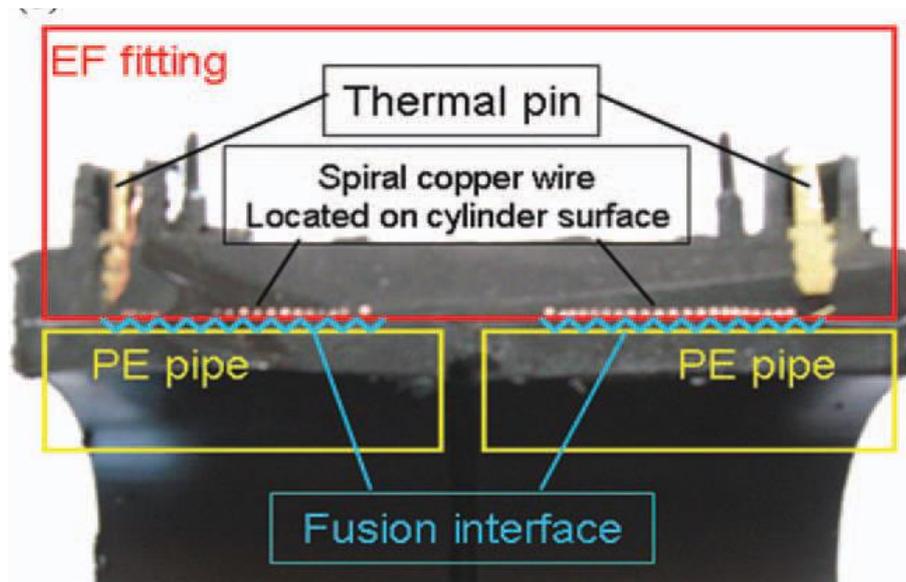
Lors du refroidissement, le PE se recristallise d'abord aux parties adjacentes aux zones froides puis vers l'intérieur entraînant de fait, un rétrécissement du PE et donc, la diminution du diamètre extérieur du tube (Wool et al., 1989 ; ISO1555-6, 1995 ; ISO11413, 2008, Troughton, 2008 ; PPI, 2014) .

Pour chaque zone de fusion, un indicateur de fusion (ou témoin de soudage) se trouve dans la paroi du raccord qui sera poussé à l'extérieur durant la fusion de la matière. C'est une indication visible lors du processus de soudage (Figure I-26).

Une coupe dans un assemblage de tubes et manchon, après la solidification de la soudure, est présentée sur la figure I-27.



**Figure I-26 :** Principe et étapes du soudage par électro-fusion (Sonelgaz, 1997).



*Figure I-27: Coupe dans un assemblage de tubes et manchon par électro-fusion (Shi et al., 2011).*

### **I.3 Facteurs affectant la qualité des soudures de tubes en PE**

Des soudures de mauvaise qualité ont parfois été constatées. Elles peuvent avoir différentes origines. Une réalisation incorrecte du soudage à cause du non respect des procédures et des paramètres recommandés de soudage (Température, pression, temps de chauffage, temps de refroidissement....) conduisent à des assemblages défectueux. De plus, les conditions climatiques (soleil, vent de sable, climat froid, pluie, neige...) peuvent influencer la température de soudage et contaminer les surfaces des tubes à souder et, par conséquent, diminuer la qualité des soudures. Les propriétés des matériaux des tubes à souder peuvent également avoir un effet néfaste.

La qualité des soudures dépend aussi de l'état des machines de soudage utilisées qui doivent être systématiquement étalonnées et entretenues.

Dans ce qui suit, nous présentons les principaux facteurs pouvant altérer la qualité des soudures en citant quelques travaux de recherche menés dans ce sens. Nous nous intéressons aux techniques de soudage bout à bout et d'électro-soudage.

### **I.3.1 Cas du soudage bout à bout**

#### ***I.3.1.1 Influence des paramètres de soudage***

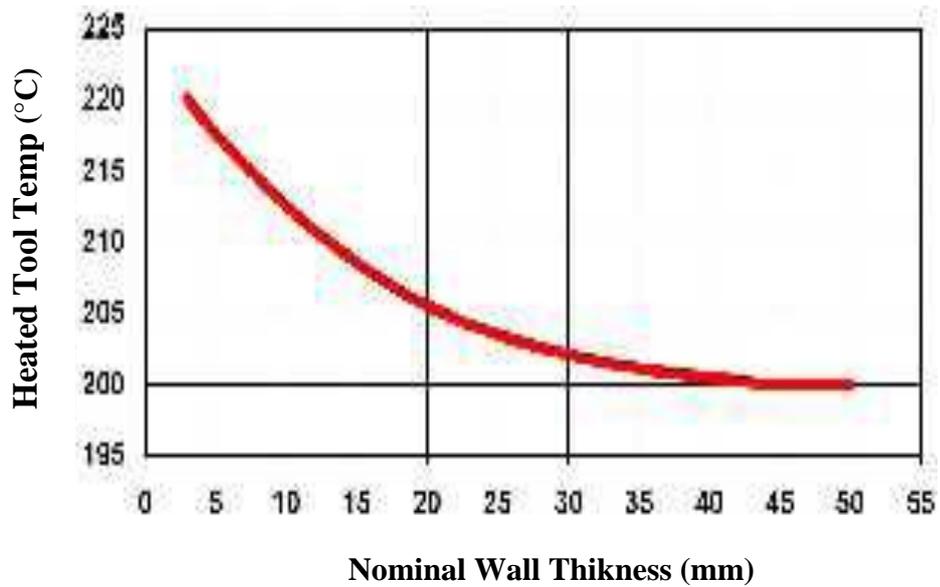
D'après Pimputkar (1989) et Potente et Tappe (1985), le soudage bout à bout est un procédé sensible à différents paramètres qui peuvent entraîner des différences en terme de qualité. Les plus importants sont :

- La température de chauffage.
- La pression de chauffage.
- Le temps de chauffage.
- La pression de soudage.
- Le temps de refroidissement.

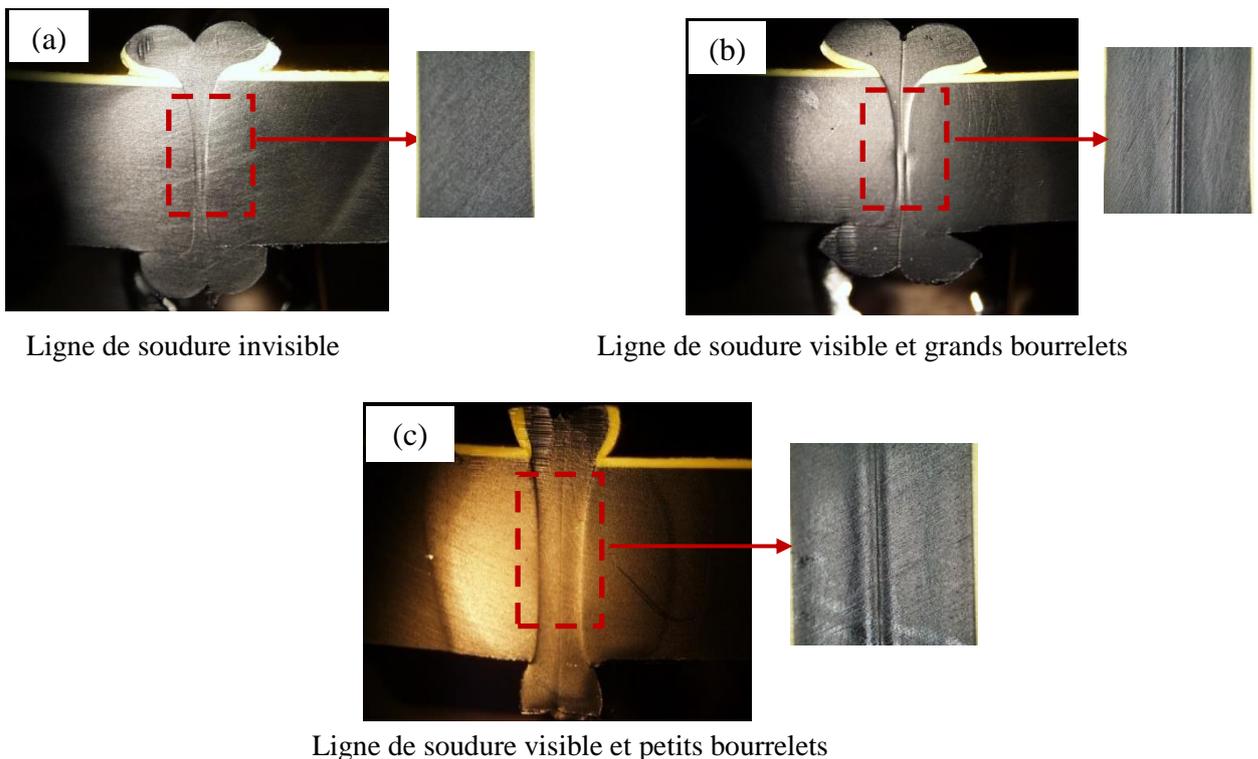
Barber et Atkinson (1974) et DeCourcy et Atkinson (1997) ont trouvé que la température de chauffage des surfaces à souder est choisie en fonction de la température de fusion et du MFI du matériau des tubes. D'après Nieh et al. (1993), une température de soudage trop élevée peut provoquer une altération des chaînes polymériques (la dégradation) et donc des changements dans la structure moléculaire, tandis qu'une température trop basse conduit à une insuffisance d'interpénétration des chaînes moléculaires à l'interface de la soudure ainsi qu'à la formation des vides considérées comme des zones froides et, donc, des zones de défaillance. Dans les deux cas, des soudures fragiles seront obtenues.

La température de chauffage dépend aussi de l'épaisseur de paroi des tubes à souder. En effet, les tubes à paroi épaisse nécessitent une température plus faible que les tubes à paroi mince (Figure I-28) (DVS, 2008 ; Starostin et Ammosova, 2009).

Le temps de chauffage a un effet semblable à la température du chauffage. D'après Savu et al. (2014), un chauffage très lent augmente la quantité éjectée du matériau fusionné et par conséquent de grands bourrelets seront formés, laissant uniquement une faible quantité de matière constituant la soudure. Dans ce cas une ligne, appelée « ligne de soudure », très visible sera observée à l'interface (Figure I-29-a). Cependant, un chauffage très rapide conduit à la formation de petits bourrelets ainsi qu'une ligne visible de soudure (Figure I-29-b). Par conséquent, le temps de chauffage doit être ajusté afin de permettre aux chaînes moléculaires d'interpénétrer les une dans les autres profondément et étroitement de manière à garantir une bonne adhésion (Figure I-29-c) (NETL, 2003).



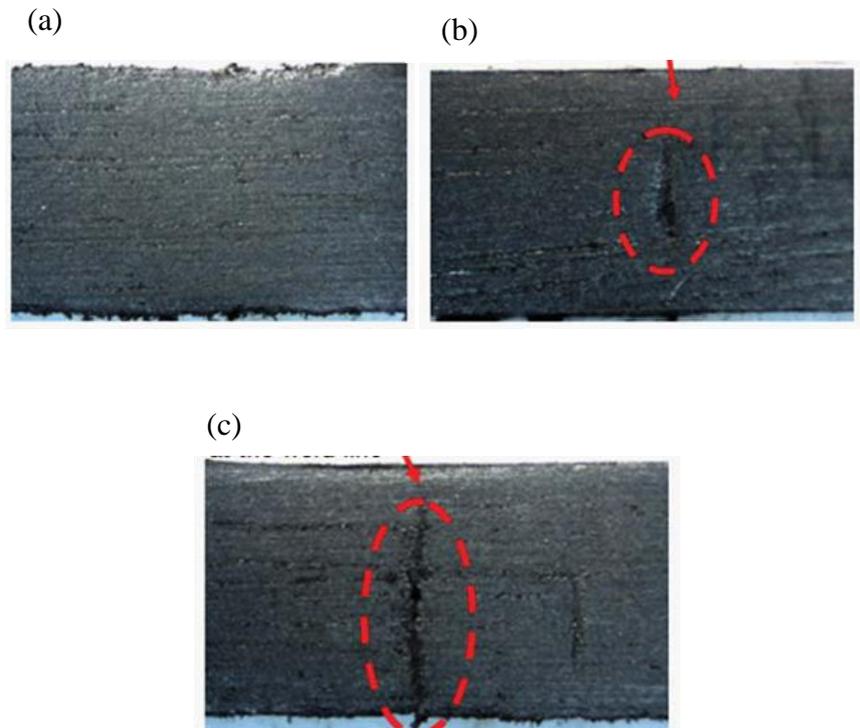
**Figure I-28 :** Variation de la température de chauffage en fonction de l'épaisseur nominale de la paroi des tubes en PE (Starostin et Ammosova, 2009).



**Figure I-29:** Coupes dans des soudures bout à bout réalisées :(a) Dans des conditions optimales, (b) Pour un temps de chauffage excessif, (c) Pour un temps ou une pression de chauffage insuffisant (NETL, 2003).

Toutefois, Faraz et al. (2014) ont constaté une diminution importante de l'allongement à la rupture et de l'énergie de traction à la rupture TEB (Tensile Energy at Break) pour des soudures bout à bout réalisées à basse et à haute températures de chauffage (en dehors l'intervalle toléré). D'après ces mêmes auteurs, les résultats de l'examen microscopique ont montré que les interfaces des soudures réalisées dans des conditions optimales ont une structure uniforme et continue similaire à celle du tube père (Figure I-30-a) à l'inverse de celles obtenues pour des basse et haute températures qui ont montré des structures discontinues (Figure I-30-b, I-30-c).

La pression de chauffage assure le maintien des surfaces à souder en contact avec la plaque chauffante. Si elle est trop élevée, une quantité importante de matière fondue sera éjectée en dehors de la ligne de la soudure laissant uniquement le matériau froid (non ou partiellement fondu) ce qui amène à la création des zones froides à l'interface de la soudure. Si au contraire la pression de chauffage est faible, la quantité de matière fusionnée sera minimale et la diffusion intermoléculaire sera insuffisante (pas de contact intime entre les deux surfaces fusionnées) (Figure I-29-c) (Troughton, 2008).



**Figure I-30:** Micrographies de l'interface de soudures bout à bout obtenues :  
(a) Dans des conditions optimales, (b) A basse température de chauffage, (c) A haute température de chauffage (Faraz et al., 2014).

D'après Riahi et al. (2011), la résistance mécanique des soudures bout à bout dépend essentiellement du choix de la température et de la pression de chauffage. Ces auteurs ont également constaté un lien entre ces deux paramètres et la taille des bourrelets de soudage. Ils ont donc développé un modèle reliant les dimensions des bourrelets avec la température et la pression de chauffage, dans le but de chercher les paramètres optimaux permettant de diminuer la taille des bourrelets de soudage en préservant la bonne résistance mécanique des soudures.

La pression de soudage est aussi un paramètre très important à ne pas négliger. Lu et al. (1992) ont constaté que les soudures obtenues sous une basse pression de soudage, présentent une faible résistance au phénomène de propagation lente des fissures. De même, une rupture de type fragile a été constatée à l'interface de soudure, sous l'effet de la pression hydrostatique, pour une pression nulle de soudage, rapporte Hehn (2006).

#### ***1.3.1.2 Influence du désalignement***

Après le rabotage des surfaces à souder, l'opérateur effectue un contrôle visuel de l'alignement des tubes. Le décalage (ou le jeu) entre les deux axes des tubes, appelé « désalignement », devra être aussi faible que possible.

Bowman et Paramar (1989) ont trouvé qu'un désalignement excessif amène à l'augmentation des contraintes axiales induites par la pression de service et la courbure du tube au niveau des soudures. Ces auteurs ont observé que sous l'effet de ces contraintes mécaniques, les fissures se propagent non seulement dans le sens axial mais aussi dans le sens radial réduisant ainsi la performance à long terme des soudures et par conséquent leur durée de vie. Le désalignement peut avoir d'autres origines:

- Lorsque les tubes à assembler sont ovales ;
- Lorsque les diamètres extérieurs des tubes sont aux limites tolérées (maximum et minimum) ;
- Lorsque les extrémités des tubes sont endommagées.

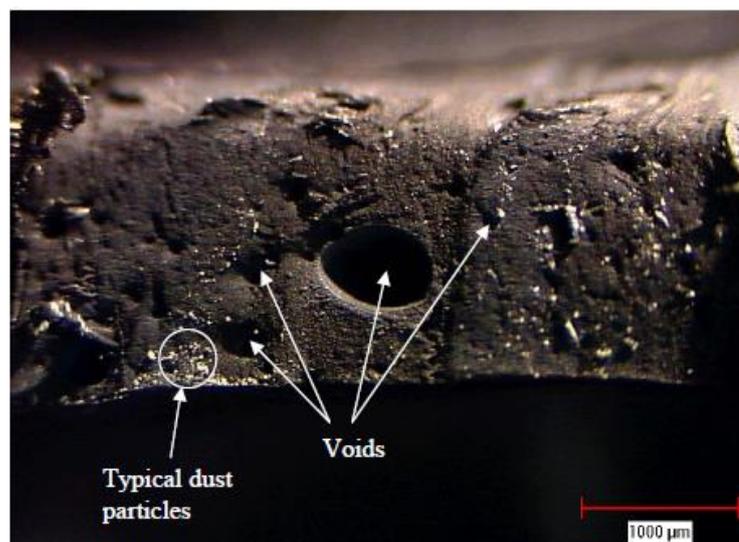
Afin de réduire son effet, les normes et les règlements en vigueur recommandent que le désalignement ne doit pas dépasser 10 % de l'épaisseur de paroi des tubes à souder bout à bout (EN1555-6, 1995 ; Sonelgaz, 1997 ; DVS 2207-1, 1995).

### ***1.3.1.3 Influence des polluants***

L'opération de soudage est généralement réalisée à l'extérieur dans des différentes conditions climatiques (vent, pluie,...) susceptibles d'engendrer la contamination des surfaces à souder et la plaque chauffante par la poussière, le sable, l'eau,...etc. Le nettoyage des surfaces à souder et de la plaque chauffante, avant le soudage, est indispensable (EN1555-6, 1995 ; DVS 2207-1, 1995). Par contre, il n'y a aucun moyen pour nettoyer les surfaces fusionnées juste après le retrait de la plaque chauffante.

L'effet des contaminants sur la qualité des soudures a intéressé de nombreux auteurs (Lu et al., 1992 ; Marshall, 1991 ; Zhao et al., 2002; Daigle et al., 2003). Lu et al. (1992) ont montré que la contamination des surfaces des tubes en PE par les trois polluants à savoir la vaseline, le graphite et le téflon, conduit à la diminution de la résistance des soudures à la fissuration lente. Le téflon, en particulierité, a montré un effet plus important que les autres contaminants. De même, une fragilisation des soudures a été constatée par Marshall (1991) pour une contamination par la poussière de craie, de la terre sèche et du ciment.

A travers un examen microscopique des zones de ruptures, Zhao et al. (2002) ont observé qu'une partie des particules de la poussière est piégée à l'interface de la soudure, formant des vides (Figure I-31), alors que le reste est éjecté avec la matière vers l'extérieur (dans les bourrelets). Ces auteurs ont également constaté que la partie exclue est moins importante dans le cas des tubes à paroi épaisse.



**Figure I-31** : Examen microscopique des zones de rupture des soudures pour une contamination par la poussière (Daigle et al., 2003 ; Zhao et al., 2002).

#### ***1.3.1.4 Influence des propriétés des matériaux de tubes***

L'indice de fluidité MFI et la densité des matériaux des tubes à souder peuvent affecter la qualité des soudures bout à bout.

D'après McGreevy (1995), un grade de PE de tubes de faible MFI peut supporter des températures élevées de chauffage favorisant l'augmentation de la quantité de matière fusionnée et par effet d'entraînement, l'amélioration de la qualité des soudures. Ceci dit, pour un grade de PE de tubes de gaz de très faible MFI, de l'ordre de 0,001 g/10min, une faible résistance à l'impact a été constatée par Nishimura et Narisawa (1991) et ce, sachant le faible écoulement de la matière fusionnée à l'interface de la soudure.

C'est pourquoi les normes applicables dans le domaine des tubes de gaz, recommandent que l'indice de fluidité du PE de tubes, à assembler par soudage bout à bout, soit compris entre 0,2 et 1,4 g/10 min (190°C, 5kg) afin d'assurer une meilleure compatibilité au soudage (EN1555-2, 2010 ; ISO 4437, 2007).

Toutefois, il existe, actuellement, des machines de soudage qui permettent de souder des tubes à base des PE's de MFI très différents. Ces machines sont munies de plaques chauffantes à deux faces chauffées séparément, de façon à régler la température de chacune à une valeur adaptée au MFI du matériau de tube qui sera en contact avec elle (PPI, 2007).

Par ailleurs, DeCourcy et Atkinson (1977) ont trouvé que l'interface des soudures de tubes à base de PEBD est très fragile. Alors que Kimel'blat et al. (1996) ont constaté que plus la masse volumique du PE est élevée (taux de cristallinité élevé) plus la résistance à la propagation des fissures, des soudures bout à bout, diminue. En effet, la fusion du matériau se produit dans un intervalle étroit de température, vu le taux de cristallinité élevé, entraînant de ce fait la diminution de la quantité de matière fusionnée et au final, la fragilisation de l'interface des soudures.

### **1.3.2 Cas de l'électro-soudage**

#### ***1.3.2.1 Influence des paramètres de soudage***

Les paramètres de soudage, à savoir le temps de chauffage (ou la puissance chauffante) et le temps de refroidissement peuvent affecter la qualité des soudures obtenues par l'électro-fusion.

Le temps de chauffage est déterminé en fonction de la puissance chauffante. En effet, le temps optimal, correspondant à une valeur donnée de la puissance chauffante, est compris entre deux limites:

- Un temps minimal au-dessous duquel une mauvaise qualité de soudure est obtenue ;
- Un temps maximal au-delà duquel une dégradation du matériau survient (fumée et sortie de la matière fusionnée seront constatées (Figure I-32)) (Fusion Provida, 2011).

En effet, une variation dans la puissance chauffante influence cette plage de fonctionnement et par ricochet la qualité de la soudure.

Sortie de la matière fusionnée

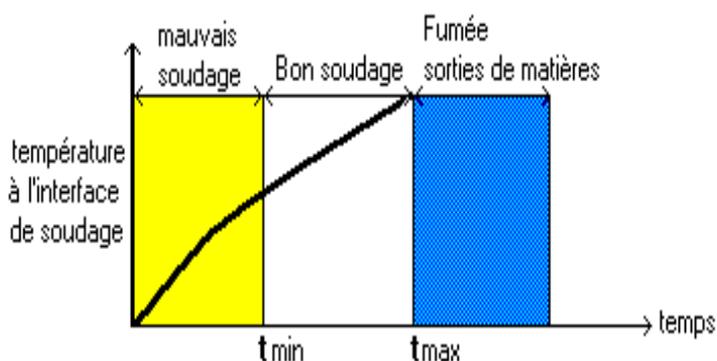


**Figure I-32:** Soudure d'un tube et d'un manchon électro-soudable, obtenue durant un temps de chauffage excessif (Fusion Provida, 2011).

Bowman (1997) a trouvé que pour un temps court de chauffage, la résistance à la décohésion des soudures est presque nulle. Cette résistance augmente graduellement avec la durée de chauffage jusqu'à une limite au delà de laquelle elle commence à diminuer. Cette limite correspond au temps nécessaire (temps optimal) pour la diffusion suffisante des chaînes favorables à leur enchevêtrement et interpénétration à l'interface de la soudure. La cohésion de l'interface est dépendante du temps de chauffage, selon Wool et al. (1989).

Le temps de chauffage recommandé couvre, donc, un intervalle choisi d'une manière à garantir une bonne cohésion de l'interface des soudures, ce qui a été vérifié par Troughton et al. (2006) et Shi et al. (2012).

En outre, la température à l'interface de la soudure évolue avec le temps de chauffage suivant la courbe présentée sur la figure I-33. En effet, la prolongation du temps de chauffage conduit à l'exposition du PE à une température très élevée et, donc, à la consommation des antioxydants et la dégradation des matériaux du tube et raccord. Par contre, la réduction de la durée de chauffage (soumettre le PE à une faible température) conduit à la diminution de la ductilité de l'interface des soudures (Saint-Royne et al., 1989).



**Figure I-33** : Evolution de la température à l'interface d'une soudure obtenue par électro-fusion (Sonelgaz, 1997).

Par ailleurs, l'étape de refroidissement, au cours de laquelle le matériau fusionné se recristallise et la soudure se solidifie, demande suffisamment du temps.

A travers une étude de l'effet du temps de refroidissement sur la résistance au fluage des soudures de tubes en PE, Higuchi et al. (2002) ont montré que l'évaluation de la performance d'une électro-soudure est très liée à la détermination d'un temps optimal de refroidissement.

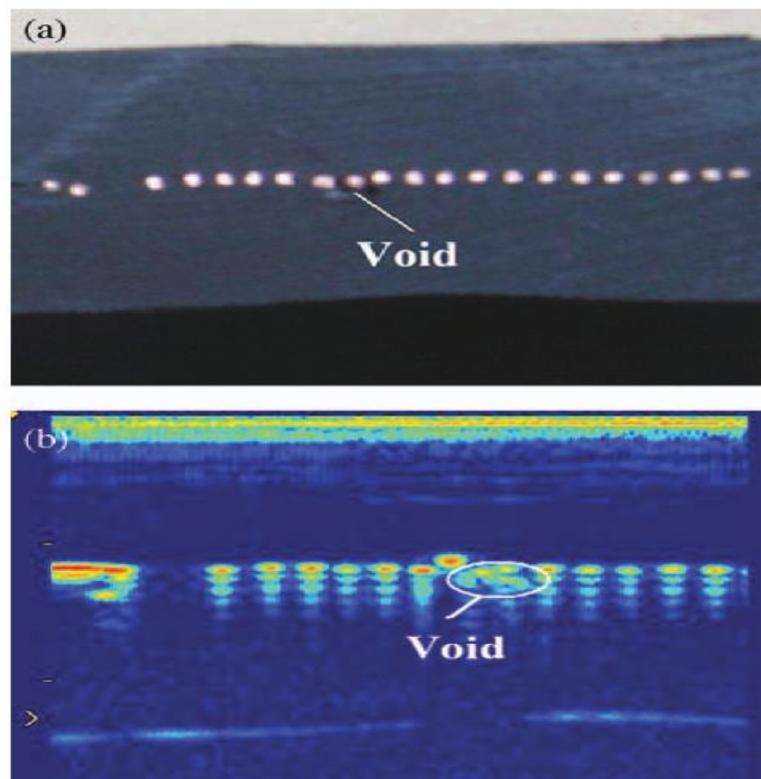
### **1.3.2.2 Influence des polluants**

Troughton et al. (2006) ont trouvé que la présence de poussière du talc sur les surfaces à souder peut conduire à la fragilisation de l'interface de la soudure. Le glycol, les sels d'ammonium, les silicates et la poudre de fer oxydé ont montré un effet semblable, d'après Sholten et Wolters (2000).

La présence de ces contaminants au niveau des zones de fusion (à l'interface de la soudure) engendre l'apparition des vides à ces endroits (Figure I-34) causant des discontinuités structurales qui peuvent être des points de concentration de contraintes

conduisant par fois à l'initiation et la propagation des fissures sous l'effet de la pression interne (Figure I-35), rapportent Shi et al. (2012).

Par ailleurs, les additifs, les molécules à faible poids moléculaire peuvent aussi être présents à la surface externe du tube, suite à leur migration (Lundbäck et al., 2006). Ces espèces ne peuvent pas être débarrassées par un simple nettoyage, ce qui nécessite le grattage des surfaces externes des tubes à souder. Cette opération permet aussi d'enlever la couche de polymère oxydée sous l'effet de la chaleur et la lumière auxquelles les tubes seront exposés durant leur fabrication, stockage et transport. D'après, Hjærtfors (2011), des ruptures de type fragile ont été observées à l'interface des soudures, sous l'effet de la contrainte de décohésion, sur des surfaces non grattées. Ils ont conclu que le grattage est une étape très importante à ne pas remplacer par un simple nettoyage.



**Figure I-34 :** Vide au niveau de la zone de fusion d'un assemblage par électrofusion, dû à la contamination : (a) Coupe dans l'interface de la soudure, (b) Image ultrasonique prise de l'extérieur de l'assemblage (Shi et al. 2012).



**Figure I-35.:** *Initiation et propagation d'une fissure dans la paroi du manchon sous l'effet de la pression interne : (a) Apparence de la défaillance sur l'extérieur du manchon, (b) Coupe dans la zone de fusion contaminée (Shi et al., 2012).*

### ***1.3.2.3 Influence du vide entre le tube et le raccord***

Le grattage d'une couche très épaisse augmente le vide entre le raccord et le tube, plus particulièrement pour les petits diamètres (diamètre inférieur à 40 mm). Bowman (1997) et Nishimura et al. (1989) expliquent que plus ce vide est important, plus le contact entre les surfaces à souder sera moindre, ce qui peut réduire énormément la résistance à la décohésion des soudures. De plus, la résistance à la traction et l'allongement à la rupture peuvent aussi être influencées, d'après Riahi et al. (2012). Cependant, ce problème peut être remédié par l'utilisation d'un grattoir mécanique qui permet d'enlever une couche uniforme de même épaisseur.

### ***1.3.2.4 Influence des propriétés du PE de tubes***

Contrairement aux soudures bout à bout, Bowman (1989), a montré que le MFI et la masse volumique du PE de tubes n'ont aucune influence sur la qualité des soudures obtenues par électro-fusion, ce qui justifie l'absence des études récentes effectuées dans ce sens. Ceci représente l'un des principaux avantages de la technique de soudage par électro-fusion.

## **I.4 Effet du soudage par fusion sur la performance des tubes en PE**

Le soudage des tubes en PE réalisé convenablement tout en respectant les procédures et les paramètres établies dans des conditions environnementales idéales, peut-il donner des soudures de propriétés similaires à celle du tube père ? La réponse à cette question a intéressé plusieurs chercheurs. Nous présentons dans ce qui suit, un résumé de leurs travaux.

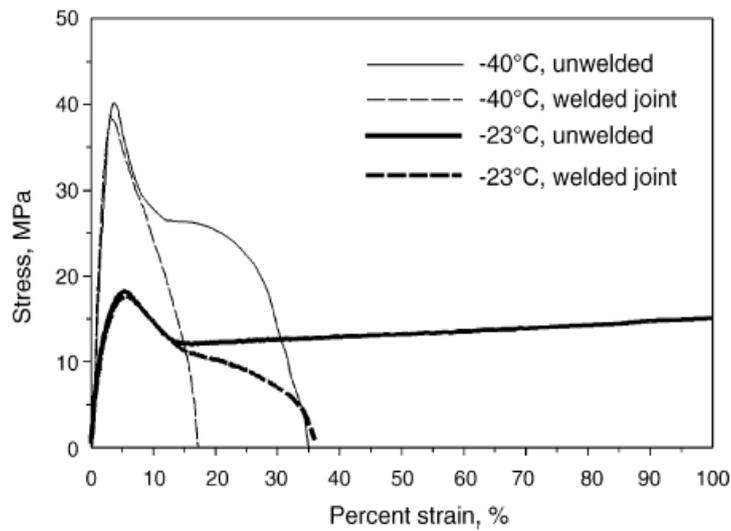
Lors d'une étude de la microstructure et les propriétés du PE dans la zone de soudure bout à bout, Leskovics et al. (2006) ont constaté une légère augmentation du taux de cristallinité, déterminé par la DSC et la DRX, au niveau de la zone de soudure en comparaison avec le matériau de base du tube. De plus, ces auteurs ont trouvé que les molécules du PE dans cette zone sont moins orientées axialement, dans la direction d'extrusion des tubes (voir paragraphe I.14).

Quand à Vesely et al. (2009), ils ont observé que le taux de cristallinité du PE est plus élevé au centre de la soudure, qui diminue en approchant de la paroi du tube (donc en s'éloignant de la zone de soudure). Cette hétérogénéité, liée à l'histoire thermique du PE (Lu et al., 2002), est à l'origine d'une fissure interne (localisée au centre de la soudure) qui se propage avec le temps sous l'effet des contraintes induites par la pression interne jusqu'à la rupture de l'assemblage, estiment Sevcik et al. (2012).

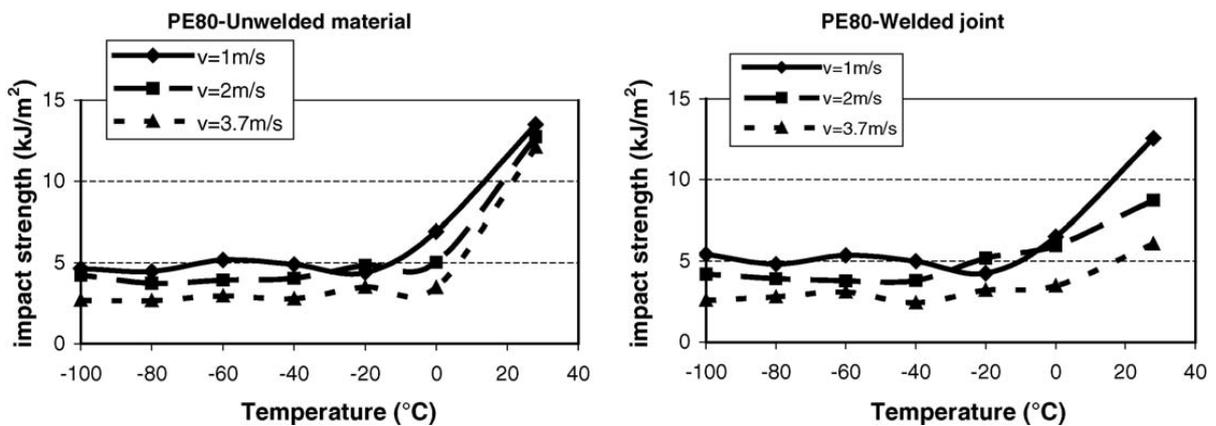
De plus, dans une étude effectuée par Savu et al. (2014), les résultats des analyses thermiques par la DSC ont montré que la viscosité d'élongation du PE dans la zone de soudure est inférieure à celle du PE de tube et cela pour les soudures bout à bout et les électro-soudures. Ceci signifie que le comportement plastique du PE à l'état liquide est influencé par le soudage.

De même qu'à l'état solide, un faible allongement à la rupture a été marqué pour les soudures en comparaison avec les tubes (Chen, 1997 ; Leskovics et al., 2006; El-Bagory et al., 2013) notamment à la température ambiante (23°C) comme le montre la figure I-36. Un comportement semblable a été rapporté pour la résistance à l'impact (Figure I-37) (Nishimura et Narisawa, 1991 ; Leskovics et al., 2006).

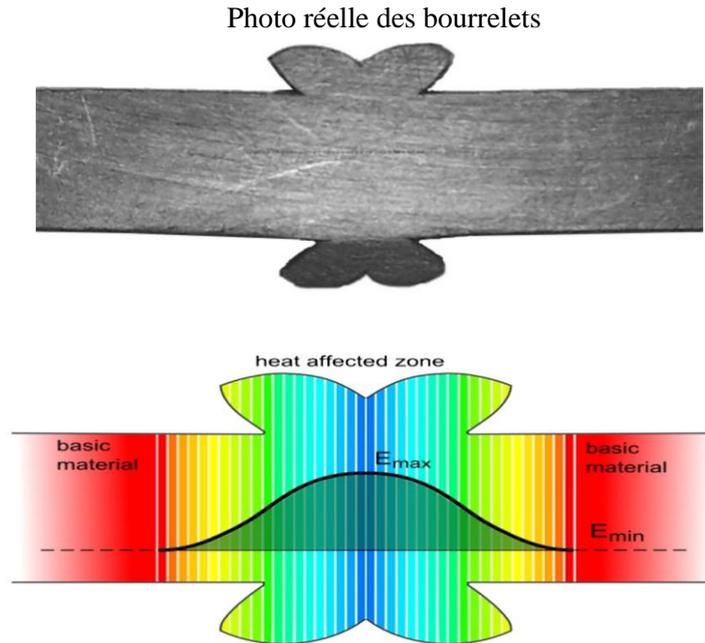
Par ailleurs, Vesely et al. (2009) et Ševčík et al. (2011) ont mis en évidence la variation du comportement élastique du PE dans la zone de soudure (le module de Young est plus élevé au centre de la zone de soudure), illustrée sur la figure I-38, qui est le résultat de l'hétérogénéité microstructurale ainsi constatée. D'après Mikula et al. (2015), le taux de cristallinité élevé du PE au cœur de la soudure conduit à l'amélioration de ses propriétés mécaniques à cet endroit du fait que le comportement mécanique du PE est très lié à sa morphologie (Huber et al., 2001, Cazenave, 2005; Sun et al., 2011).



**Figure I-36:** Comparaison entre les courbes de traction des tubes et des soudures bout à bout en PE 80, obtenues pour les températures 23°C et -40°C (Leskovics et al., 2006).

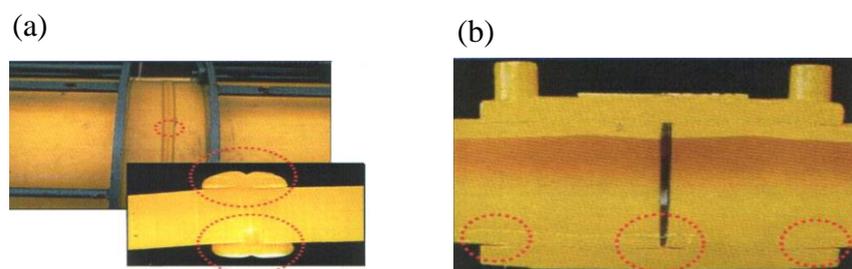


**Figure I-37:** Variation de la résistance à l'impact des tubes et des soudures bout à bout en PE80 en fonction de la température et la vitesse d'impact (Leskovics et al., 2006).



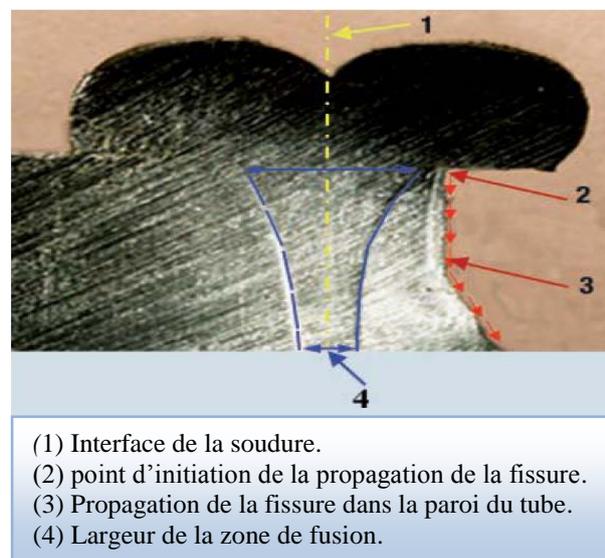
**Figure I-38** : Distribution du module de Young ( $E$ ) dans la zone de soudure bout à bout de tubes (selon le modèle de Mikula. et al., 2015).

Cependant, dans la littérature (Paramar et Browman, 1989; Fleissner, 1998; Grieser, 2007 ; Hessel, 2011, Florian et al., 2013 ; Mukula et al., 2015), il a été rapporté que la résistance des soudures à la propagation lente des fissures est inférieure à celle des tubes. Ce comportement est le résultat de la concentration de contraintes, causée par la discontinuité géométrique de l'assemblage. En effet, les angles vifs formés en dessous des bourrelets (Figure I-39-a) et les zones froides (Figure I-39-b) agissent comme des fissures qui peuvent déclencher le phénomène de fissuration lente minimisant ainsi la performance à long terme de l'assemblage et, conséquemment, sa durée de vie (Shi et al., 2012 ; Mukula et al., 2015).



**Figure I-39** : Points d'initiation de la propagation lente des fissures dans : (a) La soudure bout à bout, (b) L'électro-soudure (Nathiez, 2006).

Par ailleurs, il a été constaté que la propagation des fissures a lieu en dehors de la zone de soudure (Figure I-40), c'est-à-dire, dans la paroi du tube ou du raccord (Fleissner, 1998 ; Hessel, 2006 ; Hessel, 2007 ; Hessel ; 2011 ; Shi et al., 2012 ; Mukula et al., 2015) et ce, bien que la le PE au cœur de la soudure ait présenté une mauvaise résistance à la fissuration lente en comparaison avec le PE de base du tube (Juseok et al., 2012 ; Florian, 2013 ; Mukula et al., 2015). Ceci a été expliqué par le fait que les forces de compression exercées par les bourrelets sur la paroi interne du tube ont empêché l'initiation de fissure dans la zone de soudure (Mukula et al. 2015).



**Figure I-40:** Initiation de la propagation d'une fissure au-dessous du bourrelet de soudure bout à bout de tubes en PE (Hessel, 2011).

## I.5 Conclusion

Cette synthèse bibliographique a montré que la qualité des soudures de tubes en PE réalisées par le soudage bout à bout et l'électro-soudage, est susceptible d'être altérée par plusieurs facteurs à savoir les paramètres de soudage (température, pression et temps) et d'autres ayant une relation avec la mise en œuvre des opérations de soudage. Ainsi, le degré de fiabilité de ces techniques de soudage est très lié au respect des paramètres et des procédures de soudage établies par les fabricants de machines de soudage et par les normes en vigueur.

L'effet des paramètres de soudage serait surmonté par l'automatisation des machines de soudage, alors que celui de certains facteurs dépendrait de la qualification de la main d'œuvre. Le désalignement et les polluants apparaissent avoir l'effet le plus nocif sur la qualité des soudures.

En revanche, même si les opérations de soudage sont réalisées convenablement, les travaux de recherche ont montré qu'elles peuvent réduire la performance des tubes à court terme autant qu'à long terme.

Par ailleurs, de nombreux travaux de recherche se sont focalisés sur le développement de méthodes numériques de calcul et de techniques permettant de prédire la durée de vie des tubes en PE, et également celle résiduelle après des dizaines d'années de service, avec un degré élevé de fiabilité . Par contre, peu d'études se sont penchées sur les soudures.

## Chapitre II

### Etude de l'Effet des Conditions de Soudage sur la Qualité des Soudures de Tubes en PE

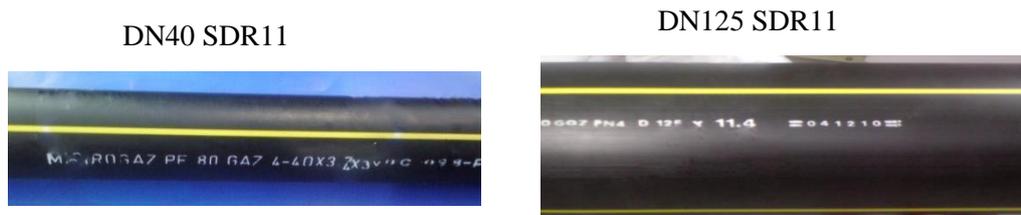
Ce chapitre est consacré à l'étude de l'effet des conditions de soudage, notamment celles ayant une relation avec le non respect des procédures et des paramètres de soudage, sur la qualité des soudures bout à bout et des électro-soudures. En effet, nous avons mis l'accent sur l'effet du non alignement et des contaminants. L'influence du temps de refroidissement, nécessaire pour la solidification des soudures bout à bout, a été également étudié.

#### II.1 Les matériaux utilisés

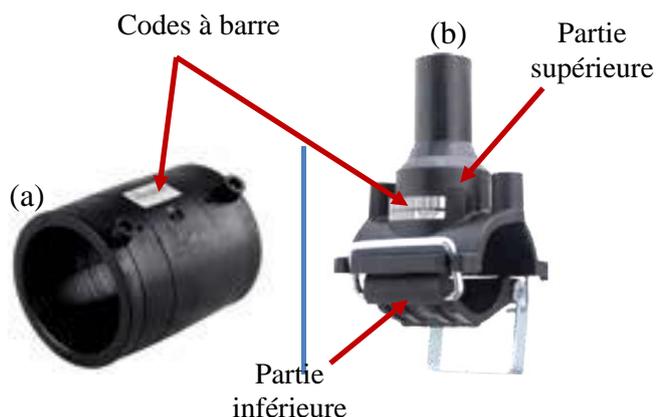
Les échantillons de tubes utilisés dans cette étude sont fournis par la société MAPROGAZ (El-Eulma, Algérie). Ce sont des tubes de diamètre nominale (DN) de 40 mm et de 125 mm avec un SDR11 ( $e_n$  est de 3,7 mm et 11,4 mm, respectivement) (Figure II-1), fabriqués conformément aux normes appliquées dans le domaine de tubes de gaz (ISO4437, 2007, EN1555-2, 2010). Ils sont à base de PEMD (Polyéthylène moyenne densité) conçu pour la fabrication des tubes destinés à la distribution du gaz naturel. Il s'agit d'un grade de PE produit par TOTAL PETROCHEMICALS (Belgique) et commercialisé sous le nom MDPE 3802B. Ce grade est de type monomodal qui appartient à la classe PE80 (MRS = 8 MPa).

De plus, deux types de raccords électro-soudables ont été utilisés: des manchons DN 40 et des selles de branchement DN 40/20 (Figure II-2). Les premiers, de marque INNOGAZ, sont fournis par INNOGE PE INDUSTRIES (France) tandis que les deuxièmes, de marque FUSAMATIC, sont fournies par FUSION PROVIDA (UK).

Le PE du raccord peut être de la même classe que celui du tube ou de classe différente. En effet, si le tube est en PE80 et le raccord en PE100, l'épaisseur de celui-ci doit être supérieure ou égale à 0,8 fois l'épaisseur nominale ( $e_n$ ) du tube. Cependant, si les classes du PE sont inversées (tube en PE100 et le raccord en PE80), l'épaisseur du raccord doit être supérieure ou égale à  $1,2 \times e_n$  (EN1555-3, 2010). Dans notre étude, les deux types de raccords utilisés sont en PE100. Grâce à sa performance, le PE100 présente des épaisseurs de paroi plus faibles pour une même pression de service.



**Figure II-1 :** Tubes en PE utilisés pour la réalisation des soudures.



**Figure II-2:** Raccords électro-soudables en PE100: (a) Manchon INNOGAZ  
(b) Selle de branchement FUSAMATIC.

Le PE avec lequel sont fabriqués les manchons, est commercialisé par TOTAL PETROCHEMICALS (Belgique) sous le nom HDPE XS10 B, alors que le PE de selles de branchement, nommé Eltex Tub 121, est un produit d'INEOS POLYOLEFINS (Belgique). Ces grades sont à base de PEHD élaboré selon le procédé bimodal.

Les différentes caractéristiques des matériaux de base des tubes et des raccords sont fournies par les fabricants (Tableau II-1).

Les propriétés des raccords utilisés répondent aux spécifications normatives applicables dans le domaine de distribution du gaz naturel. Ils sont conçus pour des applications sous une pression de service de 10 bars (EN1555-3, 2010).

L'ensemble des tubes et raccords utilisés dans notre étude sont homologués par la SONELGAZ pour leur utilisation en Algérie sous une pression maximale de service de 4 bars.

**Tableau II-1:** Caractéristiques des matériaux de base des tubes et des raccords  
(Voir les fiches techniques en Annexe).

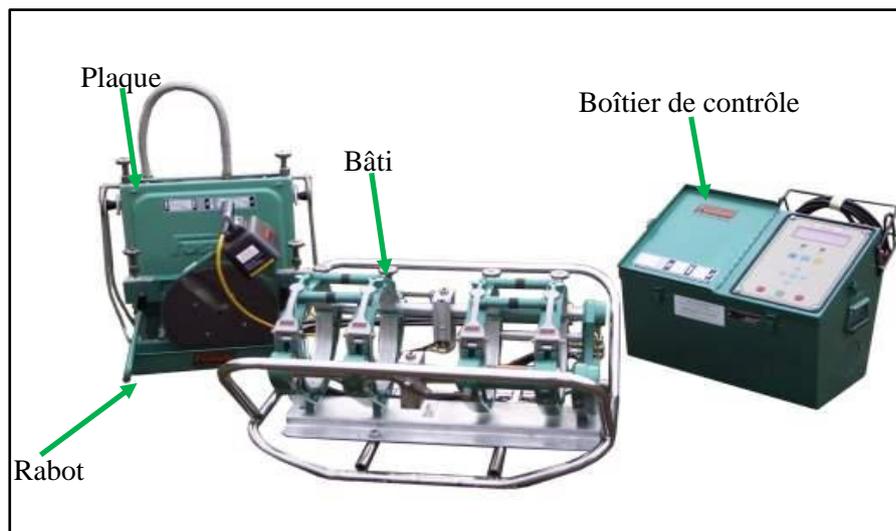
Caractéristiques	Méthode d'essai	Résultats		
		MDPE 3802B	HDPE XS10 B	Eltex TUB121
Masse volumique à 23°C (kg/m <sup>3</sup> )	ISO 1183	948	959	959
MFI 190°C/5kg, (g/10 min)	ISO1133	0,9	0,3	0,45
Teneur en noir de carbone (%)	ISO 6964	2-2,5	2-2,5	2-2,5
Dispersion du noir de carbone	ISO18553	Note ≤ 3	Note ≤ 3	Note <3
Temps d'induction à l'oxydation (min)	EN728/ ISO 11357-6	>> 20 à 200°C	>> 20 à 200°C	> 20 à 210°C
Contrainte au seuil d'écoulement, 50mm/min (MPa)	ISO 527-2	18	26	25
Allongement à la rupture, 50 mm/min (%)		> 700	> 700	> 350

## II.2 Machines et paramètres de soudage

### II.2.1 Soudage bout à bout

#### II.2.1.1 Présentation de la machine de soudage

La préparation des échantillons de soudure bout à bout a été faite au moyen d'une machine de soudage de type GATOR 250 (FUSION PROVIDA, UK) (Figure II-3). Ce dispositif est constitué d'un bâti auquel sont fixés des mors qui servent à maintenir les tubes en place.



**Figure II-3:** Machine de soudage bout à bout de type GATOR 250 (FUSION PROVIDA).

L'un des tubes est fixe et l'autre peut se déplacer horizontalement grâce à un vérin hydraulique dirigé par un boîtier de contrôle. Ce dernier sert à paramétrer l'ensemble des étapes de cycle de soudage en termes de temps et de pression. Une fois le cycle lancé, le boîtier gère automatiquement presque l'intégralité du procédé. L'opérateur intervient uniquement pour le contrôle de l'alignement des tubes, le nettoyage des surfaces des tubes et la mise en place des outils annexes (plaque chauffante et rabot).

### II.2.1.2 Les paramètres de soudage

Il existe plusieurs normes de paramètres de soudage permettant d'obtenir en pratique, des soudures bout à bout de bonne qualité, parmi lesquelles DVS 2207-1 (2014), ASTM D3261 (2012), ASTM F2620 (2013). Celle utilisée par le fournisseur de la machine de soudage est la DVS-2207-1 (1995).

Le tableau II-2 présente la pression et le temps de chaque étape du cycle de soudage pour les dimensions de tubes normalisées.

**Tableau II-2:** Paramètres standards de soudage bout à bout des tubes en PE en fonction des dimensions des tubes (DVS-2207-1, 1995).

	DN (mm)	90	125	200	250
Température de la plaque chauffante : $210 \pm 5$ °C	$e_n$ (mm)	8,2	11,4	11,4	14,3
	SDR	11	11	17,6	17,6
	Pression d'égalisation $P_e = 0,15$ MPa	$P_h$ (bar)	5	10	17
Pression de chauffage $P_c \leq 0,02$ MPa	$P_h$ (bar)	0,7	1	2	3
Temps de chauffage (s)		82	114	118	148
Temps du retrait de la plaque chauffante (s)		6	8	8	9
Temps d'augmentation de la pression (s)		6	8	8	9
Pression de soudage $P_s = 0,15$ MPa	$P_h$ (bar)	5	10	17	27
Temps de refroidissement (min)		12	16	16	20

La pression hydraulique  $P_h$  (Figure II-4) est calculée comme suit :

$$P_h = \frac{S_t}{S_v} \times P_t \times 10 \quad (\text{Eq.II-1})$$

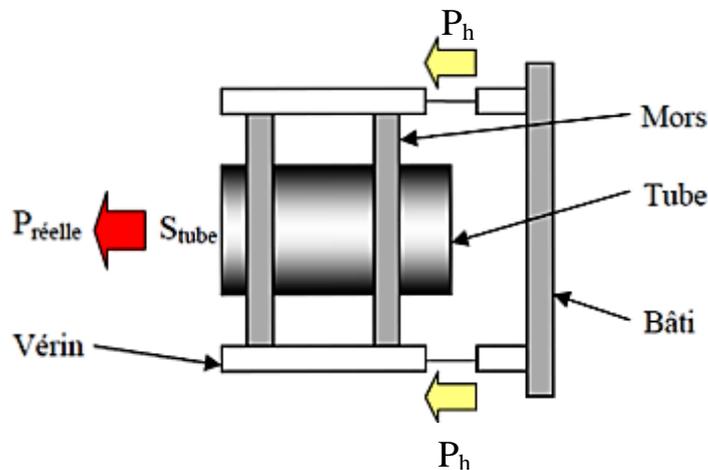
Où

$P_t$  : est la pression réelle exercée sur les tubes en MPa.

$P_h$  : est la pression hydraulique des vérins de la machine de soudage en bar.

$S_t$  : est la section des tubes en  $\text{cm}^2$ .

$S_v$  : est la section des vérins de la machine de soudage qui est égale à  $5,9 \text{ cm}^2$ .



*Figure II-4: Schéma explicatif du fonctionnement du bâti de la machine de soudage bout à bout (Hehn, 2006).*

Comme la technique de soudage bout à bout est conçue pour assembler les tubes de diamètre 90 mm et plus, les échantillons de tubes choisis sont de dimensions DN 125 et SDR11. Les paramètres de soudage recommandés pour les échantillons choisis sont les suivants (voir tableau II-2):

- Température de la plaque chauffante à  $210^\circ\text{C}$ .
- Pression d'égalisation et de soudage égales à 10 bars.
- Pression de chauffage égale à 1bar.
- Temps de chauffage : 114 s.
- Pression de soudage : 10 bars.

- Temps de refroidissement : 16 min (960 s).

Ces valeurs, appelées "paramètres standards", seront utilisées comme valeurs de base dans ce qui suit.

## II.2.2 Soudage par électro-fusion

### II.2.2.1 Présentation de la machine de soudage

La machine que nous avons utilisée pour la préparation des échantillons de soudure est de type QBOX (FUSION PROVIDA, UK) (Figure II-5). Elle peut fonctionner en deux modes de soudage (en mode code à barre ou en mode automatique) destinés à déclencher la mise sous tension de la résistance intégrée dans les raccords. Ainsi, en mode code à barre, les paramètres de soudage sont entrés dans la machine en faisant passer le stylo infrarouge ou le scanner de lecture (Figure II-5) sur le code à barre collé sur le raccord. Tandis qu'en mode automatique, dès que le raccord est connecté à la machine, les paramètres sont automatiquement introduits dans la machine. Ce mode est utilisé lorsque les raccords sont de la même marque que la machine de soudage.



**Figure II-5:** Machine de soudage par électro-fusion de type QBOX (FUSION PROVIDA).

Les deux machines de soudage utilisées dans notre étude sont conformes aux normes en vigueur (ISO12176-1, 2012 ; ISO12176-2, 2008). De plus, elles sont homologuées par la SONELGAZ pour une utilisation dans la distribution du gaz en Algérie. Pour une meilleure traçabilité, l'utilisation des machines manuelles n'est pas permise dans ce domaine.

### **II.2.2.2 Les paramètres de soudage**

Les paramètres de soudage sont déterminés par le fabricant des raccords. Il s'agit de la tension, le temps de fusion nominal ou corrigé en fonction de la température environnante ainsi que le temps de refroidissement. Les manchons utilisés dans notre étude requièrent des paramètres lus par la machine de soudage au moyen du scanner de lecteur de code à barre car leur origine diffère de celle de la machine de soudage.

Le branchement des selles s'opère selon les paramètres de soudage introduits automatiquement dans la machine.

Le tableau II-3 présente les paramètres de soudage, recommandés pour chaque type de raccords, pour une température ambiante de 23°C.

*Tableau II-3 : Paramètres de soudage par électro-fusion à 23°C.*

Type de raccord	DN (mm)	Tension (Volt)	Temps de chauffage (s)	Temps de refroidissement (min)
Manchon	40	38	47	10
Selle de branchement	40/20	40	35	5

## **II.3 Préparation des échantillons de soudures**

Dans cette partie, nous décrivons les modes de préparation des échantillons de soudure bout à bout et d'électro-soudure sous différentes conditions de soudage choisies et étudiées pour leur effet sur la qualité des soudures.

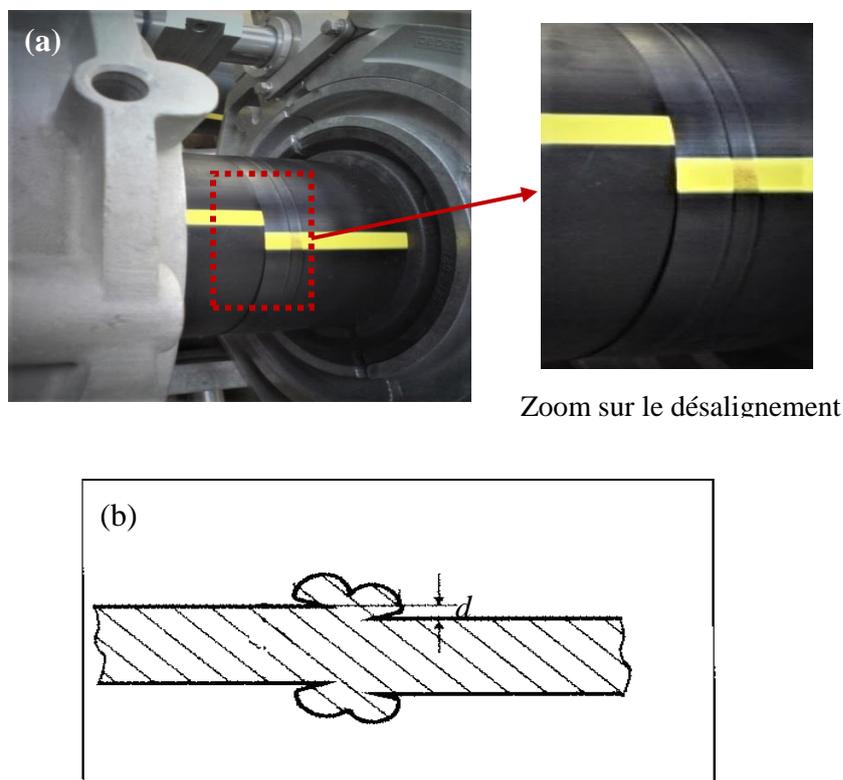
En guise d'étude comparative, des échantillons de soudures ont été préparés dans les conditions optimales. Ces échantillons seront utilisés comme référence.

### **II.3.1 Cas des soudures bout à bout**

1- Afin de mettre en évidence l'effet du désalignement sur la qualité des soudures, des échantillons de tubes d'ovalisation de 3,5 mm, supérieure à la valeur maximale tolérée par les normes, qui est de l'ordre de 2,5 mm pour les tubes DN125 (EN1555-2, 2010, ISO4437,

2007), ont été soudés bout à bout tout en respectant les conditions de soudage ainsi recommandées. Le choix des tubes ovales vise à éviter qu'un désalignement excessif pouvant aussi être le résultat d'une ovalisation élevée des extrémités des tubes à souder, se produise. (Voir sous chapitre I.3.1.2).

Au terme du processus de soudage, le désalignement ( $d$ ) (Figure II-6) a été mesuré, à l'aide du pied à coulisse, aux six points différents qui sont les mêmes points choisis pour la mesure des dimensions des bourrelets (voir paragraphe II.5.1)



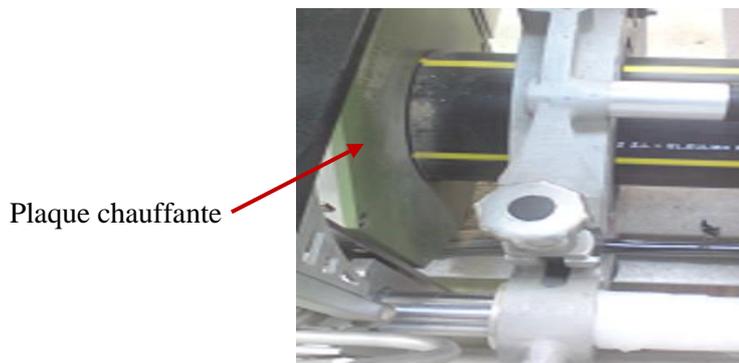
**Figure II-6** : Désalignement ( $d$ ) des tubes souder bout à bout. (a)Photo réelle, (b) Schéma représentatif (Grann-Mayer, 2005).

2- Les extrémités des échantillons de tubes à souder ont été mouillées au cours du processus de soudage au moyen d'un vaporisateur d'eau, comme le montre la figure II-7 : procédé de simulation d'exposition à la pluie, dédié à l'étude de l'effet de la contamination par l'eau.



**Figure II-7 :** Soudage des surfaces contaminées par l'eau.

3- L'effet de la poussière est étudié au moyen de la simulation suivante : une couche de terre sèche est déposée sur les extrémités des échantillons de tubes ainsi que sur les deux faces de la plaque chauffante à l'aide d'un pinceau (Figure II-8).



**Figure II-8:** Chauffage des surfaces contaminées par la poussière de la terre sèche.

4- A la dernière étape du processus de soudage, la matière molle, au niveau de la zone de soudage, a besoin suffisamment de temps pour se solidifier (le temps standard ( $t_s$ ) est de l'ordre de 960 secondes pour un tube DN125 SDR11, selon le tableau II-2). Bien que le processus soit géré d'une manière automatique, l'opérateur peut interrompre à n'importe quel moment le refroidissement sans que ceci soit signalé ou même enregistré par la machine de soudage. La raison principale de ce comportement est le gain de temps puisque l'étape de solidification est la plus lente par rapport aux autres étapes du processus de soudage bout à

bout. C'est pourquoi, nous avons préparé des échantillons de soudure en faisant varier le temps de refroidissement et en fixant les autres paramètres de soudage à leurs valeurs standards. Pour ce faire, le refroidissement a été interrompu après les durées:

- 672 s (70 % ts) ;
- 336 s (35 % ts) ;
- 125 s (13 % ts).

### **II.3.2 Cas des électro-soudures**

1-Dans l'électro-soudage, l'alignement de l'ensemble des parties à souder (les deux tubes et le raccord) est assuré par le positionneur (voir la figure I-25). Son rôle est d'aligner les parties à souder afin de supprimer les courbures résiduelles des tubes et les mouvements intempestifs pendant le cycle de soudage.

Afin d'étudier l'effet du non alignement sur la qualité des électro-soudures, nous avons utilisé des échantillons de tubes courbés (prélevés dans des rouleaux), des manchons et des selles de branchement pour la préparation des échantillons de soudure sans l'utilisation du positionneur.

2- Le grattage et le nettoyage des surfaces des tubes à souder constituent la première étape du procédé de l'électro-soudage (voir sous chapitres I.2.2.3 et I.3.2.2). Parfois, ces pratiques ne sont pas accomplies convenablement. Afin d'étudier leur effet, nous avons préparé des soudures sur des échantillons de tubes, prélevés dans le stock, sans grattage et nettoyage préalables de leurs surfaces à souder.

3- Pour observer l'effet de la contamination par le solvant nettoyant sur la qualité des soudures, nous avons humidifié les surfaces externes des tubes à souder, à l'aide d'un chiffon imbibé avec l'éthanol (Figure II-9), lesquelles surfaces sont ensuite raccordées rapidement au raccord afin de ne pas perdre le solvant par évaporation.



*Figure II-9: Humidification de la surface du tube, à souder, avec le solvant dégraissant.*

## II.4 Identification des échantillons de soudures préparés

Pour différencier les échantillons de soudure « bout à bout /'électro-soudure », ils ont été désignés comme montré dans le tableau II-4, à l'exception des échantillons de soudure bout à bout préparés pour différents temps de refroidissement.

*Tableau II-4 : Désignations des échantillons de soudures préparés.*

Soudures bout à bout		Electro-soudures	
Désignation	Conditions de soudage	Désignation	Conditions de soudage
<b>SBR</b> (référence)	Conditions optimales	<b>SER</b> (référence)	Conditions optimales
<b>SBNA</b>	Non alignement des tubes	<b>SENA</b>	Non alignement des parties à souder
<b>SBCE</b>	Contamination par l'eau	<b>SESG</b>	Sans grattage et nettoyage des surfaces des tubes
<b>SBCP</b>	Contamination par la poussière	<b>SECS</b>	Contamination par le solvant nettoyant

## II.5 Caractérisation des soudures

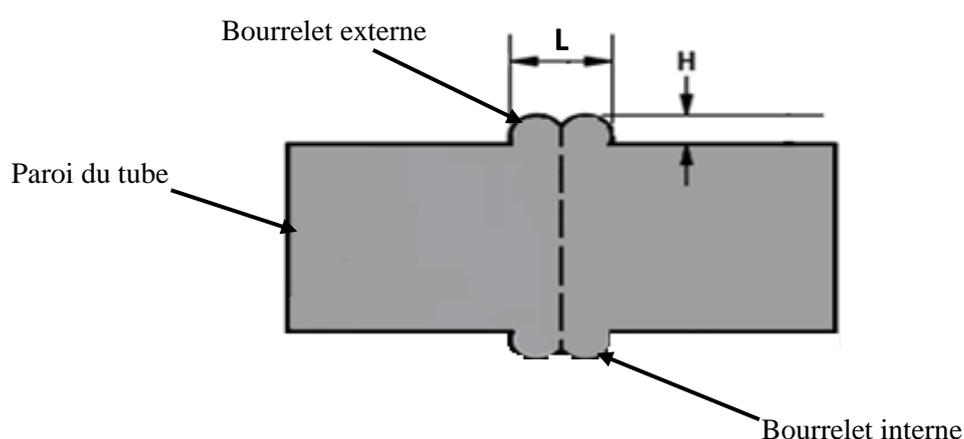
Selon le type de soudures, l'ensemble des échantillons ainsi préparés ont été soumis aux différents essais, présentés dans le tableau II-5. En effet, les méthodes d'essais sont prescrites successivement dans les parties ci-dessous.

**Tableau II-5 : Essais effectués pour la caractérisation des échantillons de soudures.**

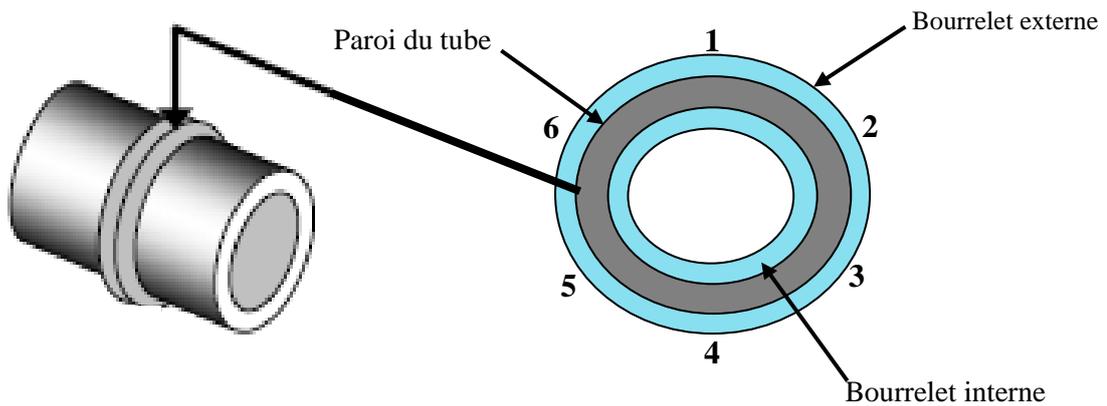
Type de soudures	Contrôle de l'aspect et mesure des dimensions des bourrelets de soudure	Essai de traction	Essai de décohésion	Essai de pression hydrostatique
Soudures bout à bout	+	+		+
Electro-soudures			+	+

### II.5.1 Contrôle de l'aspect et mesure des dimensions des bourrelets de soudure.

Les bourrelets de soudure sont formés au cours du procédé de soudage bout à bout. Leur formation commence à partir de l'étape d'égalisation et se termine après l'épuisement total du temps de refroidissement (voir la figure I-17). En effet, les bourrelets sont la conséquence de l'ensemble des conditions imposées sur le tube; leur aspect et dimensions peuvent donc donner une première indication visuelle sur la qualité des soudures. En l'occurrence, les bourrelets externes des échantillons de soudures ont été examinés visuellement, à la fin du cycle de soudage, ensuite, leurs dimensions à savoir, la largeur (L) et la hauteur (H) (Figure II-10), ont été mesurées à l'aide d'un pied à coulisse en six points différents également répartis autour du tube. La position 1 choisie, est située dans la partie supérieure du tube (Figure II-11).



**Figure II-10 : Schéma présentant les dimensions des bourrelets de soudure (L : longueur, H : hauteur).**

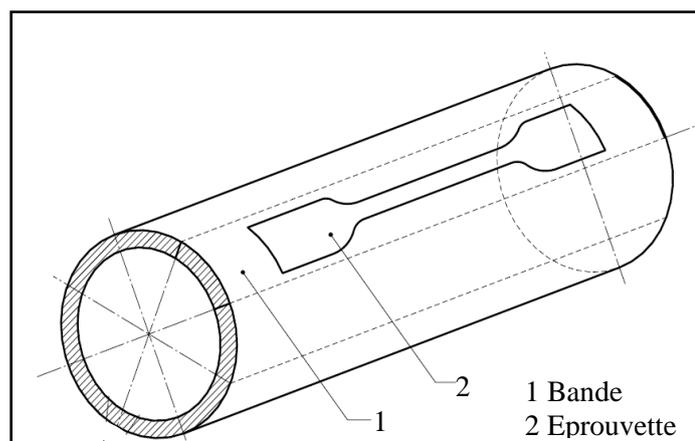


Vue en coupe de la soudure bout à bout

*Figure II-11: Emplacement des points de mesure des dimensions des bourrelets de soudure.*

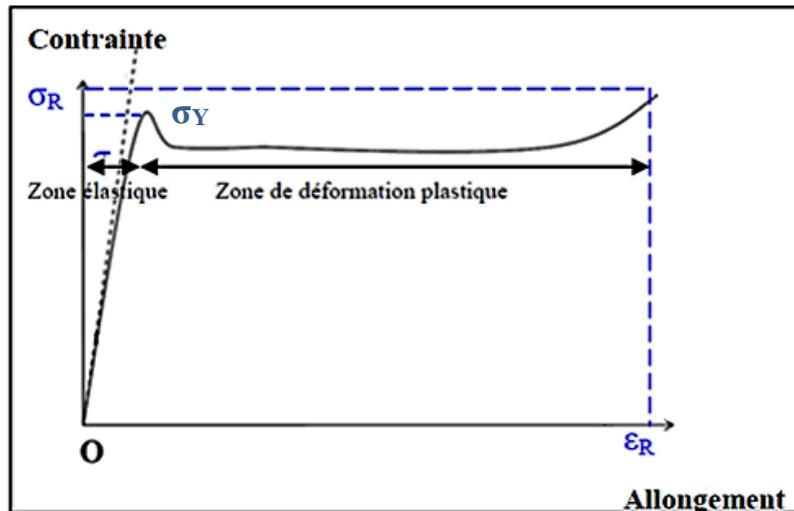
### II.5.2 Essai de traction

L'essai de traction uniaxiale a été réalisé à la température 23°C et à la vitesse de 50 mm/min sur une machine de traction de marque ZWICK ROELL, munie d'un capteur de force de 10 KN. Sur chaque échantillon de soudure de longueur de 200 mm, cinq bandes ont été prélevées de telle manière qu'elles soient régulièrement réparties autour du tube (ISO6259-1, 1997). Elles sont découpées parallèlement à l'axe des tubes à l'aide d'une scie électrique (Figure II-12).



*Figure II-12 : Méthode de prélèvement des éprouvettes dans un échantillon de tube (ISO 6259-1,1997).*





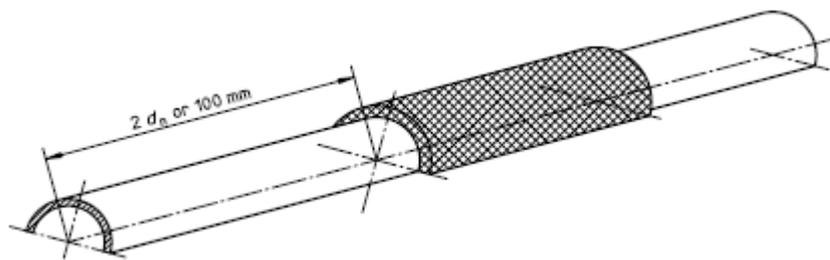
**Figure II-14:** Courbe typique de la contrainte appliquée à l'éprouvette en fonction de son allongement, pour la détermination des caractéristiques en traction du PE.

## II.5.3 Résistance à la décohésion des électro-soudures

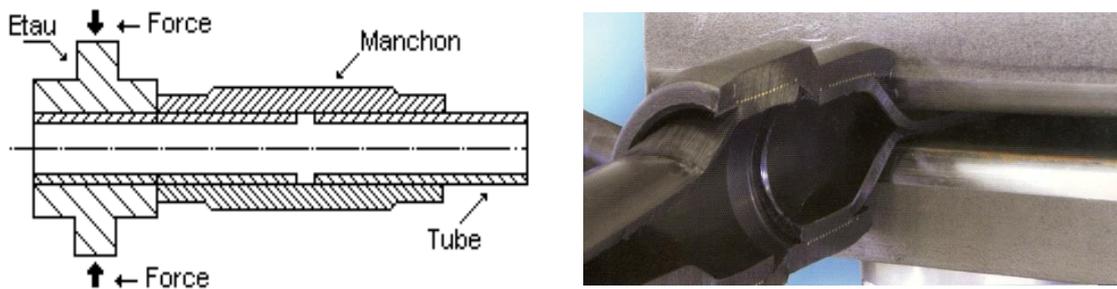
### II.5.3.1 Décohésion d'un manchon

L'essai a été réalisé selon la méthode décrite dans la norme ISO13955 (1997) applicable aux assemblages de tubes et manchon par électro-fusion.

L'essai consiste à découper l'échantillon de soudure, préalablement conditionné au moins durant 2 heures à la température de 23°C, en deux secteurs (pour un tube DN 40). La longueur de la partie tube de chaque côté de l'assemblage est égale à 100 mm (Figure II-15). Une force d'écrasement est ensuite appliquée, à proximité du manchon, sur chacun des secteurs obtenus, au moyen d'une presse à deux plateaux ou d'un étau, jusqu'à ce que les faces internes du tube se touchent (Figure II-16).

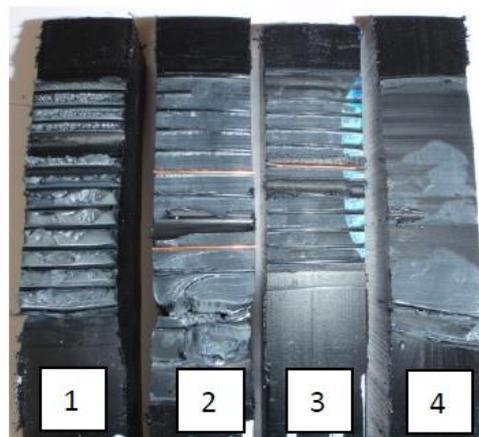


**Figure II-15:** Préparation des échantillons de soudure de tubes et manchon (ISO13955, 1997).



**Figure II-16:** Principe de l'essai de décohésion d'un manchon (ISO13955, 1997).

A l'aide d'un levier (ou un tournevis), le manchon est séparé du tube avec soin en commençant par les zones froides extérieures du manchon. La même opération est répétée pour les zones froides intérieures. Les parties séparées sont ensuite examinées afin de déterminer le type de rupture : fragile ou ductile. Si les zones de fusion sont lisses, le type de rupture est fragile, et si un arrachement de la matière est observé au niveau de ces zones, le type de rupture est ductile (Figure II-17).



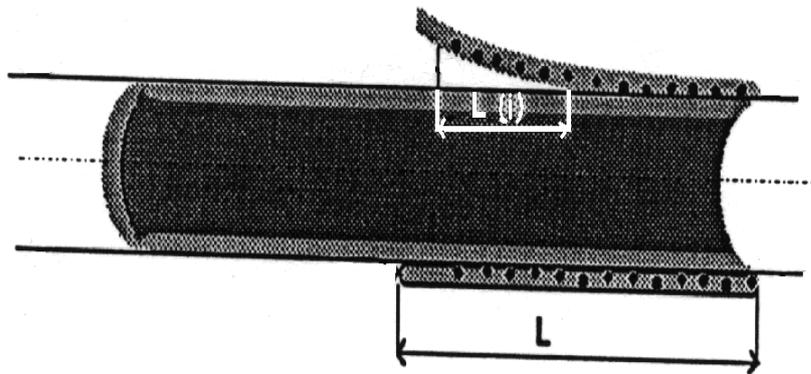
**Figure II-17:** Ruptures typiques à l'interface d'une électro-soudure avec l'augmentation de la fragilité de gauche à droite : (1) 100 % ductile, (4) 100 % fragile (Hjärtfors, 2011).

La résistance à la décohésion est caractérisée par le type de rupture et par le pourcentage de décohésion ( $L_d$ ) (Figure II-18), calculé comme suit :

$$L_d = (\sum L_{(i)} / L) \times 100 \quad (\text{Eq. II-2})$$

Où :

- $L_d$  est le pourcentage de décohésion.
- $L_{(i)}$  est la longueur de la zone (i) présentant une rupture de type fragile.
- $L$  est la longueur de la zone de fusion (distance entre la première et la dernière spire).



**Figure II-18:** Principe de calcul du pourcentage de décohésion d'un manchon (ISO13955, 1997).

### II.5.3.2 Décohésion d'une selle de branchement

L'essai a été réalisé conformément à la norme ISO 13956 (2010) afin de déterminer la résistance à la décohésion d'un assemblage de tube et de selle.

Le principe consiste à soumettre la partie supérieure de la selle, soudée au tube, à un effort d'arrachement selon un axe perpendiculaire à l'axe du tube principal jusqu'à la décohésion complète ou la rupture de l'un des éléments (Figure II-19).

Après le conditionnement de l'échantillon à la température de 23°C pendant 6 heures, une frette métallique (de diamètre adapté au diamètre intérieur du tube) est introduite dans le tube. L'ensemble est ensuite supporté par un mors mobile. Une force d'arrachement de 47 KN est appliquée du bas vers le haut, comme montré dans la figure II-19. L'équipement utilisé est une presse hydraulique, disponible au laboratoire de CREDEG (Centre de

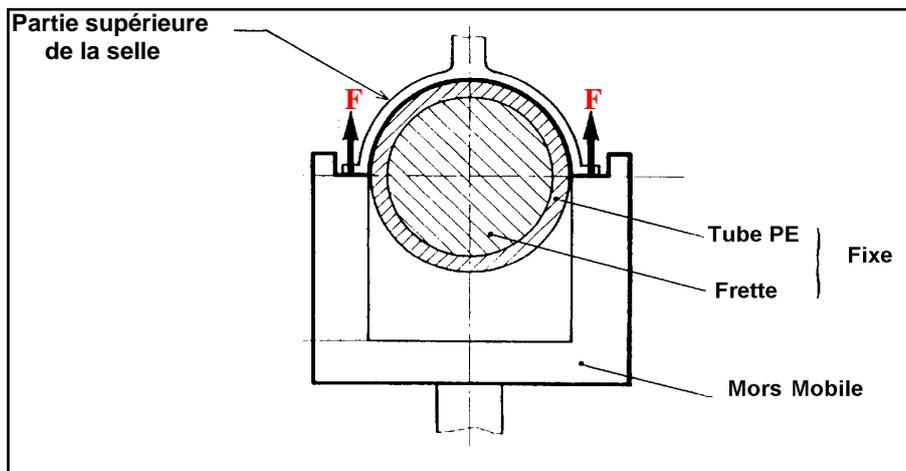
Recherche et Développement de l'Electricité et du Gaz). L'aspect de la surface intérieure de la selle et de la surface extérieure du tube est ensuite examiné afin de déterminer le type de rupture.

Le pourcentage de décohesion ( $S_d$ ) est calculé comme suit :

$$S_d = (\sum S_{(i)} / S) \times 100 \quad (\text{Eq. II-3})$$

Où :

- $S_d$  est le pourcentage de décohesion.
- $S_{(i)}$  est la surface de la zone (i) présentant une rupture de type fragile.
- $S$  est la surface totale de la zone de fusion.

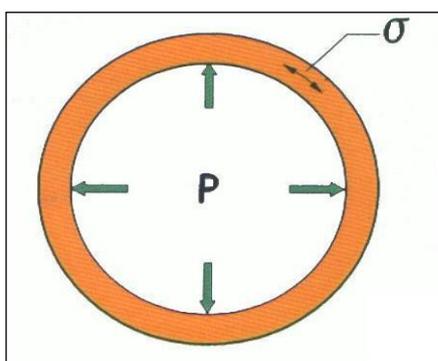


*Figure II-19: Principe de l'essai de décohesion d'une selle (ISO 13956, 2010).*

#### II.5.4 Essai de pression hydrostatique

L'essai de pression hydrostatique consiste à soumettre un échantillon de tube ou de soudure de tubes à une pression interne constante d'eau et à une température constante. Il s'agit d'un essai à plus ou moins long terme permettant de tester la résistance de l'échantillon sous différents modes et niveaux de sollicitations.

La résistance à la pression hydrostatique est définie comme étant la résistance d'un échantillon de tube ou d'assemblage à la rupture pendant une durée de temps donnée qui est inversement proportionnelle à la contrainte circonférentielle ( $\sigma$ ) induite par la pression ainsi appliquée (ISO1167-1, 2006) (Figure II-20).

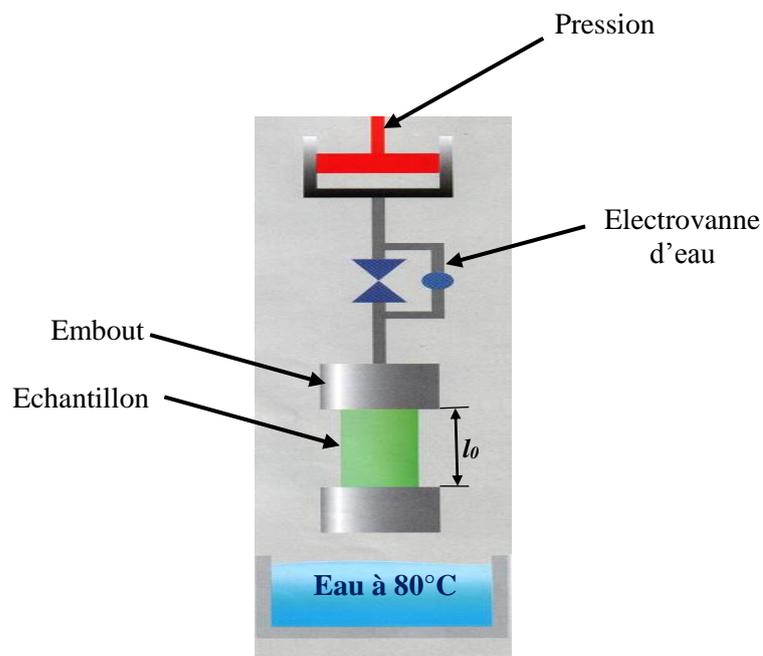


**Figure II-20** : Contrainte circonférentielle ( $\sigma$ ) induite par la pression hydraulique ( $P$ ).

L'essai a été réalisé sur un appareil de marque IPT (disponible au laboratoire de AGGOUNE PLAST) à la température de 80°C. Les échantillons ont été soumis à deux niveaux de contraintes de 4,5 et 4 MPa (appliquées dans le cas du PE80) pendant des durées de 165 et 1000 heures, respectivement (EN1555-2, 2010).

Les éprouvettes testées sont des soudures de tubes de 100 cm de longueur (50 cm de chaque côté de la soudure). Cette longueur a été choisie de manière à ce que la longueur libre ( $l_0$ ), présentée sur la figure II-21, soit supérieure ou égale à trois fois le diamètre nominal (DN) des tubes (ISO1167-2, 2006). Les échantillons sont placés entre deux embouts de type A (sans tige reliant les deux embouts) qui sont, ensuite, fixés à leurs extrémités.

Après être remplis d'eau, ils sont ensuite suspendus verticalement dans un bain d'eau chaude à 80°C en les raccordant au générateur de pression (Figure II-21). Avant d'être soumis à la pression d'eau, les échantillons ont été conditionnés à la température d'essai pendant 3 heures.



**Figure II-21:** Schéma explicatif du principe de l'essai de pression hydrostatique.

La pression d'essai est calculée, conformément à la norme ISO1167-1(2006), comme suit :

$$P = \frac{2(10 \sigma)}{(SDR-1)} \quad (\text{Eq.II-4})$$

Où

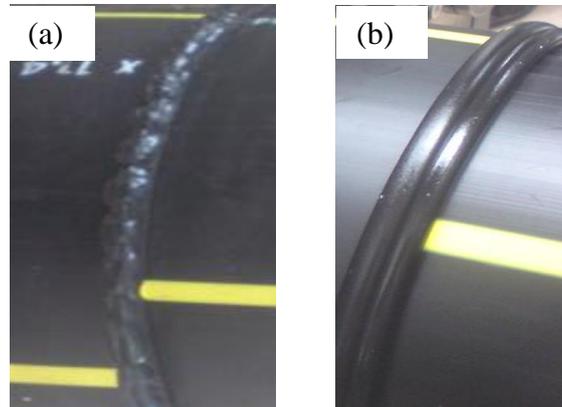
- P est la pression hydraulique appliquée au tube en bar.
- $\sigma$  est la contrainte circonférentielle en MPa.
- SDR est le rapport entre le diamètre extérieur nominal (DN) et l'épaisseur de paroi nominale ( $e_n$ ) (EN1555-1, 2010).

## II.6 Résultats et discussion

### II.6.1 Aspect et dimensions des bourrelets de soudure

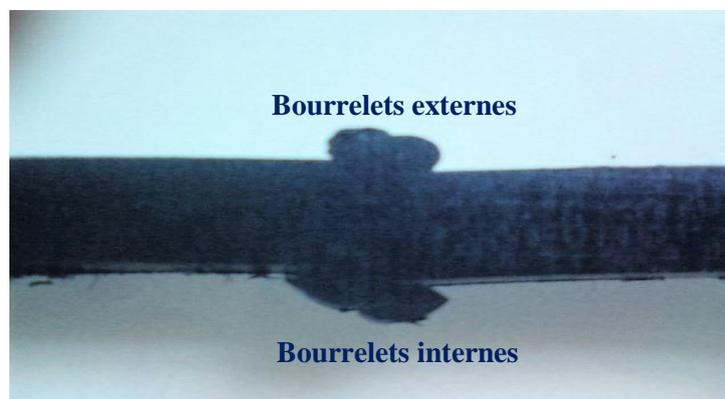
Les bourrelets externes des soudures, préparés dans les différentes conditions décrites dans le sous chapitre II.3.1, ont été examinés visuellement. La première remarque faite est que l'échantillon SBCE présente des bourrelets totalement déformés (Figure II-22-a.) sous l'effet du jet d'eau auquel il a été soumis durant le processus de soudage.

Cependant, les autres échantillons à savoir SBNA et SBCP ainsi que ceux préparés pour différents temps de refroidissement ont présenté des bourrelets de forme arrondie identiques à ceux de l'échantillon de référence SBR (Figure II-22-b).



**Figure II-22** : Aspect des bourrelets de soudure de : (a) l'échantillon SBCE (Contamination par l'eau), (b) la référence SBR.

Toutefois, nous avons constaté que seuls les bourrelets de l'échantillon SBNA ne sont pas symétriques. A cet effet, des coupes ont été effectuées à plusieurs endroits de la soudure, ce qui a permis de mieux observer l'asymétrie. La figure II-23 présente une des coupes ainsi obtenues. L'asymétrie des bourrelets est le résultat du non alignement des tubes. En effet, les valeurs du désalignement ( $d$ ), plus particulièrement, celui mesuré aux points 3, 4, 5 et 6 (Figure II-11), dépassent la valeur minimale tolérée qui représente 10 % de l'épaisseur ( $e$ ) du tube (Tableau II-6).

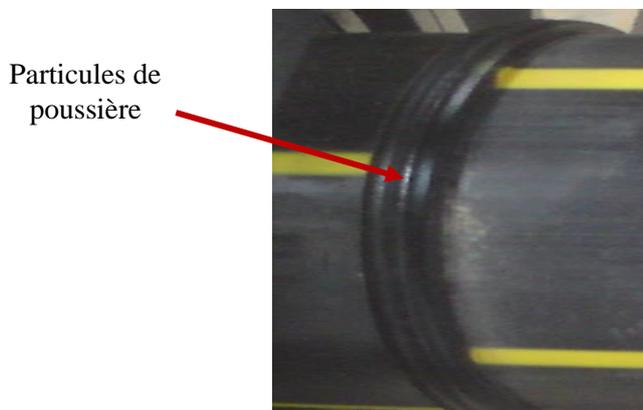


**Figure II-23** : Bourrelets asymétriques de l'échantillon SBNA (soudure des tubes non alignés).

**Tableau II-6** : Valeurs de désalignement ( $d$ ) mesuré aux six points différents.

	<b>P1</b>	<b>P2</b>	<b>P3</b>	<b>P4</b>	<b>P5</b>	<b>P6</b>
$e$ (mm)	11,8	12,0	12,1	11,9	11,9	11,7
$d$ (mm)	0,7	0,5	<u>1,6</u>	<u>2,8</u>	<u>1,4</u>	<u>1,5</u>

Sur l'échantillon SBCP, les particules de poussières ont été observées sur la surface des bourrelets ainsi qu'à l'interface de la soudure où elles se sont accumulées en grande quantité (Figure II-24).

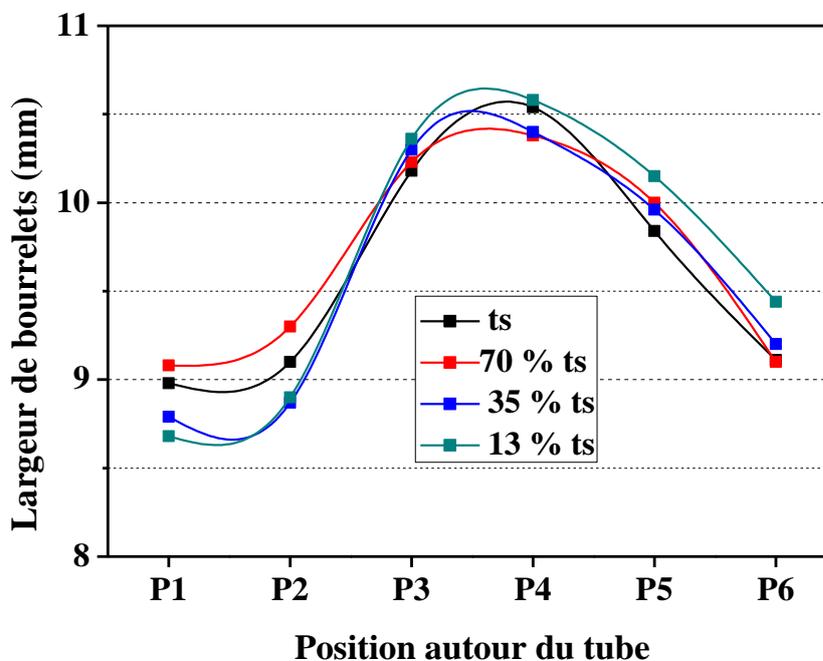


**Figure II-24** : Echantillon de soudure SBCP (Contamination par la poussière).

Les mesures de la largeur et de la hauteur des bourrelets ont été effectuées seulement pour les échantillons préparés à différents temps de refroidissement du fait que les paramètres de soudage n'ont pas été modifiés pour les échantillons SBNA et SBCP. Constatation faite, la taille de leurs bourrelets est presque identique à celle des bourrelets de la référence SBR.

Les largeurs caractéristiques des bourrelets externes, obtenues pour les différents temps de refroidissement, sont donc représentées en fonction de la position autour du tube sur la figure II-25. Première constatation : la largeur des bourrelets n'est pas constante sur toute la circonférence du tube. Les plus faibles valeurs (positions : 1, 2 et 6) correspondent à la zone de la partie supérieure du tube alors que les plus importantes (positions : 3, 4 et 5) correspondent à la zone située en bas du tube. Ceci est le résultat de l'écoulement de la matière fondue vers le bas, au cours du chauffage, sous l'influence de la gravité. En effet, une

plus grande quantité de matière est entraînée dans les bourrelets inférieurs. En effet, ce phénomène se produit pour la totalité des échantillons de soudure, c'est pourquoi toutes les courbes ont une allure semblable. Ces résultats sont en accord avec ceux obtenus par Hehn (2006).

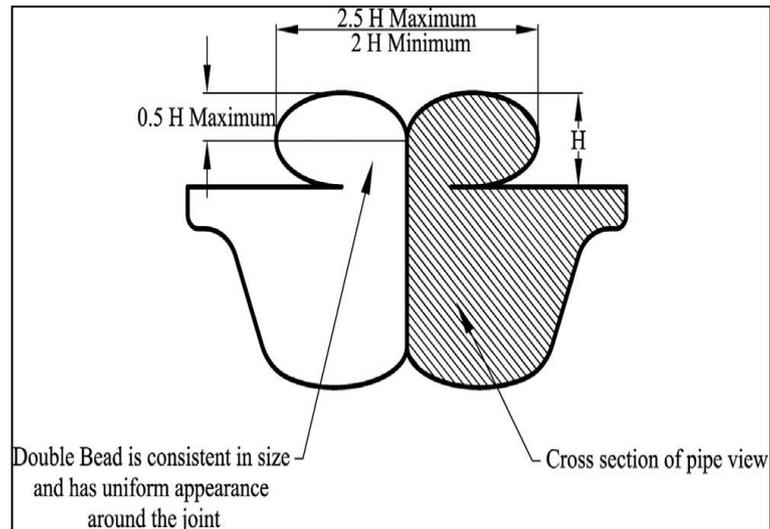


*Figure II-25 : Largeur caractéristique des bourrelets externes en fonction de la position autour du tube.*

De plus, nous constatons que les largeurs des bourrelets obtenues au temps standard (ts) et aux temps inférieurs (70 % ts, 35 % ts, 13 % ts), sont presque identiques au même point de mesure, notamment aux positions 3 et 4, (la différence est entre 0,2 et 0,4 mm). En effet, la valeur moyenne des largeurs de bourrelets est de 9,7 mm.

La même constatation a été faite pour la hauteur des bourrelets dont la moyenne des mesures sur toute la circonférence est de 4 mm.

De plus, la largeur (L) est comprise entre 2H (8 mm) et 2,5 H (10 mm), ce qui est recommandé par la norme ASTM F2620 (2013) (Figure II-26) pour assurer une bonne qualité des soudures bout à bout.



**Figure II-26:** Illustration schématique des bourrelets de soudure selon ASTM F2620 (2013).

En conclusion, le temps de refroidissement n'influe pas sur la taille des bourrelets de soudure même en le réduisant jusqu'à 13% du temps standard (125 secondes). L'explication du mécanisme de formation des bourrelets de soudure (voir le point (c) du sous chapitre I.2.2.1) nous montre que la température de chauffage et la pression du soudage sont les paramètres qui déterminent la forme et taille des bourrelets.

## II.6.2 Propriétés en traction

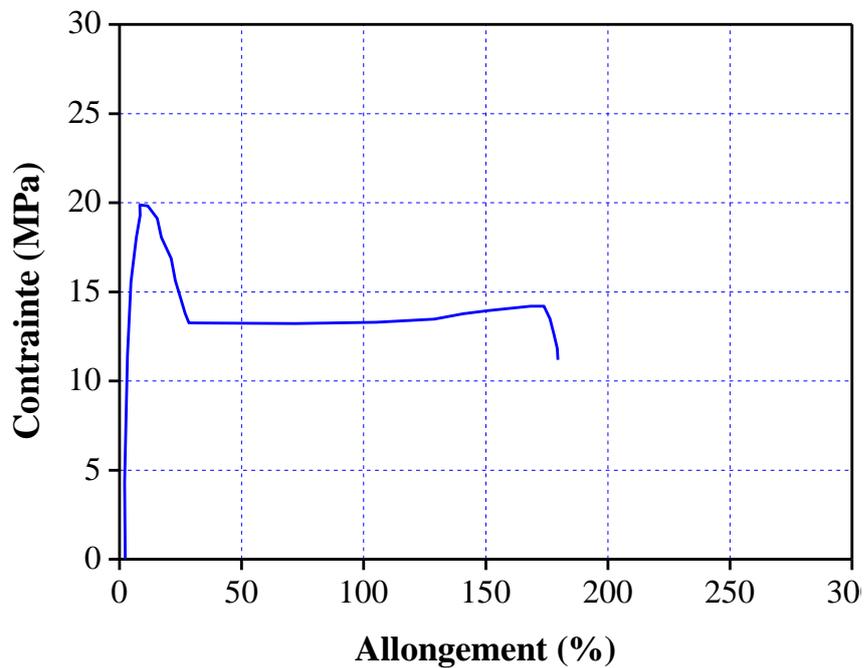
Notre première remarque est que la rupture des éprouvettes a lieu à l'interface des soudures et cela pour la totalité des échantillons testés (Figure II-27).

Les courbes contrainte/déformation enregistrées pour les échantillons SBR et SBCP ont la même allure que la courbe de la référence présentée sur la figure II-28).

Les valeurs de la contrainte au seuil d'écoulement ( $\sigma_y$ ), de l'allongement à la rupture ( $\epsilon_r$ ), de la contrainte maximale à la rupture ( $\sigma_r$ ) et du module d'élasticité ( $E$ ) ont été relevées de ces courbes. Les moyennes de cinq valeurs, obtenues pour chaque propriété, sont présentées sur la figure II-29.

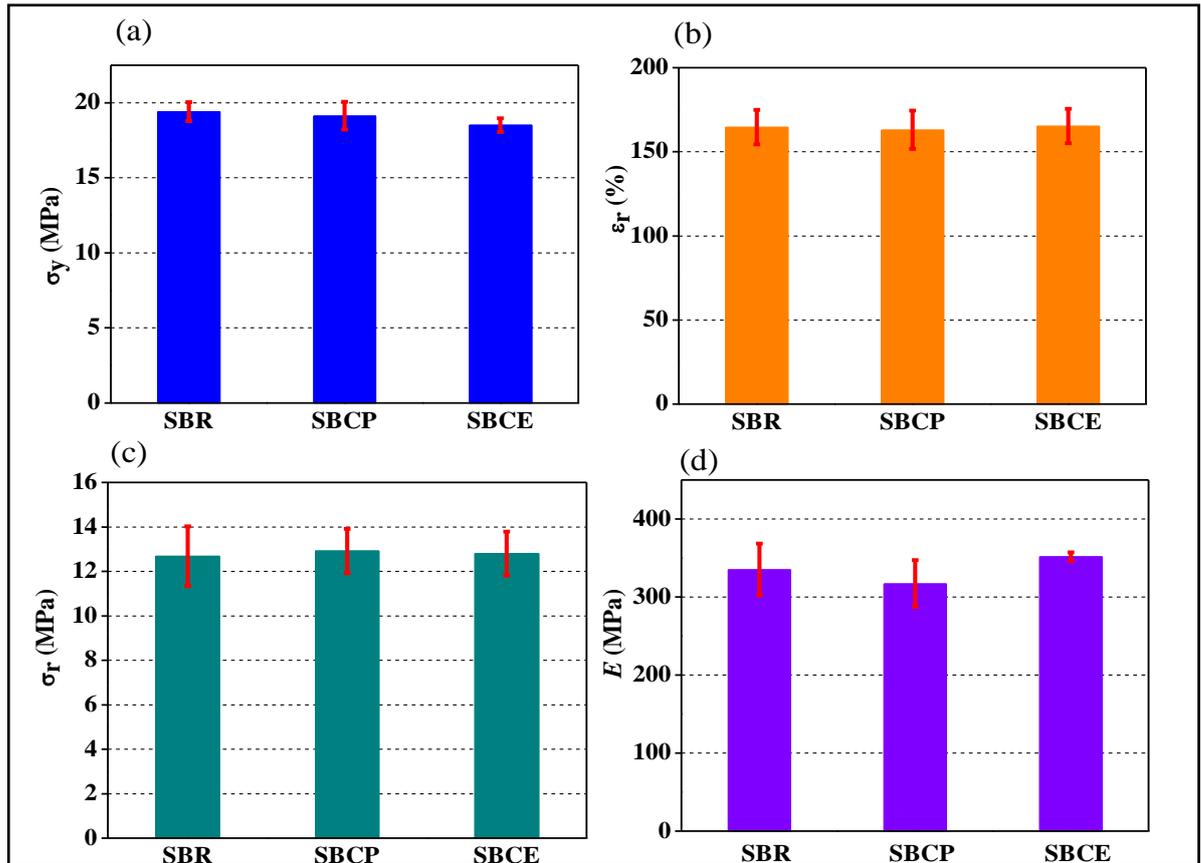


*Figure II-27: Rupture des éprouvettes de soudures bout à bout soumises à l'essai de traction.*



*Figure II-28 : Courbe contrainte /déformation enregistrée pour la référence SBR.*

La comparaison entre les résultats obtenus sur l'échantillon SBCP et la référence SBR n'a montré aucun changement notable de l'ensemble des propriétés étudiées. La même constatation peut être faite sur l'échantillon SBCE. En effet, les valeurs obtenues sont très proches (les différences entre les valeurs moyennes sont très minimales: de 0,1 à 0,3 MPa pour  $(\sigma_y)$ , de 0,6 à 1,7 % pour  $(\epsilon_r)$ , de 0,1 à 0,2 MPa pour  $(\sigma_r)$  et de 16 à 18 MPa pour  $(E)$ ).



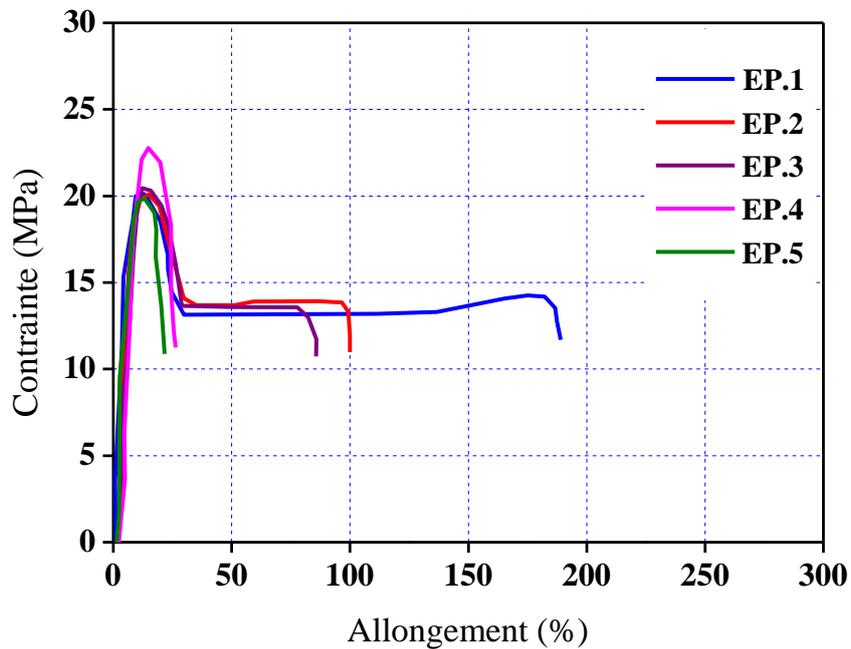
**Figure II-29** : Comparaison entre les propriétés en traction des échantillons SBCE, SBCE et la référence SBR : (a) Contrainte au seuil d'écoulement ( $\sigma_y$ ), (b) Allongement à la rupture ( $\epsilon_r$ ), (c) Contrainte à la rupture ( $\sigma_r$ ), (d) Module d'élasticité ( $E$ ).

Ces résultats confirment que la contamination des surfaces à souder soit par l'eau ou par la poussière n'a pas d'influence sur les propriétés en traction de la soudure bout à bout. Ceci s'explique par l'évaporation rapide de l'eau, en contact avec les surfaces chaudes à souder (température de chauffage plus de 200 °C), laissant presque aucune trace sur la zone de soudure ainsi examinée visuellement.

Concernant la contamination par la poussière, la quantité des particules éjectées avec la matière dans les bourrelets est estimée plus importante que celle des particules non exclues et piégées dans la zone de soudure qui n'a montré, en l'occurrence, aucun effet notable. Cette explication rejoint les constatations de Zhao et al. (2002) (voir sous chapitre I.3.1.3). Ces auteurs ont conclu que les soudures bout à bout des tubes épais ( $e_n = 22$  mm) sont les plus sensibles à la contamination. Bien que les tubes que nous avons utilisés dans cette étude

soient moins épais ( $e_n = 11,4$  mm), force est de constater que nos résultats sont en accord avec ceux obtenus par Zhao et al. (2002).

Par ailleurs, une différence dans l'allure a été observée sur les cinq courbes contrainte/déformation de l'échantillon SBNA (Figure II-30). En effet, deux éprouvettes parmi les cinq testées, ont présenté un comportement différent caractérisé par une rupture de type fragile (l'absence de la partie caractéristique de la déformation plastique) à l'inverse du reste des éprouvettes qui ont montré un comportement ductile.



**Figure II -30:** Courbes contrainte/déformation enregistrés pour l'échantillon SBNA (soudure des tubes non alignés).

Les résultats obtenus ainsi que le désalignement ( $d$ ) (mesuré pour chacune des cinq éprouvettes) sont résumés dans le tableau II-7. Nous notons une diminution significative de l'allongement à la rupture ( $\epsilon_r$ ) avec l'augmentation du désalignement. En effet, les plus faibles valeurs, 24,8 et 21,8 %, ont été relevées sur les éprouvettes présentant un désalignement important (supérieur à 10 % de l'épaisseur) respectivement de 1,9 et 2,4 mm. Cependant, les valeurs de  $\sigma_r$ , 22,5 et 19,8 MPa, et celles de  $E$ , 374,1 et 376,4 MPa, correspondantes sont les plus élevées. Ces résultats traduisent donc le comportement fragile manifesté par ces éprouvettes.

Quant au reste des éprouvettes, nous observons que les valeurs de  $\sigma_y$ , de  $\sigma_r$  et de  $E$  sont comparables à celles de la référence SBR ( $\sigma_y = 19,4 \pm 0,6$  MPa,  $\sigma_r = 12,7 \pm 1,3$  MPa,  $E = 335,3 \pm 33$  MPa). Par conséquent, seul l'allongement à la rupture ( $\epsilon_r$ ) est influencé par un désalignement excessif.

**Tableau II-7 : Propriétés en traction de l'échantillon SBNA (Soudure des tubes non alignés).**

<b>Eprouvettes</b>	<b><math>d</math> (mm)</b>	<b><math>\sigma_y</math> (MPa)</b>	<b><math>\epsilon_r</math> (%)</b>	<b><math>\sigma_r</math> (MPa)</b>	<b><math>E</math> (MPa)</b>	<b>Type de rupture</b>
Ep.1	0,6	19,3	188,0	14,1	357,2	Ductile
Ep.2	1,2	19,9	103,8	13,9	299,2	Ductile
Ep.3	1,5	20,4	85,3	13,7	362,2	Ductile
Ep.4	1,9	----	24,8	22,5	376,4	Fragile
Ep.5	2,5	----	21,8	19,8	374,1	Fragile

Ces résultats permettent de conclure que plus le désalignement est élevé, plus la ductilité de la soudure diminue et, donc, sa fragilité augmente. Ceci s'explique par le fait que plus le désalignement est important, plus le contact entre les surfaces fusionnées diminue ce qui affecte l'interpénétration et l'entanglement des chaînes moléculaires du PE à l'interface de soudure. Ceci constitue un point de concentration de contraintes conduisant à la fragilisation de l'interface de la soudure.

En ce qui concerne l'étude de l'effet du temps de refroidissement sur les propriétés en traction de la soudure bout à bout, nous remarquons au regard du tableau II-8 que les valeurs de la contrainte au seuil d'écoulement ( $\sigma_y$ ), obtenues selon des temps de refroidissement inférieurs (70 %  $t_s$ , 35 %  $t_s$  et 13 %  $t_s$ ), sont presque identiques à celles obtenues selon le temps standard ( $t_s$ ). La même constatation peut être faite pour la contrainte maximale à la rupture ( $\sigma_r$ ), l'allongement à la rupture ( $\epsilon_r$ ) et le module d'élasticité ( $E$ ). Ceci signifie que la réduction du temps de refroidissement jusqu'à 13% du temps standard recommandé n'a pas d'effet significatif sur les propriétés en traction de la soudure bout à bout. Ce résultat s'explique par le fait que les échantillons de soudure que nous avons

préparés sont très courts (2 m de longueur) en comparaison avec la longueur des assemblages réalisés en chantier (12 m de longueur au minimum). En effet, les soudures préparées en laboratoire, insuffisamment refroidies, n'ont été soumises à aucune contrainte externe pouvant altérer leur qualité, à l'inverse de celles réalisées en chantier susceptibles d'être exposées à différentes altérations causées, par exemple, par le poids, la torsion, et la courbure des tubes.

**Tableau II-8 : Propriétés en traction obtenues pour différents temps de refroidissement.**

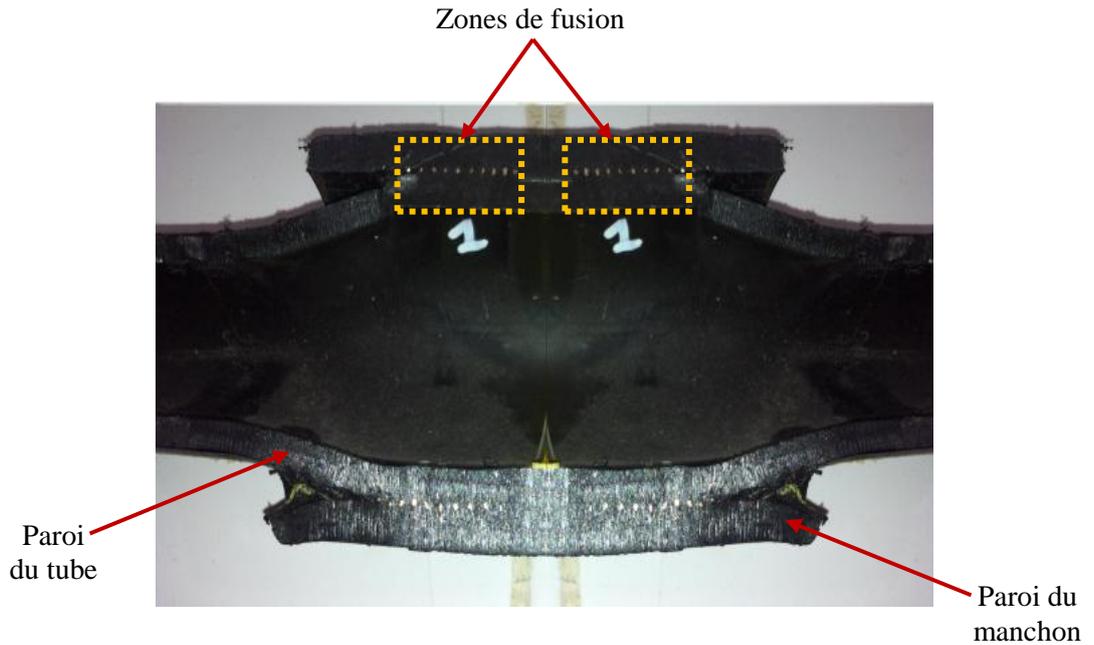
Temps de refroidissement (s)	$\sigma_y$ (MPa)	$\varepsilon_r$ (%)	$\sigma_r$ (MPa)	$E$ (MPa)
Ts	19,5 ± 0,5	400,2 ± 20,2	12,7 ± 1,3	335,3 ± 33,0
70% ts	18,3 ± 0,2	410,1 ± 15,3	13,6 ± 0,9	334,3 ± 33,5
35% ts	18,8 ± 0,1	400,1 ± 2,1	12,9 ± 0,6	340,9 ± 36,2
13% ts	18,3 ± 0,3	390,8 ± 10,0	13,4 ± 1,0	340,1 ± 33,4

### II.6.3 Résistance à la décohésion

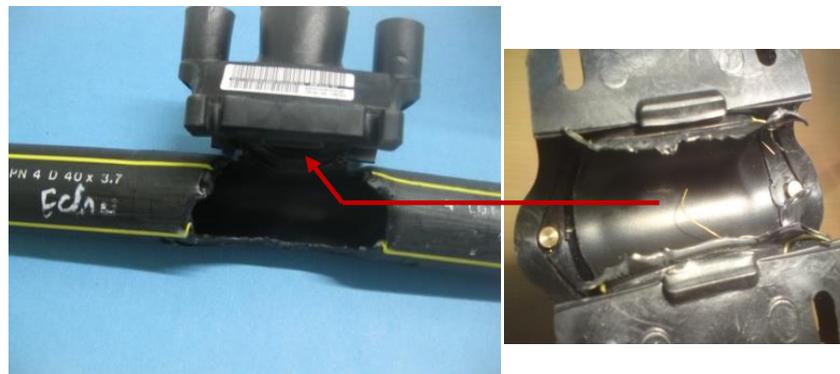
Les résultats de l'essai de décohésion, réalisé sur les échantillons d'électro-soudure, sont résumés dans le tableau II-9. Nous constatons que l'échantillon SENA présente un comportement similaire à la référence SER caractérisé par une rupture de type ductile. Ceci traduit la difficulté de séparation des manchons (Figure II-31) et la rupture des tubes au lieu de la décohésion des selles sous l'effet de la force à laquelle ont été soumis les échantillons (Figure II-32).

**Tableau II-9 : Résultats de l'essai de décohésion.**

Echantillons de soudure	Type de rupture		Pourcentage de décohésion	
	Manchon	Selle de branchement	$L_d$ (%)	$S_d$ (%)
SER	Ductile	Ductile	0	0
SENA	Ductile	Ductile	0	0
SESG	Fragile	Fragile	100	70
SECS	Fragile	Fragile	100	60



**Figure II-31 :** Eprouvette de l'échantillon SENA (soudure de tubes et manchon non alignés), soumise à l'essai de décohésion.



**Figure II-32 :** Rupture du tube constatée sur l'échantillon SENA (soudure de tube et selle non alignés) soumis à l'essai de décohésion.

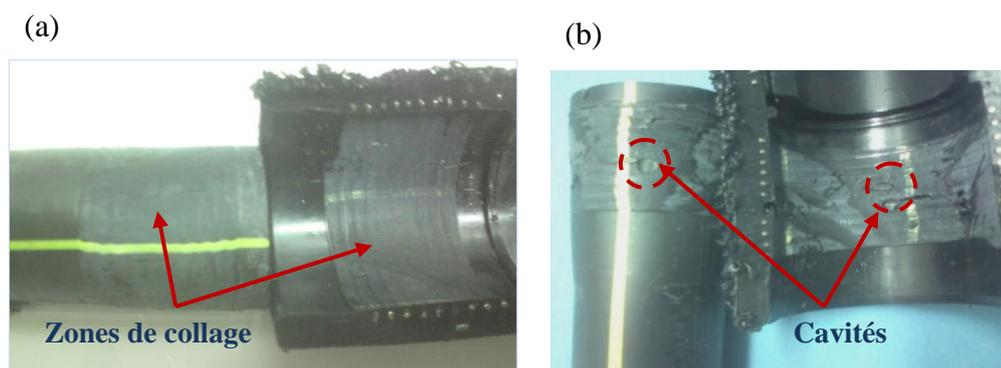
Ainsi, les pourcentages de décohésion ( $L_d$ ) et ( $S_d$ ), calculés sur les soudures avec manchons et selles, sont respectivement nuls. Nous en déduisons que le non alignement n'a montré aucun effet notable sur la résistance de la soudure à la décohésion. Ce résultat est dû à la différence importante entre la longueur des échantillons de soudures préparées en laboratoire (2 m) et la longueur réelle des assemblages de tubes réalisés au chantier (200 m au

minimum pour le diamètre DN40), ce qui ne reflète pas le comportement réel au niveau du chantier (génération des forces importantes par les tubes de grande longueur).

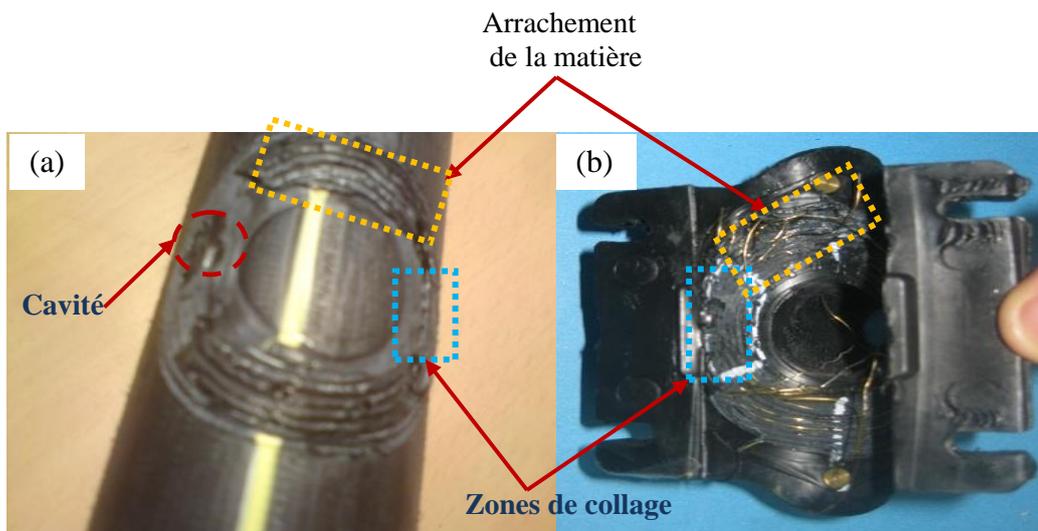
Cependant, les échantillons SESG et SECS ont montré un comportement inverse en comparaison avec la référence SER, caractérisé par des ruptures de type fragile. En effet, une séparation complète des manchons s'est produite (Figures II-33-a et II-33-b) et l'on a observé des surfaces lisses (zones de collage) au niveau des zones de fusion pour les selles (Figure II-34-a et II-34-b). Ces mêmes constatations ont été rapportées par Hjærtfors (2011) sur des soudures réalisées sans grattage des surfaces des tubes à souder.

De plus, des cavités ont été observées sur les zones de rupture sur les échantillons SECS ; elles résultent de l'évaporation du solvant durant le chauffage (Figure II-33-b et II-34-a).

A juste titre, les valeurs du pourcentage de décohésion ( $L_d$ ) obtenues sur les échantillons SECS et SESG atteignent le seuil maximal (100 %) alors que celles de  $S_d$  sont de l'ordre de respectivement 60 et 70 % (Tableau II-9). Ainsi, des zones d'arrachement de la matière marquées au voisinage des spires des selles, caractérisant la rupture de type ductile, sont moins dominantes par rapport aux zones de collage (zones de rupture de type fragile) (Figure II-34).



**Figure II-33:** Décohésion complète du manchon de : (a) L'échantillon SESG (soudage sans grattage et nettoyage des surfaces des tubes) et (b) l'échantillon SECS (soudage des surfaces contaminées par le solvant nettoyant).

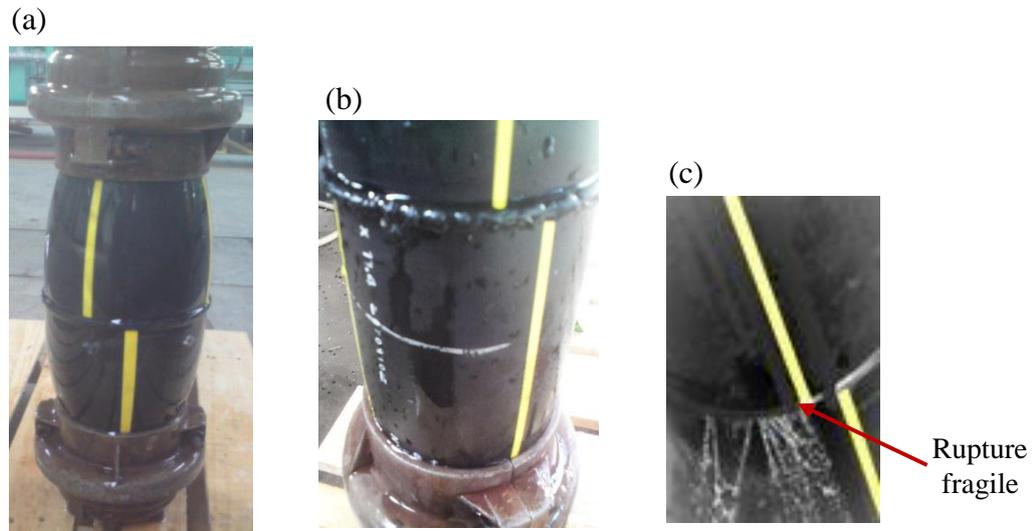


**Figure II-34** : Décohésion de la selle de l'échantillon SECS (soudage des surfaces contaminées par le solvant nettoyant): (a) Surface externe du tube, (b) surface interne de la selle.

#### II.6.4 Résistance à la pression hydrostatique

Tous les échantillons de soudure bout à bout préparés dans les différentes conditions, ont été soumis à la même pression d'essai de 9 bars, calculée selon l'équation II-4 pour une contrainte circonférentielle de 4,5 MPa et un SDR de 11, du fait qu'ils sont à base du même matériau (PE80) et ont tous les mêmes dimensions (DN=125 mm,  $e_n= 11,4$  mm).

Nous avons constaté que les échantillons de soudures SBCE et SBNA ont présenté une bonne tenue à la pression appliquée. En effet, aucune rupture n'a été enregistrée sur ces échantillons pendant les 165 heures (Figure II-35-a, II-35-b). Cependant, l'échantillon SBNA a montré une rupture de type fragile à l'interface de la soudure (Figure II-35-c), enregistrée après 3 heures du lancement de l'essai. Cette durée représente 1,8 % de la durée minimale exigée (165 heures) par la norme EN 1555-2 (2010). D'après Bowman et Paramar (1989), un désalignement excessif conduit à l'augmentation des contraintes axiales induites par l'application d'une pression interne, ce qui explique le comportement ainsi constaté sur l'échantillon SBNA. Ce résultat confirme donc celui obtenu par Bowman et Paramar (1989).

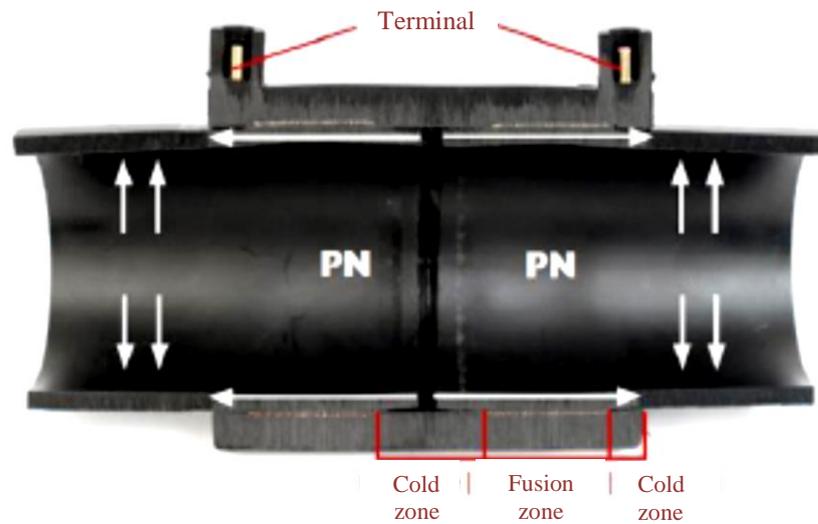


**Figure II-35 :** Echantillons de soudure bout à bout soumis à l'essai de pression hydrostatique ( $80^{\circ}\text{C}/165\text{h}/4,5\text{MPa}$ ) : (a) SBCP (Contamination par la poussière), (b) SBCE (Contamination par l'eau), (c) SBNA (soudures des tubes non alignés).

Concernant les échantillons préparés pour différents temps de refroidissement, aucune rupture n'a été observée durant toute la durée d'essai. Dédution faite, la résistance à la pression hydrostatique de la soudure bout à bout n'est pas influencée par le temps de refroidissement. La même interprétation des résultats de l'essai de traction peut être faite dans ce cas (voir paragraphe II.6.2).

Les échantillons d'électro-soudure (préparés avec les manchons) ont été également testés. Ils sont soumis aux mêmes conditions d'essai que les échantillons de soudure bout à bout ( $80^{\circ}\text{C}/165\text{ h}/9\text{ bars}$ ).

Les contraintes induites par l'application d'une pression d'eau à l'intérieur d'une soudure de tubes et manchon sont montrées sur la figure II-36.



**Figure II-36 :** Représentation des contraintes induites par l'application de la pression hydraulique à l'intérieur d'une soudure de tubes et manchon en PE (Nordiska Plaströrgruppen, 2009).

Sur l'ensemble des échantillons testés, aucune rupture n'a été remarquée durant les 165 heures. L'interprétation de ces résultats est la suivante :

- Shi et al. (2012) rapportent que l'application d'une pression interne à une soudure de tubes et manchon conduit à l'expansion des tubes sous l'effet des contraintes radiales ainsi induites. Cette déformation est limitée, de l'extérieur, par le raccord. Ceci génère une contrainte de compression à l'interface de soudure qui agit sur les zones contaminées en compressant le vide créé par le contaminant entre la surface interne du manchon et la surface externe du tube, ce qui minimise ou annule l'effet des défauts de contamination. Ceci explique donc, la bonne tenue des échantillons SESG et SECS.
- La résistance des échantillons de soudure SENA s'explique par le fait que les soudures préparées en laboratoire n'ont été soumises à aucune des contraintes telles que celles générées réellement au chantier.

## II.7 Conclusion

Des soudures bout à bout et des électro-soudures ont été réalisées dans différentes conditions de soudage. Leurs résistances à différentes sollicitations ont été étudiées.

L'examen de l'aspect des soudures bout à bout ont mis en évidence l'effet du désalignement sur la forme des bourrelets des soudures dont une asymétrie a été constatée, ce qui a conduit à la fragilisation de l'interface de la soudure, caractérisée par des ruptures de type fragile, lorsque les soudures ont été soumises à l'essai de traction et l'essai de pression hydrostatique. Ce résultat est en concordance avec la littérature.

Les résultats des mesures des dimensions des bourrelets (la largeur et la hauteur) n'ont montré aucun effet significatif du temps de refroidissement. Ceci nous a conduit à conclure que la formation des bourrelets est quasi totale après la mise en contact des surfaces chauffées et que le rétrécissement des bourrelets après le refroidissement est minime. Dans ce cas, la température et la pression jouent un rôle primordial dans la formation des bourrelets, ce qui confirme les constatations rapportées dans la littérature.

Par ailleurs, à cause de la gravité, les bourrelets orientés vers le sol sont de taille plus élevée par rapport aux bourrelets des parties supérieures des tubes.

A l'inverse du désalignement, l'étude des propriétés en traction (propriétés à court terme) et de la résistance à la pression hydrostatique (propriété à moyen terme) des soudures bout à bout a montré que la contamination des surfaces à souder que ce soit par la poussière de la terre sèche ou par l'eau, n'a aucune influence sur la qualité des soudures. Ces résultats sont dus à l'évaporation de l'eau, sous l'effet de la chaleur, et à l'exclusion de la plus grande quantité des particules de poussière vers l'extérieur de la soudure.

De même, la réduction du temps de refroidissement jusqu'à 13% du temps recommandé n'a pas influé sur les propriétés mécaniques étudiées. La confirmation de ce résultat nécessite l'utilisation des longueurs réelles des tubes assemblés au chantier.

L'étude des propriétés mécaniques des électro-soudures révèle des résultats mettant en évidence l'effet des contaminants (les produits d'oxydation, ceux issus de la migration des

aditifs de faible poids moléculaire, la poussière et le solvant nettoyant) sur la résistance des soudures à la décohésion quelque soit le type de raccords (manchon ou selle). Il s'agit donc du collage et non pas du soudage en présence de ces polluants. Malgré cette faible cohésion, les soudures ont pu résister à la pression hydrostatique. Ce comportement s'explique par l'effet dominant de la contrainte de compression exercée par le raccord sur les zones de soudeure contaminées. Ainsi, les résultats obtenus confirment ceux rapportés dans la littérature.

Quant aux soudures réalisées sans positionneur, elles ont présenté une bonne résistance à la décohésion ainsi qu'une bonne tenue à la pression hydrostatique. Ces résultats n'ont pas été très concluants du fait que les forces générées par les longueurs réelles de tubes n'ont pas été prises en considération dans notre étude.

## Chapitre III

### Caractérisation Mécanique des Soudures de Tubes en PE Vieillies Naturellement.

Dans ce chapitre, nous chercherons à évaluer les conséquences du vieillissement naturel sur les propriétés mécaniques des soudures de tubes en PE.

De ce fait, trois types de soudure (soudure bout à bout, soudure par poly-fusion et électro-soudure) vieillies sur sites seront caractérisés mécaniquement. Ils seront soumis à l'essai de décohésion (pour les électro-soudures) et l'essai de pression hydrostatique (pour les trois types de soudure). Pour ce faire, des échantillons de soudures ont été prélevés dans des anciens réseaux de distribution du gaz naturel, dans différentes régions de l'Algérie. Leur durée de service varie de 8 à 30 ans.

#### III.1 Présentation des matériaux étudiés

Les échantillons de soudures de tubes en PE vieillies ont été prélevés sur différents sites, choisis par le CREDEG (Centre de Recherche et de Développement de l'Electricité et du Gaz). Le déterrement a été réalisé par les agents des directions de distribution du gaz naturel et d'électricité (DD) entre 2009 et 2010. Nous avons pu assister à la première opération faite par la DD de Bouloghine à Staoueli (site pilote) le 12 /07/2009. Il s'agit de l'un des premiers réseaux de gaz installés en Algérie. Une photo d'un échantillon de soudure bout à bout déterré est présentée sur la figure III-1.



*Figure III-1: Photo d'un échantillon de soudure bout à bout déterré le 12/07/2009 au site de Staouali, Alger.*

Les échantillons de soudures déterrés ont été transférés au CREDEG, après être emballés et étiquetés.

Dès la réception de la totalité des échantillons, ceux-ci ont été triés en fonction du type de soudures et de leur âge (durée de service qui a pu être déterminé en connaissant les dates de prélèvement des échantillons et les dates de mise en service des réseaux de gaz, fournies avec les échantillons).

Trois types de soudure ont été constatés : soudures bout à bout ; soudures réalisées par poly-fusion et autres par électro-fusion. Les deux premières sont les plus anciennes, âgées jusqu'à 30 ans. A titre indicatif, la première utilisation du PE dans les systèmes de tubes de gaz, en Algérie, remonte à l'année 1979. Alors que la technique de soudage par l'électro-fusion a commencé à être utilisée aux alentours de 1997, puisque le plus ancien échantillon d'électro-soudure déterré est âgé de 13 ans.

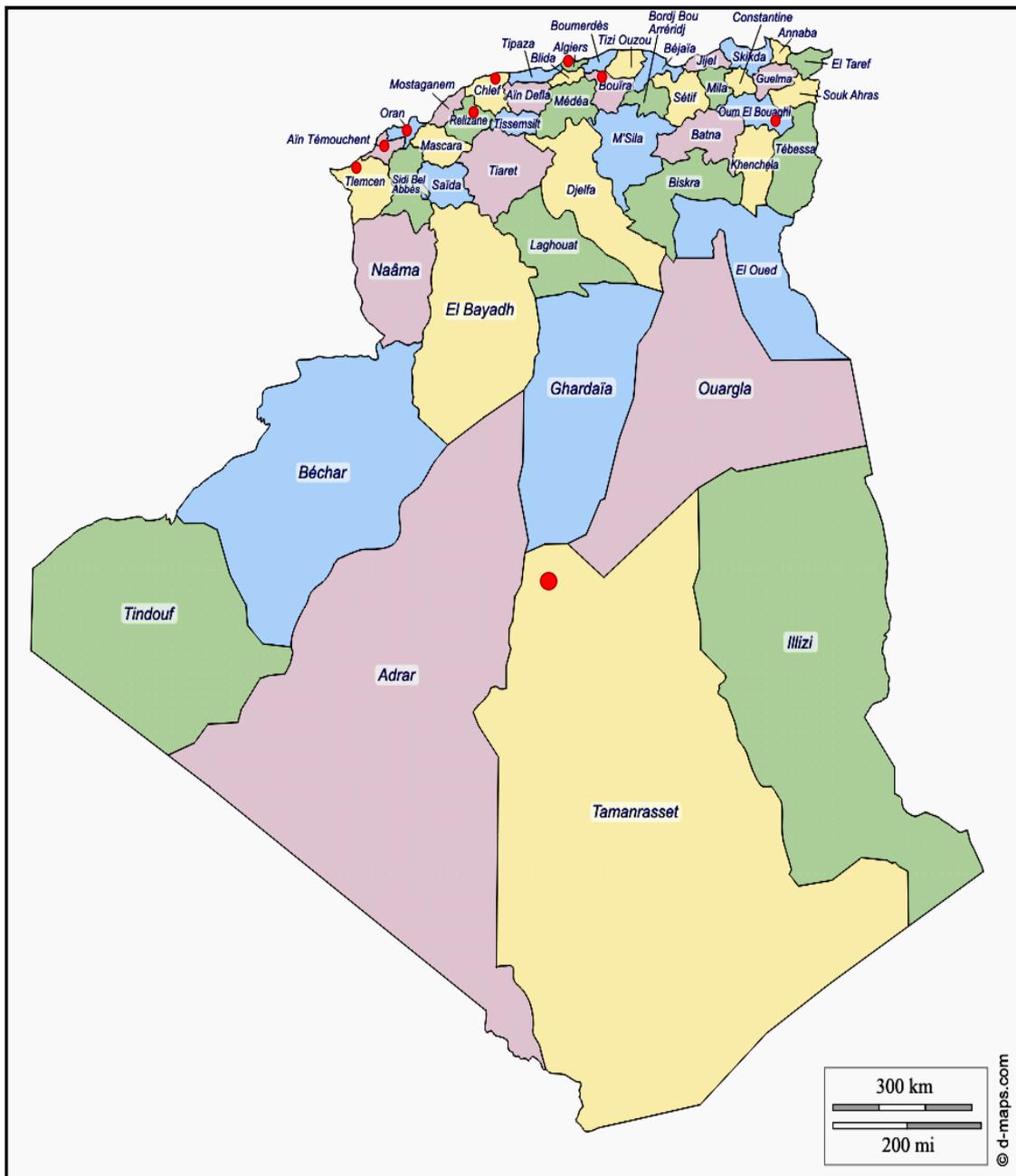
Par ailleurs, les origines des tubes et des raccords ont été déterminées à partir du marquage imprimé sur leur surface externe et resté intacte même après de longues durées de service. Trois sociétés européennes et deux algériennes fabriquent les tubes : WAVIN (Hollande), EUROPLAST (France), ALPHACAN (France) ; STPM CHIALI (Algérie) et ENPC CHLEF (Algérie).

Alors que les raccords sont fabriqués par : WAVIN (Hollande), ROLLMAPLAST (Australie), INNOGAZ (France) et GEORG FISCHER (Suisse).

Pour cette étude, les échantillons de soudures sélectionnés se différencient entre eux soit par le site de prélèvement, le diamètre (DN), l'âge, le type de soudure soit par le type de raccord. L'ensemble des échantillons ainsi sélectionnés est présenté dans le tableau III-1. De plus, les sites de prélèvement sont identifiés, sur la carte de l'Algérie (Figure III-2), avec des cercles pleins de couleur rouge.

Par ailleurs, la totalité des tubes sont à base de PEHD de la classe PE80 (la deuxième génération de PE), en se référant aux dates de fabrication imprimées sur leur surface.

Le type de PE de base et la date de fabrication des raccords des soudures par polyfusion sont inconnus, car ils ne sont pas mentionnés sur leur marquage. Alors que les raccords électro-soudables sont à base de PE100. De plus, les origines des matériaux des tubes et raccords sont inconnues.



*Figure III-2 : Situation géographique des sites de prélèvement des échantillons de soudures vieilles.*

**Tableau III-1: Récapitulatif des échantillons de soudures déterrés, sélectionnés pour l'étude.**

Identification Echantillons	DN/SDR	Type de soudure	Type de raccord	Site de prélèvement	Date de prélèvement	Date de mise en service	Age (an)	Origine	
								Tube	Raccord
SBB1	125/11	Bout à bout	---	Ain Beida, Oum El Bouaghi	17/11/2009	1991	18	Wavin	----
SBB2	125/11		---	El-Hammart Gdeyl, Essenia	25/11/2009	01/01/1984	25	Wavin	----
SBB3	125/11		---	Oued Rhiou, Relizane	06/10/2009	1979	30	Wavin	----
SEF1	63 /11	Electro-fusion	Bouchon	Ain Salah, Tamanrasset	25/11/2009	20/05/2001	08	STPM-Chiali	Innogaz
SEF2	125/11		Manchon	Les dunes, Alger	18/10/2010	03/12/2000	10	STPM Chiali/ENPC	George Fischer
SEF3	125/11		Bouchon	Nedroma, Tlemcen	15/09/2009	1998	11	ENPC	Rollmaplast
SEF4	63 /11		Selle 63/40	Dar Yaghemracen, Ghazaouet	02/09/2009	1998	11	Wavin	Innogaz
SEF5	40/11		Selle Té 40/20	Ain Bessem <sup>(1)</sup> , Bouira	Mars 2010	15/10/1997	13	ENPC	Innogaz
SPF1	90/11	Poly-fusion	Bouchon	Ain Bessem <sup>(2)</sup> , Bouira	Mars 2010	16/10/1995	15	Wavin	Wavin
SPF2	125/11		Bouchon	Ain Bessem <sup>(3)</sup> , Bouira	Mars 2010	04/05/1994	16	Europlast	Wavin
SPF3	63 /11		Bouchon	Chettia, Chlef	29/09/2009	1987	22	Wavin	Wavin
SPF4	90/11		Bouchon	Staoueli, Alger	11/07/2009	1979	30	Wavin	Wavin

(1) Cité des 54 logements, (2) Cité des 62 logements, (3) Zone d'activité.

## III.2 Caractérisation des soudures vieilles

Deux essais mécaniques ont été prévus afin de caractériser les soudures vieilles: l'essai de décohésion, conçu pour les électro-soudures, et l'essai de pression hydrostatique auquel ont été soumis les échantillons des trois types de soudure, comme le montre le tableau III-2.

*Tableau III-2 : Essais mécaniques effectués sur les échantillons de soudures vieilles*

Essais	Essai de décohésion	Essai de pression hydrostatique
Echantillons soumis à l'essai	SEF4, SEF5	SBB1, SBB2, SBB3
		SEF1, SEF2, SEF3
		SPF1, SPF2, SPF3

### III.2.1 Essai de décohésion

L'essai de décohésion a été réalisé sur les échantillons d'électro-soudure prélevés dans des assemblages de tubes et selles té ou selles de branchement, tandis que ceux prélevés dans des jonctions de tubes et manchons ou bouchons ont été réservés pour l'essai de pression hydrostatique. La méthode et les conditions d'essai sont décrites dans le paragraphe II.5.3.2.

### III.2.2 Essai de pression hydrostatique

Les éprouvettes ont été découpées dans les échantillons de soudures de manière que la soudure soit située au centre de l'éprouvette, pour les soudures bout à bout et les électro-soudures de tube et manchon.

La longueur des l'éprouvettes a été déterminée en respectant la distance minimale tolérable (longueur libre,  $l_0$ ) entre les deux embouts fixés à leurs extrémités (Figure II-25)

Dans le cas des éprouvettes de soudure de tube et bouchon, ce dernier joue le rôle d'embout inférieur utilisé pour l'obturation de l'éprouvette, comme montré sur la figure III-3.

Le banc d'essai ainsi que le type des embouts sont les mêmes que ceux utilisés dans l'étude précédente (chapitre II).

Vu la longue durée d'essai, certaines éprouvettes ont été exposées à un niveau de contrainte circonférentielle ( $\sigma$ ) de 4 MPa et d'autres à 4,5 MPa à la même température de 80°C pendant des durées respectivement de 1000 et 165 heures,. Ces conditions sont applicables pour des échantillons en PE 80 non vieillis, conformément à la norme (EN1555-2, 2010). La pression de l'essai est calculée suivant l'équation Eq.II-5.



*Figure III-3 : Eprouvette de soudure par polyfusion, préparée pour l'essai de pression hydrostatique.*

### **III.3 Résultats et discussion**

#### **III.3.1 Résistance à la décohésion**

Les résultats de l'essai de décohésion effectué sur des électro-soudures de tube et selle sont présentés dans le tableau III-3.

Les deux échantillons SEF4 (11ans) et SEF5 (13 ans) montrent des ruptures de type ductile. En revanche, les pourcentages de décohésion ( $S_d$ ) se diffèrent. Le pourcentage de décohésion de 20 %, relevé sur les échantillons les plus anciens (13 ans), est dû à la présence des zones de rupture fragile qui sont minoritaires par rapport aux zones de rupture ductile.

*Tableau III-3 : Résultats de l'essai de décohésion pour les échantillons d'électro-soudure vieillie.*

<b>Echantillons de soudure</b>	<b>Age (an)</b>	<b>Type de rupture</b>	<b>Pourcentage de décohésion (<math>S_d</math>) (%)</b>
SEF4	11	Ductile	0
SEF5	13	Ductile	20

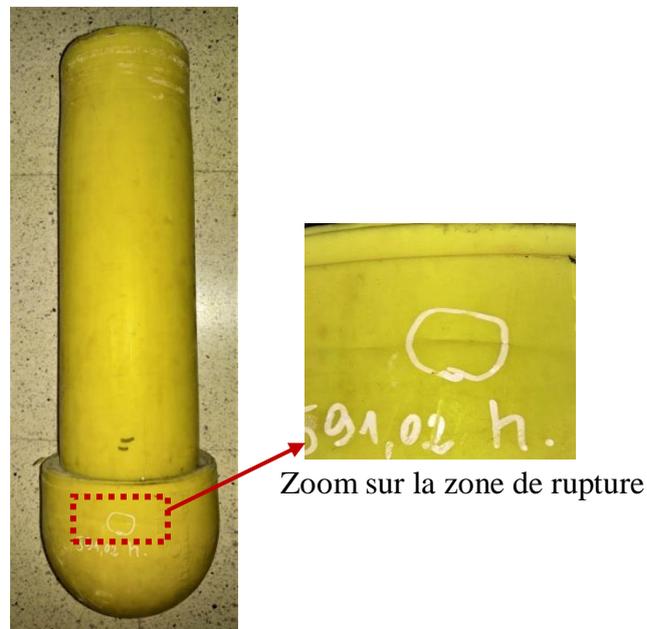
### **III.3.2 Résistance à la pression hydrostatique**

Les résultats de l'essai de pression hydrostatique révèlent la bonne tenue des soudures bout à bout même celles des plus anciennes (25 et 30 ans) (Tableau III-4). Les électro-soudures ont montré un comportement identique. En effet, aucune rupture n'a été enregistrée sur l'ensemble des échantillons testés, notamment SBB2 et SEF1, pour lesquels la durée de l'essai a été prolongée, volontairement, jusqu'à respectivement, 409 et 303 heures (Tableau III-4).

Cependant, une rupture été observée sur l'échantillon SPF2 après écoulement d'une durée de 591 heures. En outre, cette rupture, de type fragile, est localisée au niveau du bouchon, loin de l'interface de la soudure, comme le montre la figure III-4. Elle résulte de l'initiation et propagation lente d'une fissure dans la paroi du bouchon. Ceci s'explique par la fragilité du matériau du bouchon en comparaison avec le tube et la soudure. Alors que l'échantillon de soudures SPF1 et même ceux des plus anciens, SPF3 et SPF4, montrent une bonne tenue sous la pression hydrostatique (Tableau III-4).

**Tableau III-4** : Résultats de l'essai de pression hydrostatique sur les échantillons de soudures vieilles.

Echantillon de soudure	Age (an)	Pression de l'essai (bars)	Durée de l'essai (h)	Résultat
SBB1	18	8	1000	Pas de rupture
SBB2	25	9	165	Prolongation de la durée d'essai jusqu'à 409 heure sans rupture
SBB3	30	8	1000	Pas de rupture
SEF1	8	9	165	Prolongation de la durée d'essai jusqu'à 303 h sans rupture
SEF2	10	9	165	Pas de rupture
SEF3	11	9	165	Pas de rupture
SPF1	15	8	1000	Pas de rupture
SPF2	16	8	1000	Rupture de type fragile au niveau du bouchon après 591 h
SPF3	22	9	165	Pas de rupture
SPF4	30	9	165	Pas de rupture



**Figure III-4** : Rupture fragile en pression hydrostatique (80°C/4 MPa) dans le manchon d'un échantillon de soudure par poly-fusion (Echantillon SPF2).

### III.4 Conclusion

Des soudures de tubes en PE en service pendant différentes périodes (de 8 à 30 ans) ont été déterrées ensuite caractérisées dans le but de connaître leur état après vieillissement.

Trois types de soudures ont été constatés, soudures bout à bout, soudures réalisées par poly-fusion et soudures par électro-fusion. Le premier et le deuxième type sont les plus anciens en comparaison avec les électro-soudures compte tenu de la nouveauté de la technique du soudage par l'électro-fusion.

Dans cette étude, deux essais mécaniques ont été prévus, l'essai de décohésion et l'essai de pression hydrostatique. Les soudures vieilles ont été exposées aux mêmes conditions utilisées pour la qualification des soudures neuves.

De ce fait, deux électro-soudures de tubes et selles (parmi les cinq choisies) de dimensions différentes ont été soumises à l'essai de décohésion. D'après les résultats obtenus, les deux soudures ont montré une bonne résistance à la décohésion. Tandis que les trois qui restent, réalisées avec des manchons et des bouchons, ont été soumises à l'essai de pression hydrostatique. Ces soudures, provenant de trois régions extrêmes (nord, ouest et sud de l'Algérie), ont présenté une bonne tenue sous la pression d'essai notamment la soudure provenant du sud, où les conditions de service sont sévères, pour laquelle la durée d'essai a été prolongée jusqu'à presque le double du temps minimal recommandé et ce, sans aucune marque de défaillance.

Un comportement similaire a été constaté sur les soudures bout à bout. En effet, les plus anciennes (jusqu'à 30 ans) ont montré une bonne résistance à différents niveaux de contraintes.

Pour ce qui est des soudures réalisées par poly-fusion, les résultats de l'essai de pression hydrostatique ont mis en évidence la bonne tenue de la totalité des soudures y compris les plus anciennes (jusqu'à 30 ans). Cependant, une fragilité du raccord d'un échantillon de soudure a été constatée. Ce cas révèle que la soudure est plus résistante que le raccord.

## Chapitre IV

### Comparaison entre la Performance des Tubes en PE Soudés Bout à Bout et leurs Analogues Non Soudés.

Dans ce dernier chapitre, les propriétés des anciennes soudures bout à bout de tubes en PE utilisés dans les systèmes de distribution du gaz naturel pendant différentes périodes de temps, sont étudiées ensuite comparées aux propriétés des tubes pères (les mêmes tubes non soudés). Nous avons mis l'accent sur les soudures bout à bout compte tenu de leur ancienneté par rapport aux électro-soudures.

A cet effet, une étude multi-échelles est effectuée en utilisant plusieurs techniques d'analyse telles que la calorimétrie différentielle à balayage (DSC), la diffraction des rayons X (DRX), la spectroscopie infra rouge à transformée de Fourier (IRTF), la spectroscopie Ultra-Violet (UV) et l'analyse thermique gravimétrique (ATG). L'essai de traction uni-axiale et l'essai de pression hydrostatique ont été également réalisés sur les soudures ainsi que sur les tubes.

Par ailleurs, des soudures bout à bout non vieilles, préparées par le soudage des tubes en PE non usagés, sont utilisées comme référence dans cette étude.

#### **IV.1 Présentation des matériaux étudiés**

Les échantillons de soudure bout à bout, soumis à l'étude, ont été prélevés dans des réseaux de distribution du gaz naturel dans différentes régions du nord algérien. Ils étaient en service pendant des décennies (jusqu'à 30 ans). Les échantillons ainsi sélectionnés sont présentés dans le tableau IV-1.

Comme nous l'avons mentionné dans le précédent chapitre, l'âge de l'échantillon représente sa durée de service.

*Tableau IV-1: Récapitulatif des échantillons de soudure bout à bout soumis à l'étude.*

Dimensions	Site de prélèvement	Date de prélèvement	Date de mise en service	Age (an)	Origine	Matériau de base
DN125 DR11 ( $e_n=11,4$ mm)	Ain Temouchent	13/09/2009	13/08/1989	20	Wavin	MDPE-M
DN90 SDR11 ( $e_n=8,2$ mm)	Essania, Oran	25/11/2009	01/01/1984	25	Wavin	MDPE-M
DN90 SDR11 ( $e_n=8,2$ mm)	Staoueli, Alger	11/07/2009	1979	30	Wavin	MDPE-M

Selon le tableau IV-1, les échantillons choisis sont d'âge et de dimensions différents mais de même origine (WAVIN, Hollande) et de même matériau de base, désigné MDPE-M. Cette désignation signifie que c'est un grade de tube nommé Manolène 3802 Y fabriqué à Anvers en Belgique, à la fin des années 60, par une société mixte franco-belge : Manufacture Normande de Polyéthylène (Actuellement, TOTAL PETROCHEMICALS, Belgique) (Source : Total Petrochemicals). Il s'agit d'un PEMD de type monomodal (deuxième génération du PE de la classe PE80) de masse volumique de  $938 \text{ kg/m}^3$  et de MFR 2,16 de 0,2 g/10 min (mesurés sur le polymère naturel).

Par ailleurs, deux tubes de gaz commerciaux, non usagés, ont été sélectionnés pour la préparation des échantillons de soudure utilisés comme référence. L'un des deux est un tube neuf de couleur noire et de dimensions DN125 SDR11, fabriqué à El-Eulma (Algérie) par la Sarl MAPROGAZ conformément à la norme EN1555-2 (2010), tandis que l'autre est de couleur jaune et de dimensions DN90 SDR11, fourni par la société hollandaise MAPROPLAST. Nous signalons que les conditions de fabrication et de stockage du tube jaune sont inconnues.

Nous précisons que ces tubes sont à base de PE de la même génération et de la même origine. Leurs propriétés d'usage sont regroupées dans le tableau IV-2.

**Tableau IV-2 : Propriétés des tubes utilisés pour la préparation des échantillons de référence.**

Propriétés	Désignation des tubes	
	Tube PE-B	Tube PE-Y
Origine du tube	Maprogaz	Maproplast
Couleur	Noire	Jaune
Dimensions	DN125 SDR11	DN90 SDR11
Matériau de base	MDPE 3802 B (PE80)	Finathène 3802 YCF (PE80)
Origine du matériau de base	Total Petrochemicals	Fina Chemicals (Actuellement, Total Petrochemicals)
Masse volumique à 23°C <sup>a</sup> (kg/m <sup>3</sup> )	948	943
MFR5 <sup>b</sup> (g/10 min)	0,91	0,97
MFR21,6 <sup>b</sup> (g/10 min)	18,0	18,4
FRR (MFR21,6/MFR5)	20	19
Température de fusion <sup>c</sup> T <sub>f</sub> (°C)	131	129
Enthalpie de fusion <sup>c</sup> ΔH <sub>f</sub> (J/g)	125	130
Teneur en noir de carbone <sup>d</sup> (%)	1,9	-----

<sup>a</sup>Mesurée selon la méthode A (ISO1183, 2012), utilisant un dispositif de pesée installé sur une balance Kern dans de l'air et dans de l'eau distillée.

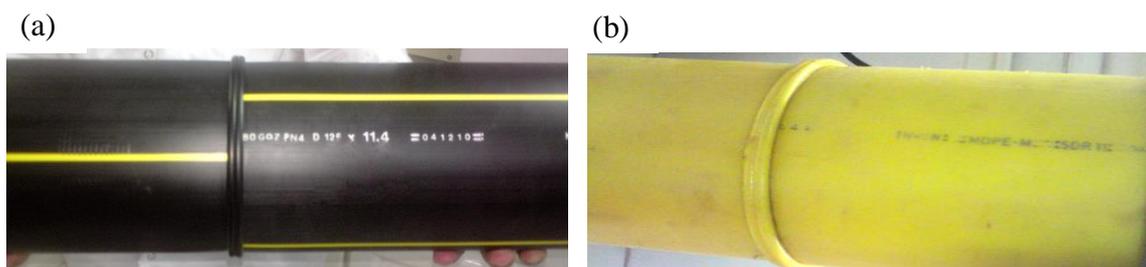
<sup>b</sup> Mesuré conformément à la norme ISO 1133 (2005) sur un fluidimètre de marque Zwick Roell.

<sup>c</sup>Mesurées par DSC à 10°C/min de 25 à 160°C.

<sup>d</sup>Résidu de TGA jusqu'à 600°C sous azote.

## IV.2 Préparation des échantillons de référence

Deux échantillons de 1m de longueur de chacun des tubes (PE-B et PE-Y) ont été soudés bout à bout par la même machine de soudage, citée dans le chapitre II (Figure II-3). Les paramètres standards de soudage pour les deux dimensions des tubes (DN90 SDR11 et DN125 SDR11) figurent dans le tableau II-2 (chapitre II). Des photos des échantillons préparés sont présentées sur la figure IV-1.



**Figure IV-1** : Echantillons de soudures bout à bout utilisés comme référence (Age 0): (a) Echantillon de soudure PE-B, (b) Echantillon de soudure PE-Y.

### **IV.3 Caractérisation des échantillons de soudure**

Après avoir présenté les matériaux étudiés et les conditions de préparation des échantillons de référence, nous poursuivrons ce chapitre avec un descriptif des différentes techniques de caractérisation ayant permis d'effectuer une étude multi-échelle des tubes et des soudures.

#### **IV.3.1 A l'échelle microstructurale**

A l'échelle microstructurale, deux techniques à savoir la calorimétrie différentielle à balayage (DSC) et la diffraction des rayons X (DRX) ont été utilisées afin de déterminer le taux de cristallinité du PE de tubes et de soudures.

##### **IV.3.1.1 Détermination du taux de cristallinité par DSC**

La calorimétrie différentielle à balayage permet de déterminer et de quantifier les phénomènes endo et exothermiques qui accompagnent un changement d'état physique ou une réaction chimique.

Le principe de fonctionnement du 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 alors de déterminer, dans le cas du PE, l'enthalpie de fusion représentative de la quantité de phase cristalline présente dans l'échantillon.

Pour ce faire, les mesures ont été effectuées à l'aide d'un calorimètre de type Q10 de TA INSTRUMENTS préalablement étalonné à l'indium dont l'intérêt est d'observer les différences du taux de cristallinité en différents endroits dans la zone de soudage et dans la

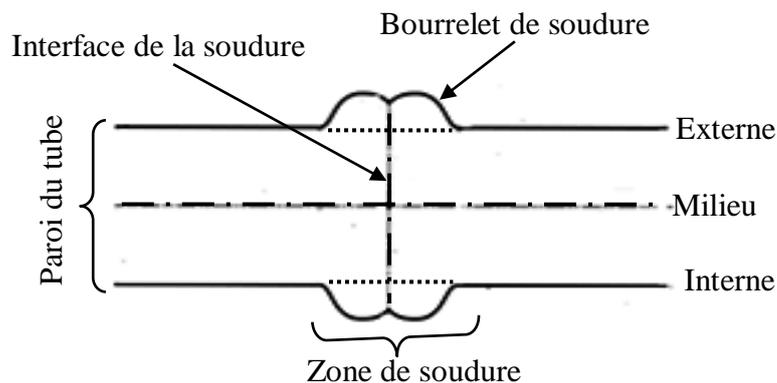
paroi du tube. De ce fait, des petites masses de PE de 4 à 5 mg sont prélevées sur trois positions différentes (interne, milieu et externe) de la zone de soudure et de la paroi du tube, comme le montre la figure IV-2, et ce, sur les échantillons vieillis et les échantillons de référence (non vieillis). Ces masses ont été ensuite analysées dans des capsules en aluminium scellées (Standard Lid et Pan de TA INSTRUMENTS) avant d'être chauffées de 25°C à 160°C sous azote à une vitesse de 10°C/min. Les enthalpies ont été déterminées à l'aide du logiciel Universal Analysis. Cette analyse a été réalisée à l'IMP (Ingénierie des Matériaux Polymères), INSA de Lyon.

Le taux de cristallinité en masse est alors déterminé par la relation suivante :

$$X_c = \frac{\Delta H_f}{\Delta H_{f0}} \times 100 \quad (\text{Eq.IV-1})$$

Où

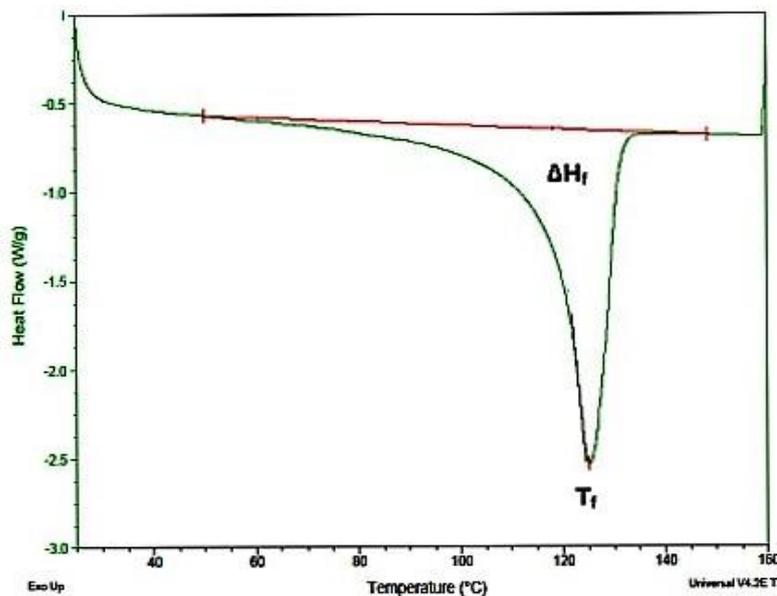
- $X_c$  est le taux de cristallinité (%),
- $\Delta H_f$  est l'enthalpie de fusion du polyéthylène (J/g),
- $\Delta H_{f0}$  est l'enthalpie de fusion d'un polyéthylène 100% cristallin (J/g).



**Figure IV-2 :** Présentation schématique des positions de prélèvement des échantillons analysés par la DSC.

Pour le PE, la valeur de  $\Delta H_{f0}$  rapportée dans la littérature est de 290 J/g (Gueugnaut et Rousselot, 1999). L'aire sous le pic de fusion correspond à l'enthalpie massique nécessaire

à la fusion ( $\Delta H_f$ ). La mesure a été prise entre deux valeurs de températures en utilisant la ligne de base après fusion pour définir le pic de fusion. Un exemple de thermogramme est présenté sur la Figure IV-3. La température au sommet du pic correspond à la température de fusion ( $T_f$ ).



**Figure IV-3:** Enthalpie ( $\Delta H_f$ ) et température de fusion ( $T_f$ ) du PE sur un thermogramme de DSC.

#### **IV.3.1.2 Diffraction des Rayon X (DRX)**

Des analyses par diffraction des rayons X (DRX) ont été effectuées afin de conforter les résultats obtenus en termes de taux de cristallinité par DSC.

Les polymères semi-cristallins, comme le polyéthylène, peuvent être décrits comme une succession de plans cristallins et amorphes de densité différente. La longueur d'onde des rayons X étant de quelques angströms, les interférences des rayons diffusés vont être alternativement constructifs ou destructifs. Selon la direction de l'espace, il y a un flux important de photon X, ou bien au contraire un flux très faible. Ces variations de flux s'expliquent par un phénomène de diffraction des rayons X sur les plans cristallins.

Les directions dans lesquelles les interférences sont constructives, nommées pics de diffraction, peuvent être définies par la loi de Bragg :

$$\sin \theta = \frac{n\lambda}{2d_{hkl}} \quad (\text{Eq.IV.2})$$

Où

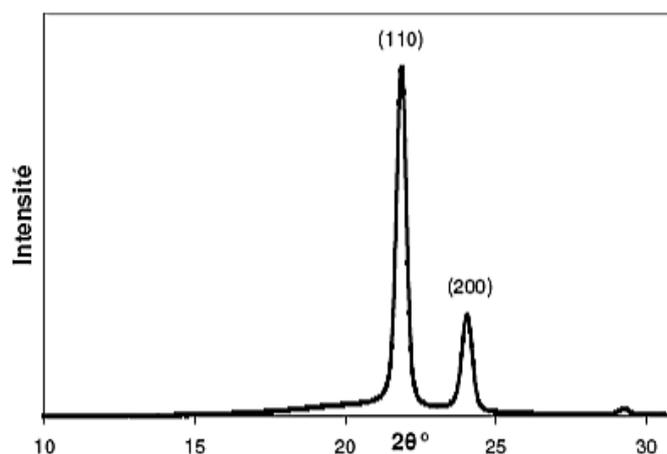
- $d_{hkl}$  est la distance entre deux plans cristallins,
- $n$  est l'ordre de diffraction (nombre entier),
- $\theta$  est le demi-angle de déviation,
- $\lambda$  est la longueur d'onde du faisceau de rayon X incident.

Les essais ont été réalisés sur un diffractomètre BRUKER fonctionnant à 20 kV et 5 mA utilisant une radiation Cu  $K\alpha$ . Un pas de  $0,020479^\circ$  est utilisé de même qu'un temps de comptage par pas de 192 s. Les mesures sont prises avec un angle  $2\theta$  variant de 5 à  $50^\circ$ .

Des copeaux de PE prélevés dans la zone de soudure et dans la paroi du tube, ont été pressés à  $200^\circ\text{C}$  sous une pression d'environ 200 bars pendant quelques minutes avant d'être soumis à l'analyse.

Le taux de cristallinité ( $X_c$ ) représente le rapport entre l'aire sous les pics correspondants à la diffraction des plans (110) et (200) de la maille orthorhombique ( $A_{crist}$ ), et l'aire sous la courbe totale ( $A_{tot}$ ) (Figure IV-4) :

$$X_c = \frac{A_{crist}}{A_{tot}} \times 100 \quad (\text{Eq.IV.3})$$



*Figure IV-4 : Un diffractogramme typique du PE orthorhombique.*

### **IV.3.2 A l'échelle moléculaire**

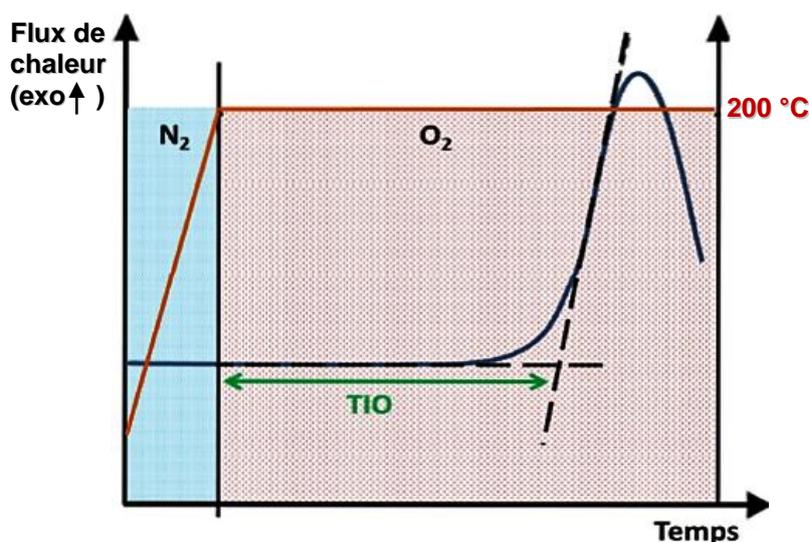
L'étude à l'échelle moléculaire a pour but d'évaluer la stabilité thermique des échantillons vieillis par la mesure du temps d'induction à l'oxydation (TIO), par l'analyse spectroscopique infrarouge à transformée de Fourier (IRTF), Ultra-Violet (UV) et par l'analyse thermique gravimétrique (ATG).

#### ***IV.3.2.1 Temps d'induction à l'oxydation (TIO)***

La mesure du temps d'induction à l'oxydation (TIO) permet de quantifier les antioxydants contenus dans la matrice du PE. Le TIO correspond au temps nécessaire pour amorcer l'oxydation du polyéthylène sous oxygène pur en condition isotherme.

Les mesures ont été effectuées à l'aide d'un calorimètre différentiel à balayage (DSC) de type DSC200F3 et de marque NETZSCH (disponible à la Sarl Maprogaz). En se fondant sur le mode opératoire présenté dans la norme EN 728 (1997), des masses de 10-12 mg de PE ont été prélevées sur trois positions (interne, milieu et externe) de la zone de soudure et de la paroi du tube (Figure IV-2). Chaque masse est, ensuite, placée dans une capsule en aluminium scellée et percée (un trou effectué au niveau du couvercle) avant d'être chauffés sous azote à 20°C/min et à température ambiante de 200°C. Au terme d'un isotherme de 3 min à 200°C permettant de stabiliser la température, l'azote est remplacé par de

l'oxygène (débit de 50 ml/min) pendant toute la durée nécessaire à l'oxydation de l'échantillon.



**Figure IV-5** : Méthode de détermination du temps d'induction à l'oxydation (TIO) par DSC à 200°C.

La figure IV-5 résume la méthodologie de cette caractérisation et indique comment la valeur du TIO est déterminée à partir du thermogramme enregistré. Cette valeur représente la durée (en minute) séparant l'instant d'alimentation en oxygène et le temps correspondant au point d'intersection du prolongement de la ligne de base et du prolongement de la tangente à la montée du pic exothermique à son point de pente maximale.

#### **IV.3.2.2 Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF)**

La spectroscopie infrarouge permet, à partir de la détection des modes de vibrations caractéristiques des liaisons chimiques, d'analyser qualitativement et quantitativement les fonctions chimiques présentes au sein du polymère.

Deux modes principaux permettent de réaliser des spectres infrarouges : en transmission (le faisceau traverse l'échantillon) et en réflexion totale atténuée (ATR) (le faisceau traverse un cristal avant d'être réfléchi par l'échantillon).

Dans notre étude, nous avons eu recours au mode de réflexion totale atténuée (ATR) pour identifier les groupements chimiques présents sur la surface des échantillons, du fait que cette technique ne permet qu'une analyse qualitative.

Les analyses ont été réalisées à l'aide d'un spectromètre infrarouge de type NICOLET-Is 10 (disponible à l'IMP), piloté par un logiciel OMNIC. Tous les spectres, enregistrés en absorbance, ont été obtenus dans un domaine de nombre d'onde s'étendant de 4000 à 600  $\text{cm}^{-1}$ , avec une résolution spectrale de 4  $\text{cm}^{-1}$  et de 32 enregistrements.

#### ***IV.3.2.3 Spectroscopie Ultra-Violet (UV)***

La spectroscopie UV a été utilisée afin de conforter les résultats obtenus par la spectroscopie IR.

Les spectres ultraviolets (UV) ont été réalisés à l'aide d'un spectromètre UV300 UV-VIS UNICAM, enregistrés en mode absorbance. Le domaine de longueur d'onde balayé s'étend de 200 à 500 nm.

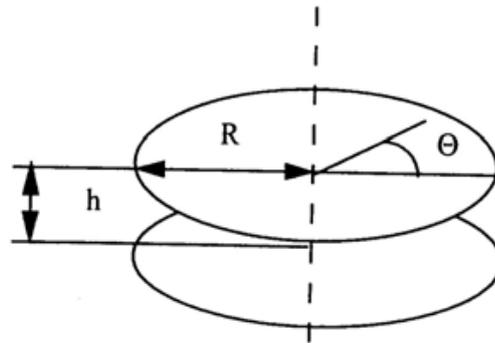
#### ***IV.3.2.4 Analyse Thermique Gravimétrique (ATG)***

Le principe de l'Analyse Thermique Gravimétrique (ATG) est la mesure de la perte de masse d'un matériau en fonction de l'élévation de température.

Les mesures ont été réalisées sur un ATG Q500 de TA INSTRUMENTS (disponible à l'IMP) équipé d'une microbalance placée dans un four à atmosphère contrôlée. Une masse d'environ 7 mg de PE est déposée dans une coupelle ouverte en aluminium ensuite chauffée à la température ambiante jusqu'à 600°C, sous un flux gazeux inerte d'azote, à une vitesse de 5°C/min. Les thermogrammes obtenus donnent la perte de masse en fonction de la température.

### IV.3.3 A l'échelle macromoléculaire : Rhéologie à l'état fondu

Les mesures de rhéologie à l'état fondu ont été réalisées sur l'échantillon le plus âgé (30 ans) et sur celui de référence PE-Y (0 an), à l'aide d'un rhéomètre oscillatoire ARES de marque TA INSTRUMENTS (disponible à l'IMP). La géométrie de la cellule de mesure est plan-plan (deux plateaux parallèles de forme circulaire de 25 mm de diamètre) (Figure IV-6).



$\theta$ - Angle de déplacement;  $h$ -Entrefer entre les plateaux;  $R$  - Rayon des plateaux.

**Figure IV-6** : Géométrie de la cellule de mesure du rhéomètre oscillatoire.

Les échantillons de PE, soumis à l'essai, ont été préparés par compression à la température 160°C pendant 3 min. Les disques, ainsi obtenus (de même diamètre que les plateaux et de 2 mm d'épaisseur), sont placés entre les deux plateaux ensuite chauffés à la température de 170°C. L'entrefer entre les plateaux est ajusté à 1,5 mm en appliquant une faible force axiale. Ainsi, la partie du matériau fondu, éjectée à l'extérieur, est enlevée avec prudence tandis que celle entre les plateaux est cisailée en imposant le déplacement d'un plateau par rapport à l'autre. L'amplitude de déformation est fixée à une faible valeur de l'ordre de 1%. Le balayage en fréquence a été réalisé dans l'intervalle 0,1-100 rad/s.

L'évolution des modules ( $G'$ ) (module de stockage) et ( $G''$ ) (module de perte) a été enregistrée en fonction de la pulsation (fréquence angulaire) ( $\omega$ ). Ces enregistrements ont permis le calcul de la viscosité complexe ( $|\eta^*|$ ) comme suit :

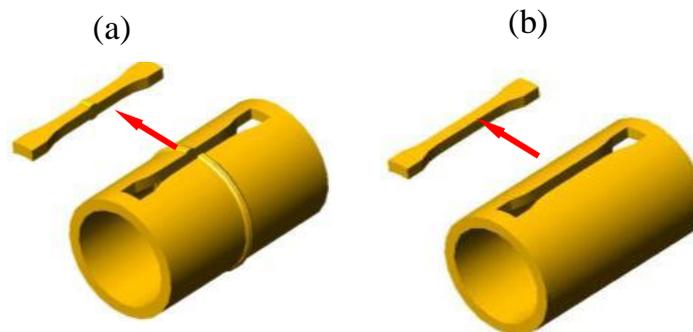
$$|\eta^*| = \frac{1}{\omega} \sqrt{G'^2 + G''^2} \quad (\text{Eq.IV.4})$$

#### IV.3.4 A l'échelle macroscopique : Caractérisation Mécanique

Enfin, à l'échelle macroscopique, l'analyse multi-échelles a été complétée par l'essai de traction uni-axiale et l'essai de pression hydrostatique.

##### IV.3.4.1 Essai de traction uni-axiale

L'essai de traction uni-axiale a été réalisé sur des éprouvettes prélevés dans les soudures et les tube (Figure IV-7) et cela pour l'ensemble des échantillons (vieillis et référence). La machine utilisée, les conditions d'essai et la méthode de préparation des éprouvettes sont citées dans le chapitre II (paragraphe II.5.2).



**Figure IV-7** : Prélèvement des éprouvettes de l'essai de traction dans la soudure (a) et dans le tube (b).

Afin de comparer les propriétés des soudures à celles des tubes, une approche largement utilisée dans la littérature et décrite dans la norme DVS 2203-4 (1997) pour évaluer la qualité des soudures bout à bout, a été retenue dans cette étude. Elle consiste à déterminer la résistance mécanique de la soudure et la comparer à celle du tube en utilisant un facteur appelé, facteur de soudage ( $f$ ). Ce dernier est défini, par Barber et Atkinson (1974), comme suit:

$$f = \frac{\text{Résistance de la soudure}}{\text{Résistance du tube}} \quad (\text{Eq.IV.5})$$

En effet, un facteur de soudage égal à l'unité, signifie que la soudure est aussi résistante que le tube.

Ainsi, dans beaucoup de travaux de recherche (Nishimura et Narisawa, 1991; Wilson, 1995 ; Bowman, 1996; Decourcy et Atkinson, 1977; Zhao et al., 2002 ; El-Bagory et al., 2013) les propriétés en traction à savoir, la contrainte au seuil d'écoulement, l'allongement à la rupture, la contrainte maximale à la rupture, le module d'élasticité et l'énergie de traction à la rupture TEB (Tensile Energy to Break) ont été utilisés pour le calcul de ( $f$ ).

#### ***IV.3.4.2 Résistance à la pression hydrostatique***

L'essai de pression hydrostatique a été réalisé sur des éprouvettes prélevées dans les soudures et dans les tubes (Figure IV-8).

Ces éprouvettes, dont la longueur libre ( $l_0$ ) est de 35 cm (Figure II-25), ont été soumises à une pression interne d'eau de 8 bars, calculée selon l'équation Eq.II-5, pour un niveau de contrainte circonférentielle ( $\sigma$ ) de 4 MPa et à une température de 80°C.

Le type d'appareil et la méthode de préparation des éprouvettes sont les mêmes que ceux indiqués dans le paragraphe II.5.4 du deuxième chapitre

Les éprouvettes de tubes et de soudures sont jugées avoir une bonne résistance si elles tiennent pendant 1000 h ou plus dans les conditions de l'expérience (EN1555-2, 2010).



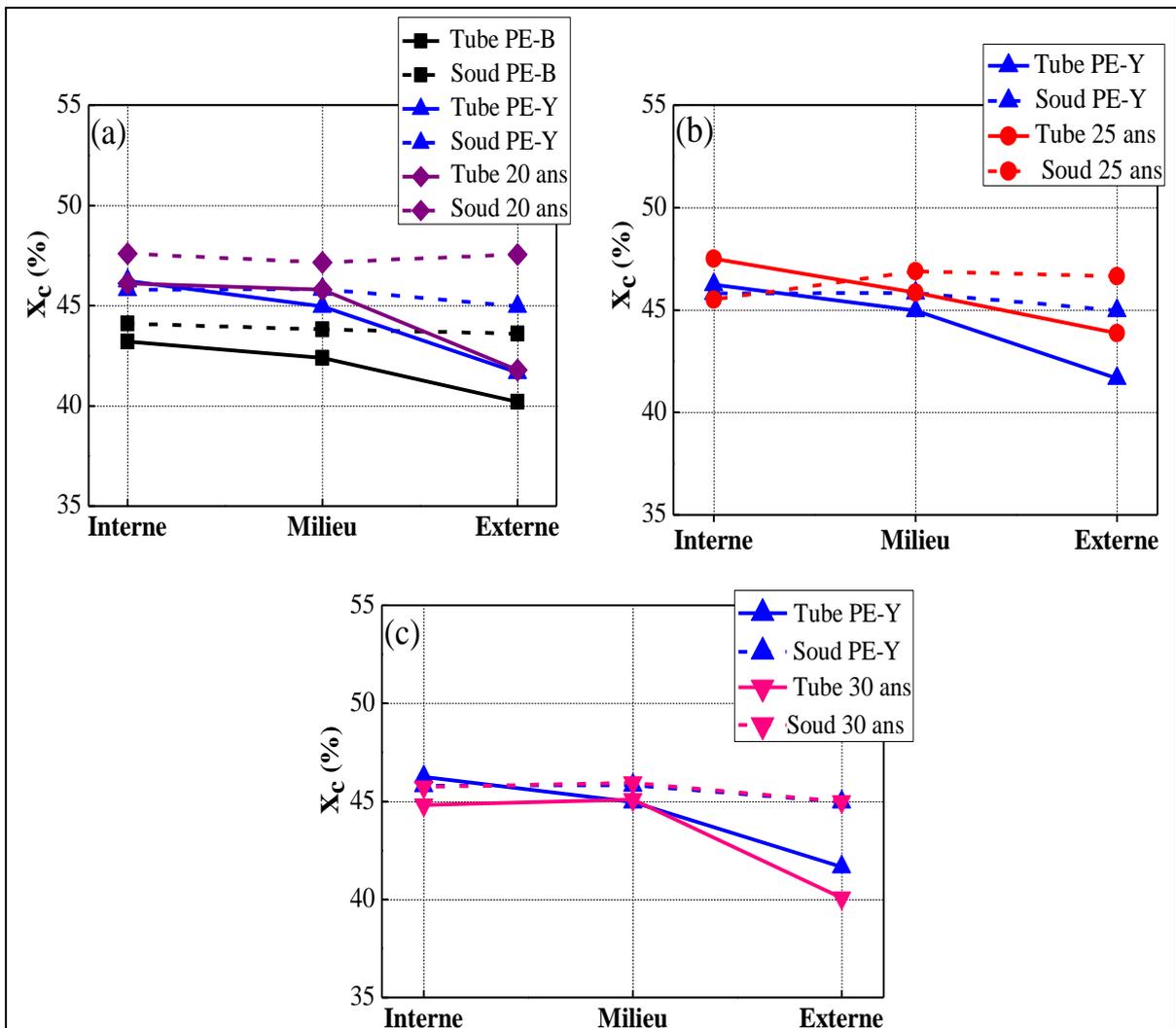
***Figure IV-8: Eprouvettes de tubes soudés et de tube sain préparées pour l'essai de pression hydrostatique.***

## IV.4 Résultats et discussion

### IV.4.1 Evolution du taux de cristallinité

#### IV.4.1.1 Résultats de la DSC

La figure IV-9 présente les taux de cristallinité obtenus sur trois positions différentes : interne, milieu et externe de la zone de soudure et de la paroi du tube (comme montré par la figure IV-2) sur les échantillons vieillis et les références.



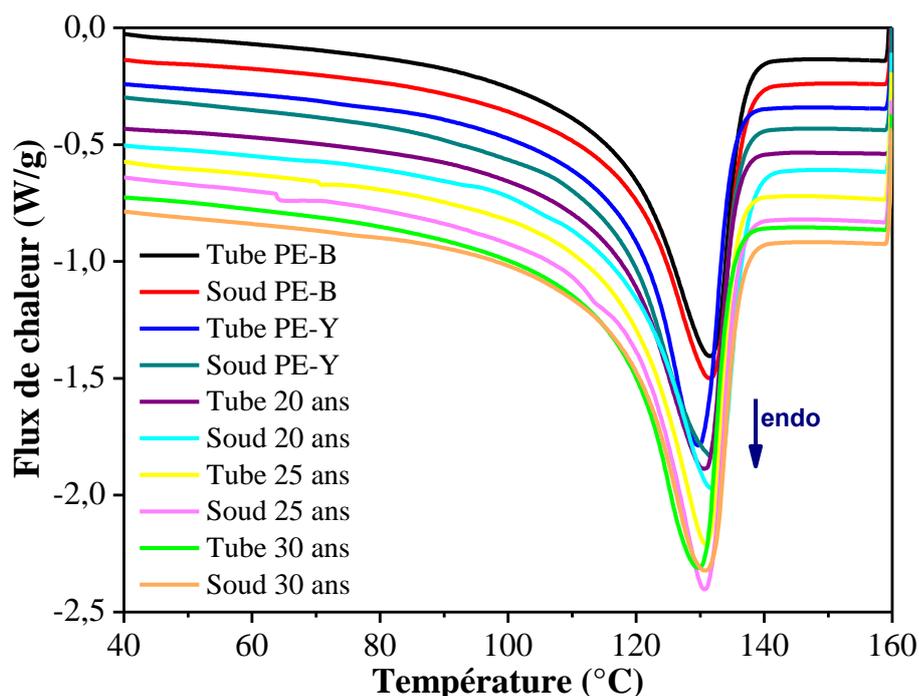
**Figure IV-9 :** Taux de cristallinité ( $X_c$ ) mesurés sur trois positions différentes de la zone de soudure et de la paroi du tube pour: (a) tube et soudure de référence (PE-B et PE-Y) et ceux âgés de 20 ans, (b) tube et soudure PE-Y et ceux âgés de 25ans, (c) tube et soudures PE-Y et ceux âgés de 30 ans.

Nous remarquons que les taux de cristallinité mesurés sur différentes positions de la zone de soudure, sont quasiment identiques (la différence est d'environ 1%) et cela sur la totalité des échantillons analysés (vieillis et références). Tandis que pour les tubes, les valeurs de  $X_C$  à leur surface externe sont plus faibles que les valeurs obtenues au centre de leur paroi et à leur surface interne (la différence varie de 3 à 5 %). Un résultat similaire a été rapporté par Frank et al. (2009) pour des tubes en PE80 vieillis naturellement. Ceci est attribué au processus de refroidissement des tubes au cours de leur fabrication par extrusion. En effet, dans ce procédé, le tube est refroidi relativement rapidement par sa paroi externe avec de l'eau froide (voir le sous chapitre I.1.4).

La comparaison entre les résultats obtenus pour les tubes avec ceux obtenus pour les soudures révèle que sur la position externe, les taux de cristallinité obtenus pour soudures sont supérieurs à ceux obtenus pour les tubes. Ceci est constaté sur les échantillons de référence et sur ceux vieillis. En effet, la différence de taux de cristallinité est d'environ 3 % sur les échantillons de référence, alors que sur les échantillons vieillis elle atteint les 6 %. Cette différence s'explique par le fait que le refroidissement durant le processus de soudage se fait moins rapidement (refroidissement à l'air, non forcé) que lors du procédé de fabrication des tubes. Cependant, les valeurs de  $X_C$ , au centre et à la position interne, sont du même ordre de grandeur (l'écart est d'environ 1,5 %). Des résultats semblables ont été rapportés par Hehn (2011) pour des tubes et des soudures non vieillis.

Par ailleurs, les valeurs de la température de fusion ( $T_f$ ) obtenues pour l'ensemble des échantillons analysés sont comparables (entre 129 et 131°C) (Figure IV-10). Ces résultats sont en accord avec ceux rapportés par Leskovics et al. (2006) pour des échantillons de tube et de soudure en PE80 non vieillis.

L'on notera que les résultats de mesures par DSC n'ont présenté aucun effet notable du vieillissement sur la microstructure des PE's de soudures de même que sur celle des tubes.

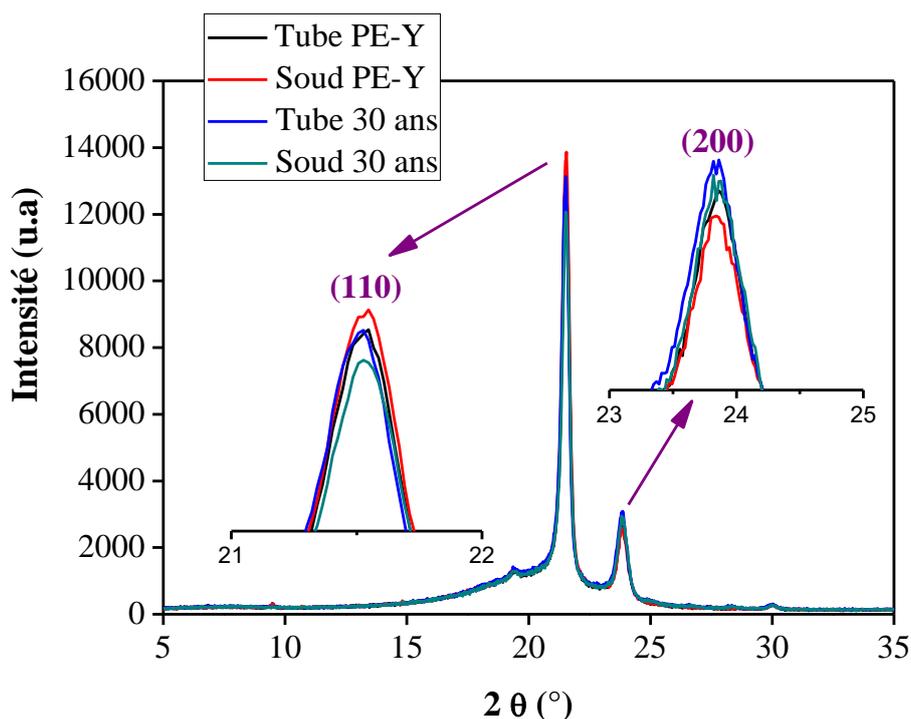


**Figure IV-10** : Thermogrammes de DSC enregistrés pour les soudures et les tubes vieillis et ceux de référence (PE-Y, PE-B).

De plus, aucune différence significative n'est constatée entre les taux de cristallinité dans la paroi du tube et dans la zone de soudure, comme rapportée dans la littérature (Vesely et al., 2009 ; Seveik et al., 2011 ; Mikula et al., 2015) (voir le sous chapitre I.4). Ceci peut être dû à la taille des échantillons prélevés pour l'analyse par DSC, qui est relativement grande par rapport à la taille de la zone de soudure. C'est la raison pour laquelle des analyses par la DRX ont été effectuées.

#### **IV.4.1.2 Résultats de la DRX**

Les diffractogrammes de l'échantillon le plus ancien (30 ans) et la référence (PE-Y) sont présentés sur la figure IV-11. Nous remarquons que les pics à  $2\theta$  de 21,5 et 23,8 ° (correspondants à la diffraction des plans (110) et (200) de la maille orthorhombique du PE) enregistrés pour les soudures ont presque les mêmes intensités que les pics obtenus pour les tubes, ce qui signifie que les degrés d'orientation des plans (110) et (200) n'ont pas changé.



**Figure IV-11** : Diffractogrammes enregistrés pour le tube et la soudure les plus anciens (30 ans) et ceux de référence (PE-Y).

**Tableau IV-3** : Taux de cristallinité ( $X_C$ ) mesurés par la DRX.

Age de l'échantillon	Points de mesure	$X_C$ (%)
0 an	Paroi du tube PE-Y	47,7
	Zone de soudure PE-Y	47,3
30 ans	Paroi du tube	47,9
	Zone de soudure	48,3

Ainsi, les taux de cristallinité calculés sont tous comparables (Tableau IV-3). Dans ce cas, les résultats de la DRX confirment ceux de la DSC, sauf que les taux de cristallinité obtenus par la DRX sont un peu plus élevés en comparaison avec ceux obtenus par la DSC, cela s'explique par le fait que les échantillons analysés par la DRX ont subi un recuit lors de leur préparation par chauffage à 200 °C suivi par un refroidissement à l'air.

#### **IV.4.2. Temps d'induction à l'oxydation**

Le temps d'induction à l'oxydation (TIO) est une mesure de la quantité d'antioxydants présents dans le polymère. Pour un échantillon stabilisé, le TIO correspond au temps nécessaire à la disparition de l'ensemble des fonctions stabilisantes (la fonction O-H dans le cas des antioxydants phénoliques). En effet, une oxydation rapide a lieu après que la quantité d'antioxydants de l'échantillon est totalement épuisée. Il a été trouvé que pour un échantillon de PE non stabilisé, le TIO est quasi-nul (environ 13 s) à la température 190 °C (Tireau, 2011).

Dans notre étude, la détermination du TIO a pour but de quantifier les antioxydants résiduels.

Les résultats de mesure du TIO à trois positions (interne, milieu et externe) de la zone de soudure et de la paroi du tube (Figure IV-2) pour les échantillons vieillis et ceux de référence sont regroupés dans le tableau IV-4.

Globalement, nous remarquons que les valeurs de TIO obtenues pour les échantillons vieillis (comprises entre 38 et 67 min) se révèlent inférieures à celles obtenues sur les échantillons de référence (comprises entre 70 et 92 min). Ceci est le résultat de la perte des antioxydants par voies chimique et physique ainsi que par leur consommation par les microorganismes au cours du service (voir le sous chapitre I.1.4.4).

De plus, la perte en antioxydants peut également avoir lieu durant la fabrication et le stockage ce qui explique les faibles valeurs de TIO à la surface externe des tubes par rapport au centre de leur paroi et à leur surface interne pour le tube PE-B (tube neuf) et le tube PE-Y. Par ailleurs, l'écart entre les TIO's obtenus pour les échantillons de référence peut être dû à la présence du noir de carbone du fait qu'il peut augmenter le temps d'induction à l'oxydation (TIO), selon Phease et al. (2002) et Viebke et Gedde (2004).

**Tableau IV-4** : Temps d'induction à l'oxydation (TIO) obtenus pour les échantillons vieillis et ceux de référence (PE-B, PE-Y).

Âge de l'échantillon	Points de mesure	TIO (min)		
		Interne	Milieu	Externe
0 an	Paroi du tube PE-B	89,2	92,0	83,7
	Zone de soudure PE-B	87,7	90,0	91,2
	Paroi du tube PE-Y	79,6	88,5	70,0
	Zone de soudure PE-B	80,5	85,9	79,2
20 ans	Paroi du tube	60,0	67,2	55,4
	Zone de soudure	58,5	60,3	57,5
25 ans	Paroi du tube	56,3	61,1	49,8
	Zone de soudure	61,4	57,4	56,3
30 ans	Paroi du tube	35,2	40,2	27,6
	Zone de soudure	40,1	36,0	38,1

La figure VI-12 illustre clairement la différence entre les TIO's à la surface externe et au centre et de la paroi du tube pour l'échantillon vieilli (30 ans) et la référence (Tube PE-B).

Par ailleurs, la comparaison entre les résultats obtenus pour les tubes et les soudures révèle que le TIO dans la zone de soudure est plus faible que le TIO dans la paroi du tube, notamment sur les échantillons vieillis. En effet, la différence varie de 4 à 7 min sur les échantillons vieillis et elle est d'environ 2 min sur les échantillons de référence, comme le montre la figure IV-13. Ceci peut être le résultat de l'épuisement des antioxydants au cours du processus de soudage (chauffage des surfaces à souder à une température supérieure à la température de fusion ( $T_f$ )).

Malgré ces pertes en antioxydants, nous constatons que le plus faible TIO (environ 28 min), obtenu pour la soudure la plus âgée (30 ans), dépasse le temps minimal (20 min) recommandé pour une durée d'utilisation jusqu'à 50 ans (EN1555-2, 2010). Ceci signifie que la quantité résiduelle en antioxydants peut assurer une bonne protection des soudures et aussi des tubes pour une longue période de temps.

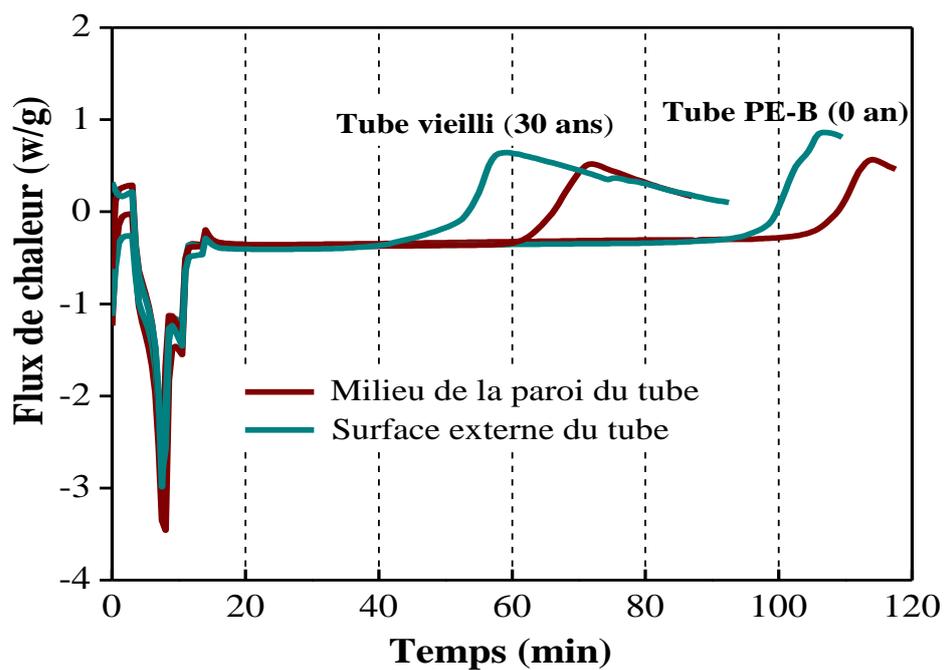


Figure IV-12 : Comparaison entre les thermogrammes de TIO à la surface externe et au centre de la paroi du tube sur l'échantillon vieilli (30 ans) et la référence (Tube PE-B).

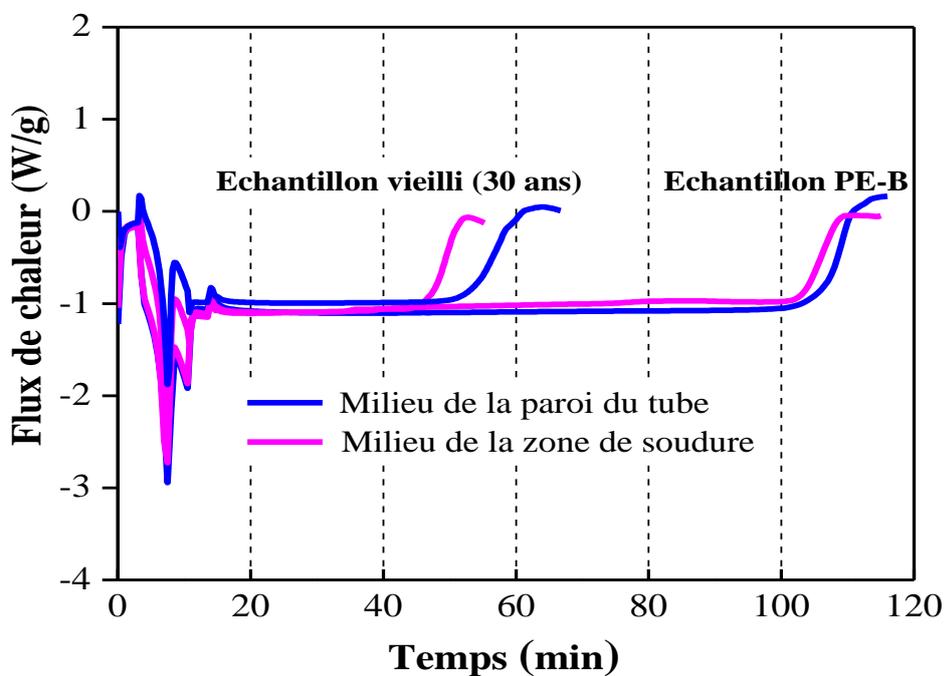


Figure VI-13 : Thermogrammes de TIO sur la position milieu du tube et de la soudure les plus anciens (30 ans) et ceux de référence (PE-B).

#### IV.4.3 Spectroscopie IRTF-ATR

Contrairement à la mesure du TIO qui prend en compte la totalité de l'échantillon, la profondeur analysée par la spectroscopie IRTF en mode ATR est trop faible pour quantifier les antioxydants. Ainsi, cette méthode va nous servir d'identifier le type d'antioxydants contenus dans le PE des échantillons vieillis.

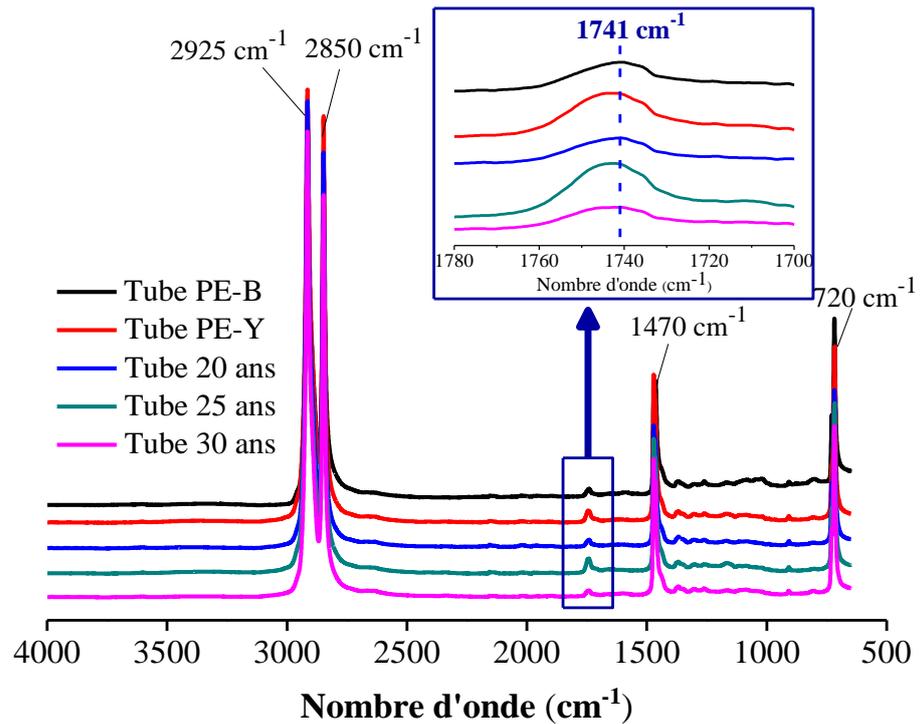
Il existe une grande diversité d'antioxydants se différenciant par leur structure et leurs propriétés. Comme nous l'avons rapporté dans la partie bibliographique, ces espèces ont pour rôle principal d'inhiber ou de ralentir les phénomènes d'oxydation.

L'antioxydant présent dans la matrice du PE de base des tubes de référence est de type phénolique. Il s'agit de l'Irganox 1010, un antioxydant primaire. Son action consisterait à capturer les radicaux produits au cours de l'oxydation. Cependant, le type d'antioxydants contenus dans le PE d'échantillons vieillis est inconnu. Vu que ces échantillons sont à base du même grade de PE (Manolène 3802 Y), nous estimons qu'ils sont stabilisés avec le même type d'antioxydants.

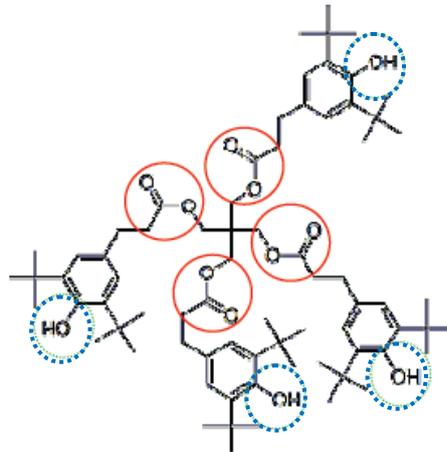
Sur la figure IV-14, nous regroupons les spectres IR enregistrés pour les tubes vieillis et les tubes de référence et cela dans le but de les comparer entre eux.

Du moment que l'analyse IR permet d'identifier les matériaux polymériques, nous observons, sur la totalité des spectres, la présence des pics caractéristiques du PE tels que le doublet de déformation de la liaison (C-H) qui apparaît à environ 2850 et 2925  $\text{cm}^{-1}$  (absorptions maximales), le pic du groupement (CH<sub>2</sub>), observé à environ 1470  $\text{cm}^{-1}$ , et celui caractéristique de la structure linéaire du PE (CH<sub>2</sub>)<sub>4</sub> qui apparaît au voisinage de 720  $\text{cm}^{-1}$ .

Sur les spectres des tubes vieillis et des ceux de référence nous observons l'apparition d'un pic de faible intensité à environ 1741  $\text{cm}^{-1}$ . Dans la littérature (Karlsson et al., 1992 ; Mallégole et al., 2001; Möller et Gevert, 2003 ; Tireau, 2011; Mkacher, 2012), ce pic a été attribué à la fonction ester (O-C=O) de l'antioxydant Irganox 1010 (cercles pleins de couleur rouge, Figure VI-15) du fait qu'il a été détecté même sur des échantillons de PE non vieillis, ce qui est en accord avec notre résultat d'analyse du grade MDPE 802 B (PE-B) vierge (avant sa transformation en tube).



**Figure IV-14** : Spectres IRTF-ATR des surfaces externes des tubes de référence (Tube PE-B et Tube PE-Y) et des tubes vieilliss.



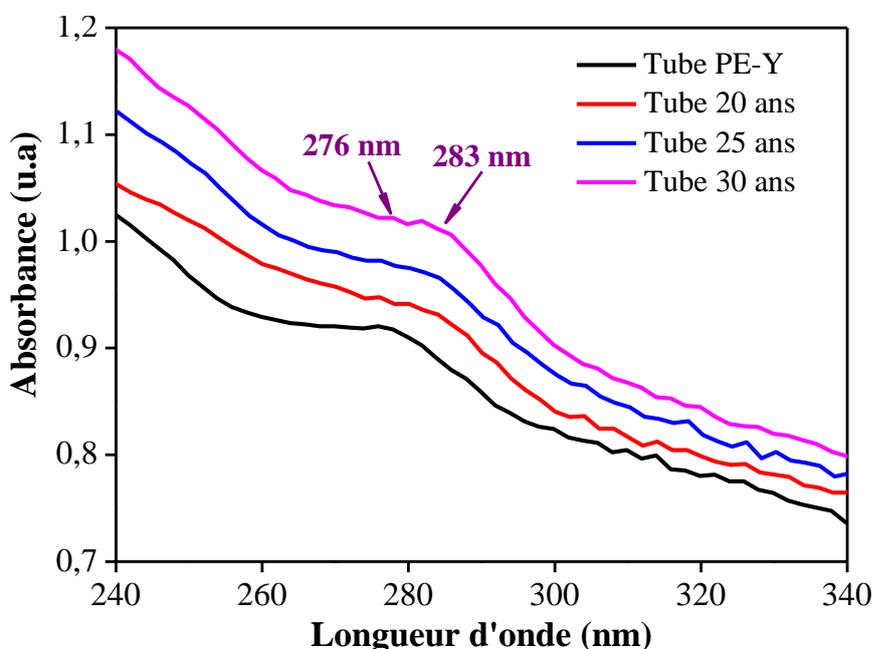
**Figure VI-15** : Fonctions chimiques de l'antioxydant Irganox 1010.

Toutefois, les pics correspondant aux liaisons (C-O) et (OH) du groupement phénol (cercles en pointillés bleus, Figure IV-15) observés à  $1209\text{ cm}^{-1}$  (Carlotat, 2012) et entre respectivement,  $3000$  et  $3500\text{ cm}^{-1}$  (Frank et al., 2009), sont assez mal définis dans notre cas. De même, Tireau (2011) n'a pas observé ces pics sur les spectres des films en PE80 contenant de l'Irganox 1010 à différentes teneurs (jusqu'à  $0,125\%$ ). Ceci peut être dû à la stabilité

chimique de la fonction ester ( $O-C=O$ ) par rapport à la fonction phénolique ( $Ar-OH$ ) qui est la fonction stabilisante (réactive) de l'Irganox 1010.

#### IV.4.4 Spectroscopie UV

Les spectres d'absorbance UV obtenus pour les tubes vieillis et la référence (Tube PE-Y) sont présentés sur la Figure VI-16. Ils révèlent l'apparition de deux absorbances à environ 276 et 283 nm. Tireau (2011), Carlota (2012) et Mkacher (2012) avaient déjà observé ces absorbances pour l'Irganox 1010, qu'ils les avaient attribuées aux groupements phénoliques.



*Figure IV-16 : Spectres UV enregistrés pour les tubes vieillis et la référence (Tube PE-Y)*

Par suite, les analyses spectroscopiques IR et UV ont mis en évidence la présence d'un antioxydant de type phénolique (antioxydant primaire), précisément l'Irganox 1010, au sein du PE d'échantillons vieillis. Ce dernier peut également contenir initialement un antioxydant secondaire, par exemple, l'Irgafox 168 (systématiquement présent avec l'antioxydant phénolique dans la composition du PE de tubes) qui n'a pas été détecté du fait

que sa plus grande quantité s’oxyderait pendant la mise en œuvre, comme montré par Haider et Karlsson (2002).

#### IV.4.5 Analyse thermogravimétrique (ATG)

A partir des courbes d’ATG, représentant la perte de masse de l’échantillon en fonction de la température, trois paramètres ont été déterminés : la température de début de dégradation ( $T_{d, \text{onset}}$ ), correspondant au point d’intersection du prolongement de la partie aligné de la courbe TGA et du prolongement de la tangente à la décente à son point de pente maximale, la température maximale de dégradation ( $T_{d, \text{max}}$ ), correspond au point maximal du pic de la première dérivée DTGA, et la perte maximale en masse. En effet, les résultats obtenus pour les échantillons les plus anciens (25 ans et 30 ans) et ceux de référence sont cités dans le tableau IV-5.

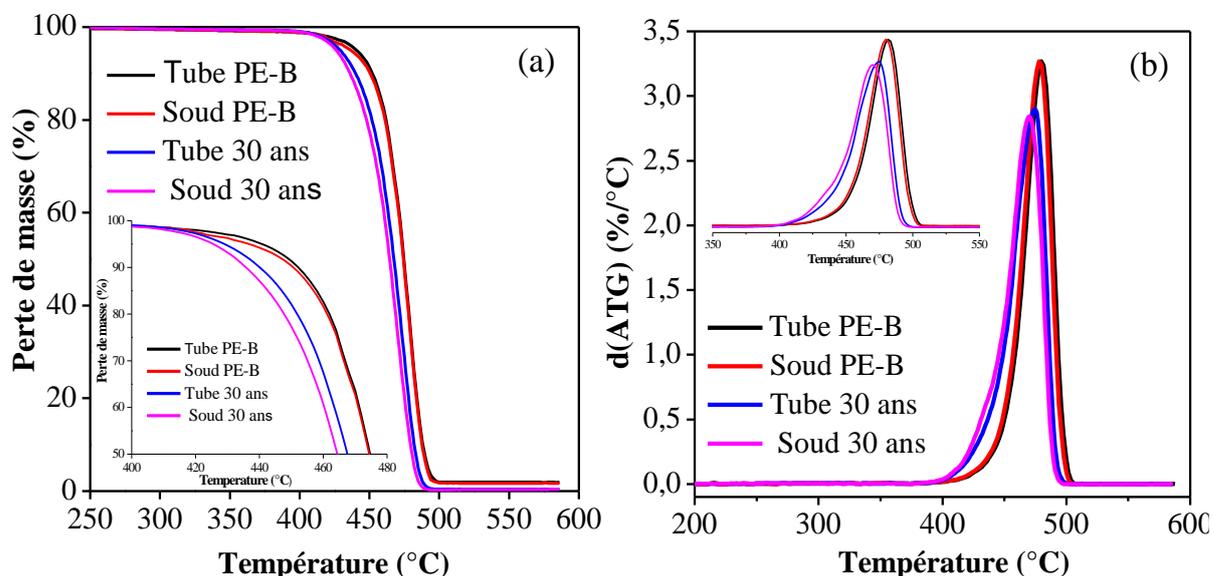
**Tableau IV-5** : Résultats de l’analyse thermogravimétrique (ATG) obtenus sur les tubes et les soudures vieillis et ceux de référence.

Âge de l’échantillon	Point de mesure	$T_{d, \text{onset}}$ (°C)	$T_{d, \text{max}}$ (°C)	Perte de masse (%)
0 an (PE-B)	Tube	460,9	478,9	98,1
	Soudure	459,7	478,6	98,1
0 an (PE-Y)	Tube	451,5	474,6	99,7
	Soudure	451,0	473,1	99,8
25 ans	Tube	448,0	473,7	99,7
	Soudure	447,7	470,0	99,8
30 ans	Tube	450,6	474,7	99,6
	Soudure	450,4	471,2	99,8

Nous remarquons que les résultats obtenus sur les tubes vieillis sont quasiment identiques à ceux obtenus sur le tube PE-Y, notamment les températures maximales de dégradation ( $T_{d, \text{max}}$ ) dont l’écart est très minime (entre 0 et 1°C) alors qu’il est un peu plus élevé (de 2 à 3°C) dans le cas des soudures.

Néanmoins, les températures de décomposition ( $T_{d, \text{onset}}$ ,  $T_{d, \text{max}}$ ) obtenus sur le tube et la soudure PE-B sont nettement supérieures. Ceci est dû à l'amélioration de la stabilité thermique du PE par le noir de carbone, comme le rapportent Jakab et Omastová (2005).

De plus, une légère diminution est constatée pour les échantillons vieillis en comparant les températures  $T_{d, \text{max}}$  obtenues sur les tubes avec celles obtenues sur les soudures (la différence est d'environ 3 °C), ce qui n'est pas le cas pour les échantillons de référence PE-B et PE-Y (la différence est presque nulle). Ces résultats sont bien illustrés par les figure-IV-17-a et IV-17-b.



**Figure IV-17:** Thermogrammes (a) ATG et (b)  $d(ATG)$  sur le tube et la soudure vieillis (30 ans) et ceux de référence (PE-B).

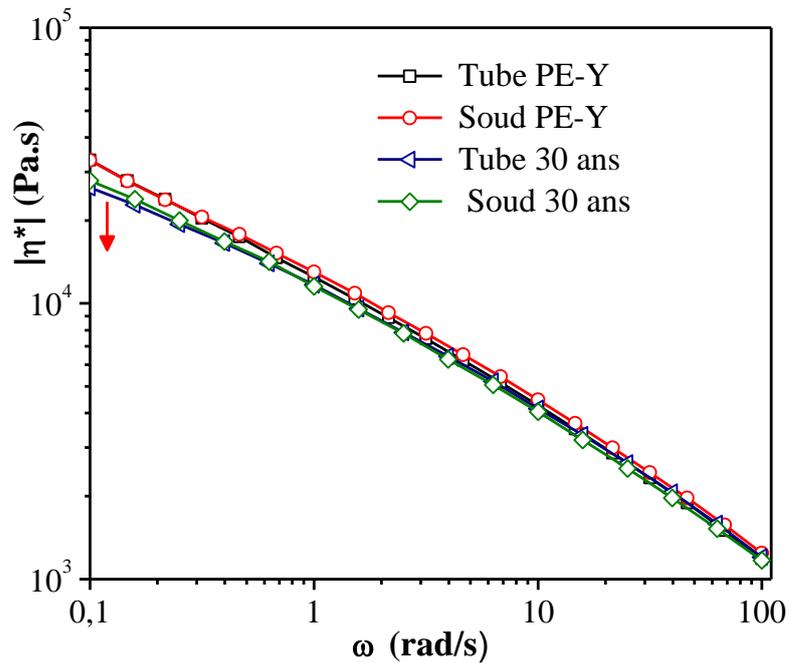
Par ailleurs, nous remarquons que les échantillons de PE-B subissent des pertes en masse plus élevées par rapport aux échantillons vieillis et la référence PE-Y. Ceci est dû à la présence du noir de carbone. En effet, le pourcentage des résidus est de l'ordre de 1,9 % qui est comparable avec la teneur (2 -2,5 %) donnée par le fabricant (voir la fiche technique du MDPE 3802 B en Annexe).

#### IV.4.6 Evolution de la viscosité à l'état fondu.

L'évolution de la viscosité complexe ( $|\eta^*|$ ) a été tracée en fonction de la pulsation ( $\omega$ ) pour le tube et la soudure les plus anciens (30 ans) et ceux de référence PE-Y (Figure VI-18). Pour l'ensemble, nous remarquons une diminution le long de l'intervalle de la pulsation traduisant un même comportement des PE's de tubes et de soudures à l'état liquide.

De plus, les courbes viscosité/pulsation des tubes et des soudures sont similaires que ce soit ceux vieillis (30 ans) ou non vieillis (la référence PE-Y).

Toutefois, à faible pulsation (entre 0,1 et 1 rad/s), les viscosités observées sur les échantillons vieillis sont un peu plus faibles en comparaison avec la référence. En supposant qu'initialement les masses moléculaires des PE's étaient identiques, ces résultats peuvent être attribués aux coupures de chaînes se produisant au début de vieillissement (Costa et al., 1997 ; Fayoll et al., 2007).



**Figure IV-18 :** Viscosité complexe ( $|\eta^*|$ ) en fonction de la fréquence ( $\omega$ ) pour le tube et la soudure vieillis (30 ans) et ceux de référence (PE-Y).

#### IV.4.7 Propriétés en traction

Les essais de traction ont été effectués sur des éprouvettes, prélevées dans les soudures et dans les tubes, sous les mêmes conditions et cela dans le but de comparer les propriétés des tubes à celles des soudures.

Pour ce faire, les propriétés en traction à savoir la contrainte au seuil d'écoulement ( $\sigma_y$ ), le module d'élasticité ( $E$ ), l'allongement à la rupture ( $\varepsilon_r$ ) et la contrainte maximale à la rupture ( $\sigma_r$ ) ont été déterminés à partir des courbes contrainte/déformation des échantillons vieillis et des références.

Sur les figures IV-19-a, IV-19-b, IV-19-c et IV-19-d, nous présentons l'ensemble des résultats obtenus. Nous remarquons que les valeurs de  $\sigma_y$  obtenues sur les échantillons vieillis et les références que ce soit les tubes ou les soudures sont toutes pareilles sauf que la contrainte obtenue sur la soudure la plus ancienne (30 ans) est un peu plus faible (Figure IV 19-a).

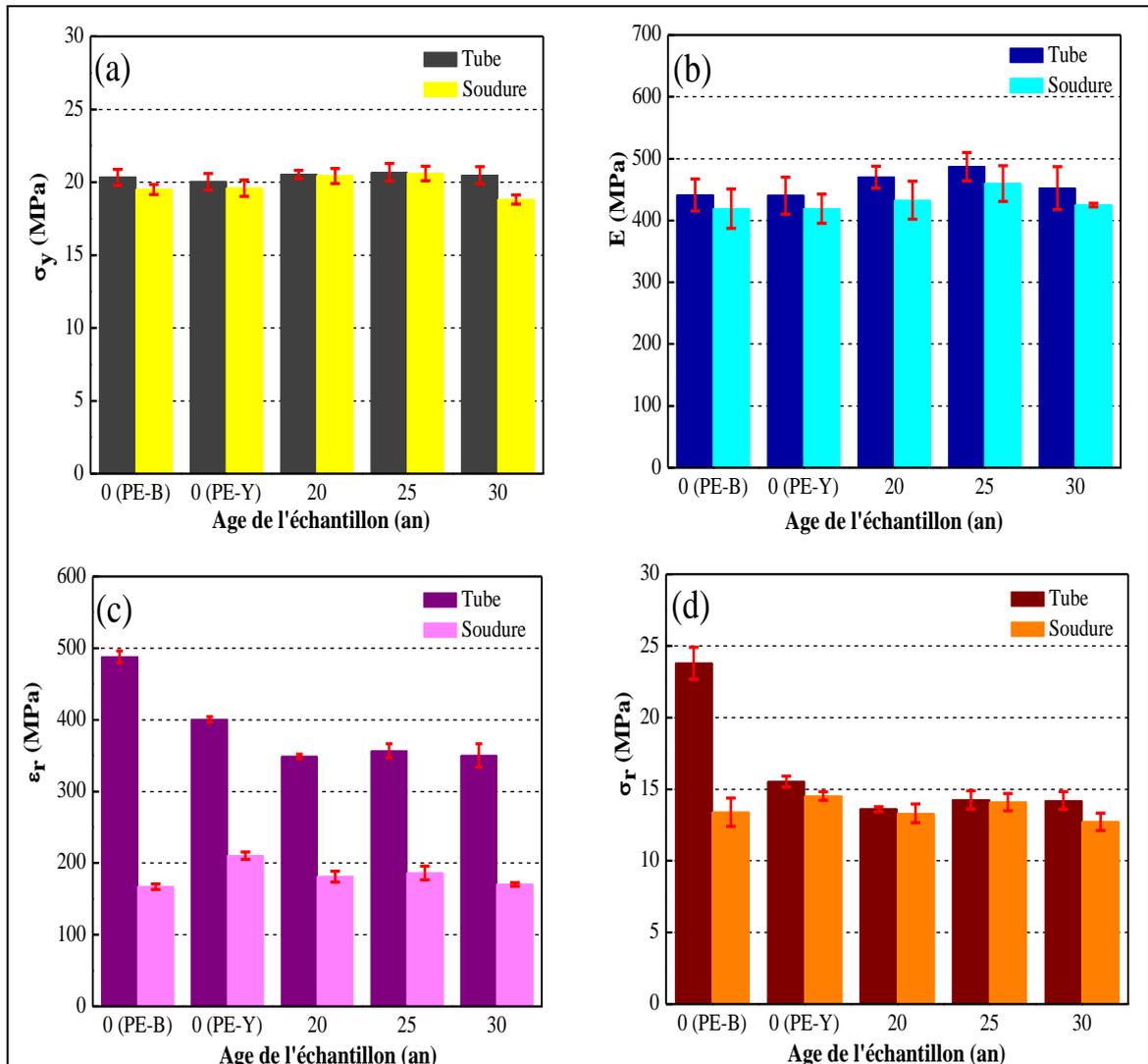
Concernant le module d'élasticité ( $E$ ), la comparaison entre les valeurs obtenues pour les échantillons vieillis et les références ne montre aucun effet significatif du vieillissement, comme illustré par la figure IV-19-b.

De même, les tubes vieillis montrent des allongements à la rupture légèrement inférieurs à l'allongement obtenu sur le tube PE-Y (l'écart entre les valeurs moyennes est de 20 et 50 %), alors que l'écart est plus important (de 130 à 150 %) en comparaison avec l'allongement obtenu sur le tube PE-B (Figure IV-19-c). Ce résultat peut être dû au faible taux de cristallinité du PE de base du tube PE-B, selon la figure IV-9-a, comme il peut être expliqué par le bon état de la surface externe du tube PE-B (tube neuf) par rapport à la surface des autres tubes.

De plus, les allongements enregistrés sur les tubes vieillis sont satisfaisants du fait qu'ils dépassent la valeur minimale ( $\varepsilon_r \geq 350\%$  à 50 mm/min à 23°C) préconisée par la norme EN 1555-2 (2010).

Dans le cas des soudures, l'écart entre les allongements obtenus sur les échantillons vieillis et les références est insignifiant (varie de 13 à 20 %) (Figure IV-19-c). A l'inverse de

ce qui est constaté pour le tube PE-B, l'allongement de la soudure PE-B est similaire à celui de la soudure la plus ancienne (30 ans). D'après, Leskovics et al. (2006) ce résultat peut être lié à la nature de la dispersion du noir de carbone dans la zone de soudure du fait que les particules de noir de carbone, ayant la forme de disc, peuvent se réorienter avec la matière fusionnée dans le sens radial durant l'étape de soudage (voir les figures I-18 et I-19 du chapitre I).

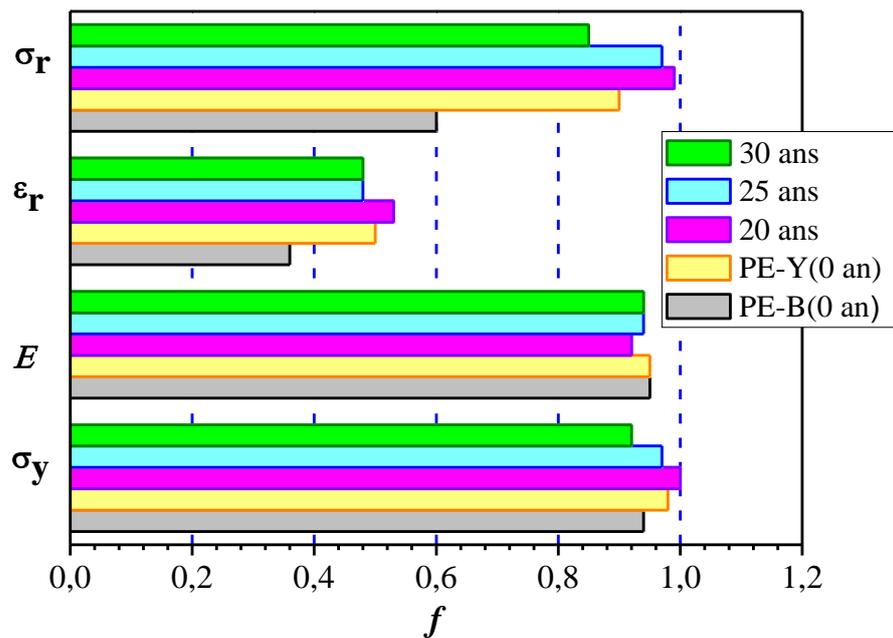


**Figure IV-19:** Propriétés en traction obtenues sur les tubes et les soudures vieillis et sur ceux de référence : (a) Contrainte au seuil d'écoulement ( $\sigma_y$ ), (b) le module d'élasticité (E), (c) l'allongement à la rupture ( $\epsilon_r$ ), (d) la contrainte maximale à la rupture ( $\sigma_r$ ).

Ainsi, cette orientation qui oppose le sens de la force de traction, peut provoquer la défaillance de l'interface de la soudure. En ce sens que l'étude de l'effet de noir de carbone sur le comportement plastique serait nécessaire pour valider cette hypothèse.

Pour ce qui est de la contrainte maximale à la rupture ( $\sigma_r$ ), les valeurs obtenues sur les échantillons vieillis sont comparables à celles obtenues sur la référence PE-Y (Figure IV-19-d). Tandis que, sur la référence PEB, les valeurs de  $\sigma_r$  montrent la même tendance que celles de l'allongement à la rupture ( $\epsilon_r$ ).

Dans le but de comparer les propriétés en traction des tubes avec celles des soudures, le facteur de soudage ( $f$ ) à été calculé pour chacune des propriétés étudiées. Il représente le rapport entre la propriété de la soudure et celle du tube. Les résultats ainsi obtenus sont présentés sur la figure IV-20.



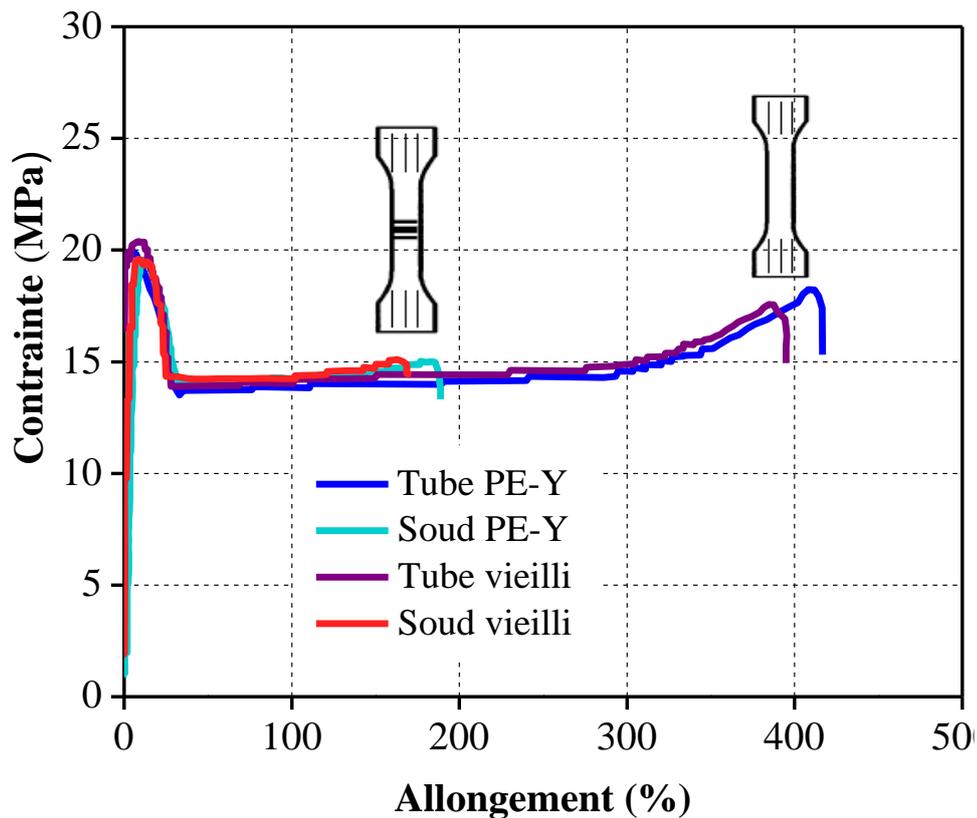
**Figure IV-20:** Facteur de soudage ( $f$ ) obtenu pour les échantillons vieillis et pour ceux de référence (PE-Y, PE-B).

La première remarque que nous pouvons faire est que les facteurs de soudage déterminés à partir des allongements à la rupture sont très faibles. Cette constatation est valable pour les échantillons vieillis et ceux de référence. En effet,  $f$  est d'environ 0,5, pour les échantillons vieillis et la référence PE-Y, et environ 0,4 pour la référence PE-B. Ceci

signifie que le mécanisme de déformation plastique des PE's de tubes est très influencé par le soudage, ce qui est clairement illustré par les figure IV-21 et IV-22.

Un résultat semblable a été rapporté dans la littérature (Chen, 1997; Leskovics et al., 2006; El-Bagory et al., 2013 ; Savu et al., 2014). Selon Leskovics et al. (2006), ceci peut être dû aux cavités générées lors de la rotation moléculaire constatée au niveau de la zone de soudure.

Les bourrelets de soudures peuvent également avoir un rôle non négligeable du fait qu'ils constituent un point de concentration de contraintes au niveau de la zone de soudure, comme cela a été montré par Hessel (2011), Florian et al. (2013) et Mukula et al. (2015).



*Figure IV-21: Comparaison entre les courbes contrainte/déformation des tubes et des soudures vieillis et de ceux de référence (PE-Y).*



**Figure IV-22** : Rupture des éprouvettes de tubes et de soudures soumises à l'essai de traction.

Toutefois, aucun effet notable n'est noté sur le comportement élastique des PE's de tubes, et ce, suivant les facteurs de soudage déterminés à partir des valeurs de la contrainte au seuil d'écoulement ( $\sigma_y$ ) et du module d'élasticité ( $E$ ), qui sont proches de l'unité. Ceci est en accord avec les résultats rapportés dans la littérature (Chen, 1997; Leskovics et al., 2006; El-Bagory et al., 2013 ; Savu et al., 2014).

Dans le cas de la référence PE-B, les faibles valeurs de  $f$  calculées à partir des allongements à la rupture ( $\varepsilon_r$ ) et les contraintes maximales à la rupture ( $\sigma_r$ ), s'expliquent par la résistance élevée du tube à la traction par rapport à celle de la soudure.

#### **IV.4.8 Résistance à la pression hydrostatique**

En raison de la longévité de la durée d'essai de pression hydrostatique (temps minimal est de 1000 h), seuls le tube et la soudure les plus anciens (30 ans) et ceux de référence PE-Y ont été testés. Les résultats révèlent la bonne résistance des tubes ainsi que des soudures du fait que le temps avait dépassé les 1000 h sans enregistrer aucune rupture pour la totalité des échantillons testés.

### **IV.5 Conclusion**

L'étude comparative des caractéristiques des soudures bout à bout et des tubes sur des échantillons vieillis naturellement et d'autres non vieillis utilisés comme références, a permis d'aboutir à ce qui suit :

- **A l'échelle microstructurale**

Les résultats de mesure du taux de cristallinité par la DSC, sur différents endroits de la zone de soudure et de la paroi du tube, n'ont montré aucun effet notable du vieillissement. Ainsi, les écarts constatés sont dus à la différence entre les vitesses de refroidissement du PE durant la fabrication des tubes et au cours du processus de leur soudage mais pas au vieillissement. Ceci a été confirmé par les résultats de la DRX. Toutefois, les résultats obtenus par ces deux techniques n'ont pas mis en évidence la différence importante, présentée dans la littérature, entre les taux de cristallinité dans la zone de soudage et dans la paroi du tube.

- **A l'échelle moléculaire**

Les résultats du temps d'induction à l'oxydation (TIO) ont montré que le vieillissement se manifestait par une perte en antioxydant de nature chimique et physique. Cette perte résulte de la consommation de l'antioxydant par réaction avec les produits d'oxydation et les microorganismes et également par sa diffusion et sa migration de la surface vers le milieu environnant. Les soudures ont présenté des TIO' inférieurs par rapport aux tubes, ce qui semble être dû à la préalable consommation des antioxydants durant le chauffage des surfaces à souder. Cependant, les valeurs de TIO ont révélé que la quantité résiduelle en antioxydants peut assurer une bonne protection des soudures, de même que les tubes, pendant leur durée de vie restante. Notre étude a mis également en évidence la perte par voie chimique et physique en antioxydants au cours de la fabrication et le stockage des tubes et, en concordance avec la littérature, l'effet synergétique des antioxydants en présence du noir de carbone. De plus, les résultats des analyses spectroscopiques IR et UV ont confirmé la présence de l'antioxydant, dont le type est phénolique, après vieillissement. De même, les résultats de l'analyse ATG n'ont présenté aucun effet significatif du vieillissement. Par ailleurs, l'amélioration de la stabilité thermique par le noir de carbone a été clairement montrée à travers cette analyse.

- **A l'échelle macromoléculaire**

D'après les résultats de l'étude rhéologique à l'état fondu, les PE's de tubes et de soudures ont montré le même comportement viscoélastique se révélant être non affecté par le vieillissement. La légère diminution de la viscosité, constatée à faible fréquence, peut être attribuée aux coupures de quelques chaînes moléculaires, si le poids moléculaire initial était identique aux poids des échantillons non vieillis.

- **A l'échelle macroscopique**

L'étude des propriétés en traction n'a montré aucun effet néfaste du vieillissement sur le comportement mécanique des tubes ainsi que celui des soudures. Toutefois, le comportement plastique s'est révélé être très affecté par le soudage (l'allongement à la rupture de la soudure représente la moitié de celui du tube). Ce résultat est en accord avec la littérature. L'explication de ce changement significatif renvoie à plusieurs facteurs pouvant intervenir, entre autres, la dispersion du noir de carbone qui nécessite des caractérisations complémentaires.

Quand aux résultats de l'essai hydrostatique (essai à moyen terme), les soudures n'ont montré aucune fragilité pouvant être causée par le vieillissement, de même que les tubes.

## Conclusion Générale et Perspectives

L'objectif de ce travail de thèse était d'une part, de mettre en évidence l'origine des défaillances des soudures de tubes en PE constatées sur terrain, et, d'autre part, de diagnostiquer l'état de vieillissement des soudures en service pendant des années (jusqu'à 30 ans).

Dans une première partie, nous avons étudié l'effet du non alignement des tubes et de différents types de polluants sur la résistance mécanique des soudures bout à bout et des électro-soudures, et ce à court et à moyen terme. L'effet du temps de refroidissement des soudures bout à bout a été également pris en compte dans cette étude. Les résultats obtenus ont montré qu'un désalignement important (plus de 10 % de l'épaisseur de la paroi des tubes) conduit à la fragilisation de l'interface de la soudure bout à bout. En revanche, les polluants, à savoir l'eau et la poussière, n'ont présenté aucun effet notable du fait de l'évaporation rapide de l'eau en contact avec les surfaces chauffées à plus de 200°C et l'exclusion des particules de poussière dans les bourrelets des soudures, à cause de la paroi mince des tubes (11,4 mm). En l'occurrence, une étude similaire est recommandée pour des soudures de tubes plus épais. Par ailleurs les soudures bout à bout ont préservé leur propriétés mécaniques même lorsque nous avons réduit le temps de refroidissement jusqu'à 13 % du temps recommandé. Ce résultat est insatisfaisant vu que les contraintes induites par les longueurs réelles des tubes n'ont été pas considérées dans notre étude. Il est donc préférable que le soudage soit réalisé dans les conditions réelles du chantier. La cohésion des électro-soudures révèle une grande sensibilité à tous types de polluants (la poussière, le solvant nettoyant, les produits d'oxydation...). Cependant, aucune conséquence sur leur résistance à la pression hydrostatique n'a été enregistrée. Ce constat s'explique par la réduction des défauts issus des polluants au cours de l'essai sous l'effet de deux contraintes opposées, une est interne, induite par la pression d'essai, et l'autre est externe, exercée par le raccord. De même, aucun effet du non alignement sur les propriétés mécaniques des électro-soudures, soit à court ou moyen terme, n'a été noté. Du fait que nos échantillons de soudures ont été préparés au laboratoire dans des conditions idéales, loin de la réalité, il serait utile de refaire les mêmes essais sur des échantillons préparés au chantier.

La deuxième partie a été consacrée à l'étude des propriétés mécaniques de trois types de soudures de tubes en PE (réalisées par soudage bout à bout, électro-soudage et par polyfusion) d'usage dans les réseaux de gaz algériens. Ces soudures ont été exploitées pendant différentes périodes de temps (de 8 à 30 ans). Les résultats n'ont révélé aucun impact du vieillissement sur le comportement mécanique de l'ensemble des soudures y compris celles soumises aux conditions d'utilisation les plus sévères (au sud algérien). En effet, une bonne cohésion des électro-soudures ainsi qu'une remarquable tenue de l'ensemble des soudures à la pression hydrostatique ont été constatées bien qu'elles aient été soumises aux conditions d'essai similaires à celles préconisées par les normes pour des soudures non vieilles. De plus, suite au comportement fragile que le raccord de l'une des jonctions par polyfusion a présenté sous la pression hydrostatique, nous avons pu conclure que le PE au niveau de la soudure pourrait être plus performant que le matériau de base du raccord.

Dans une dernière partie, selon une approche multi-échelle par différentes techniques, la caractérisation des soudures bout à bout et des tubes vieillis (de 20 à 30 ans) et ceux non vieillis, utilisés comme référence, a permis une étude comparative approfondie des propriétés des tubes et des soudures. Au vu des résultats de la DSC et de la DRX, aucun effet notable du vieillissement n'a été noté à l'échelle microstructurale. En effet, comparativement aux références, le taux de cristallinité mesuré que ce soit sur les tubes ou sur les soudures n'a pas changé. Alors qu'à l'échelle moléculaire, le vieillissement serait marqué par des pertes physique et chimique en antioxydants qui auraient pour conséquence la diminution du temps d'induction à l'oxydation (TIO). Bien que les soudures aient subi des pertes plus importantes par rapport aux tubes, les quantités résiduelles en antioxydant pourraient garantir une protection contre la dégradation thermo-oxydante pour une longue durée de continuation de service. La détection d'un antioxydant de type phénolique après vieillissement, par les analyses spectroscopiques IR et UV, a confirmé les résultats de TIO. De plus, ces derniers ont permis de mettre en évidence les pertes préalables en antioxydants au cours de la fabrication, du stockage et du soudage des tubes. A la même échelle, l'analyse ATG n'a révélé aucun changement significatif du comportement thermique du PE de tubes ainsi que celui de soudures après vieillissement. De même, les résultats de l'étude rhéologique à l'état fondu n'ont montré aucune conséquence du vieillissement à l'échelle macromoléculaire. A plus grande échelle, le vieillissement n'a pas d'effet marquant sur le comportement mécanique des tubes ainsi que sur celui des soudures, que ce soit à court ou à moyen terme. En effet, aucune

trace de fragilisation des matériaux due au vieillissement, n'a été signalée sur les tubes ainsi que sur les soudures au cours de l'essai de traction et l'essai de pression hydrostatique.

Par ailleurs, selon les résultats de l'essai de traction, le comportement plastique des tubes semblerait être très affecté par le soudage. Comme les résultats de nos analyses par la DSC et la DRX n'ont pas mis en évidence cette altération par le soudage, il serait préférable de les refaire sur des soudures de taille plus élevée. Etant donné que le degré d'interpénétration des chaînes de polymères par diffusion dans la zone de soudure est inconnu, il devrait également être étudié. De plus, pour le PE chargé en noir de carbone, il serait intéressant d'étudier l'effet du noir de carbone sur le comportement plastique de la soudure sous la contrainte de traction. Ce changement du comportement mécanique pourrait également être dû à la présence des bourrelets de soudure ce qui nécessiterait des caractérisations mécaniques des soudures sans bourrelets.

Enfin, il serait utile que notre étude soit complétée par la prédiction de la durée de vie restante des anciennes soudures en adaptant une méthode fiable parmi celles rapportées dans la littérature. Comme il serait intéressant d'effectuer une étude similaire sur les soudures d'usage dans les réseaux d'eau potable.

## Références

**Accorsi J.V.**, Impact de la morphologie et de la dispersion du noir de carbone sur la résistance du polyéthylène au vieillissement, International Wire and Cable Symposium, Atlantic City, 18 novembre 1999, 1-7.

**Akkurt A.**, An Analysis of electro-melting and hot element welding methods' safety used to join PE natural gas pipes, International Journal of Electronics, Vol.3, 2014, 493-504.

**Albani K.**, Bimodal pipes advantages and applications, Sabic Symposium, Alger, 30 mai 2011.

**Allen N.S.**, Edge M., Corrales T., Childs A., Liauw C.M., Catalina F., Peinado C., Minihan A., Aldcroft D., Ageing and stabilisation of filled polymers: an overview, Polymer Degradation and Stability, Vol.6, 1998, 183–200.

**Allen N.S.**, Palmar S.J., Marshall G.P., Luc-Gardette J., Environmental oxidation processes in yellow gas pipe: implications for electrowelding, Polymer Degradation and Stability vol.56, 1997, 265-274.

**ASCE F.**, **ASCE M.**, Brachman R. W. I., Arnepalli D. N., Ragab Ewais A., Antioxidant depletion from a high density polyethylene geomembrane under simulated landfill conditions, Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering, July 2010, 930-939.

**ASTM F2620**, Standard practice for heat fusion joining of polyethylene pipe and fittings, 2013.

**ASTM D3261**, Standard specification for butt heat fusion polyethylene (PE) plastic fittings for polyethylene (PE) plastic pipe and tubing, 2012.

**ASTM F1056**, Standard specification for socket fusion tools for use in socket fusion joining polyethylene pipe or tubing and fittings, 1997.

**Barber P.**, Atkinson JR. The use of tensile tests to determine the optimum conditions for butt fusion welding certain grades of polyethylene, polybutene-1 and polypropylene pipes, Journal of Materials Science, Vol.9 1974, 1456–1466.

**Barker M.B.**, Bowman J.A., Bevis M., The performance and cause of failure of polyethylene pipes subjected to constant and fluctuating internal pressure loadings, Journal of Materials Science, Vol.18, 1983, 1095-1118.

**Bauer I.**, Habicher W.D., Korner S., Al-Malaika S., Antioxidant interaction between organic phosphites and hindered amine light stabilizers: Effects during photooxidation of polypropylene-II, Polymer Degradation and Stability, Vol.55, 1997, 217-224.

**Borealis**, Borstar polyethylene materials for water and gas distribution systems, Document Technique, 2003, 15.

**Bost J.**, Matière plastiques, Technologie-Plasturgie, Tome 2, 2<sup>ème</sup> Ed, Lavoisier Ed, Paris, 1982, 89-93.

**Bowman J.**, A review of the electrofusion joining process for polyethylene pipe systems, Polymer Engineering and Science, Vol.27, 1997, 674-691.

**Bowman J.**, Butt fusion joining polyethylene pipes and assessing the resultant joint strength, welding and metal fabrication, Vol.64, 1996, 62-65.

**Bowman J.**, Parmar R., The importance of axial misalignment on the long term strength of PE pipe butt fusion joints, Polymer Engineering and Science, Vol.29, 1989, 1406-1410.

**Brostow W.**, Fleissner M., Miller W.F., Slow crack propagation in polyethylene: determination and prediction, Polymer, Vol.32, 1991, 419-425.

**Brown N.**, Intrinsic lifetime of polyethylene pipelines, Polymer Engineering And Science, Polymer Engineering and Science, Vol. 47, 2007, 477-480.

**Brown N.**, Lu X., Proceedings of the 13th Plastic Fuel Gas Pipe Symposium, San Antonio, Texas, 1993. **In** Frank A., Pinter G., Lang R. W., Prediction of the remaining life time of polyethylene pipes after up to 30 years in use, Polymer Testing, Vol.28, 2009, 737-745

**Carlota P.**, Durabilité des géo-membranes en polyéthylène haute densité utilisées dans les installations de stockage de déchets non dangereux, Thèse de doctorat, Université Paris Est, Paris, 23 Novembre 2012.

**Carette L.**, Stabilisants, Technique de l'Ingénieur, A3232, Paris, 1992, 1-22.

**Carin A.**, Etude expérimentale et modélisation thermomécanique de l'étape de calibration dans le procédé d'extrusion de tubes en polyamide 12. Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris, Paris, 2005.

**Cazenave J.**, Sur le compromis rigidité/durabilité du polyéthylène haute densité en relation avec la structure de chaîne, la microstructure et la topologie moléculaire issues de la cristallisation, Thèse de doctorat, INSA de Lyon, Lyon, 2005.

**Chaoui K.**, Khelif R., Zeghib N., Chateauneuf A., Failure analysis of polyethylene gas pipes, Pluvillage G. et Elwany Eds, Safety reliability and risks associated with water, oil and gas pipelines, 2008, 131-163.

**Chirinos-Padrón A.J.**, Hernández P.H., Allen N.S., Vasilion C., Marshall G.P., Poortere Michell., Synergism of antioxidants in high density polyethylene, Polymer Degradation and Stability, Vol.19, 1987, 177-189.

**Chen H.**, Influence of joining on the tensile behaviour of high density polyethylene pipe, Journal of Materials Science Letters, Vol.16, 1997, 897-898.

**Choi B-H.**, Chudnovsky A., Paradkar R., Michie W., Zhou Z., Cham P-M., Experimental and theoretical investigation of stress corrosion crack (SCC) growth of polyethylene pipes Polymer Degradation and Stability, Vol.94, 2009, 859-867.

**Chudnovsky A.,** Sehanobish K., Review of plastics pipe lifetime evaluation methods: Predictive capability and limitations, ANTEC, 2002. **In** Hoang E.M., Lowe D, Lifetime prediction of a Blue PE100 water Pipe, Polymer Degradation and Stability, Vol.93, 2008, 1496-1503.

**Costa L.,** Luda M.P., Trossarelli L., Ultra high molecular weight polyethylene-II. Thermal and photo-oxidation, Polymer Degradation and Stability, Vol.58, 1997, 41-54.

**Daigle L.,** Zhao J.Q., Beaulieu D., Innovative approach to testing the quality of fusion joints, Plastics, Rubber and Composites, Vol.32, 2003, 385-395.

**Davis P.,** Burn S., Gould S., Lardy M., Tjandraatmadja G., Sadler P., Log-Term prediction for PE pipes, AWWA (American Water Works Association) Research Foundation, 2006, 203.

**Decourcy D.R.,** Atkinson J.R., The use of tensile tests to determine the optimum conditions for butt welding polyethylene pipes of different melt flow index, Journal of Materials Science, Vol.12, 1977, 1535–1551.

**Dewitt R.,** High performance PE compounds for safer gas and water transportation, Proceedings of the Plastic Pipes VIII, Köningshof–near-Eindhoven, Netherlands, September 21-24, 1992.

**Dong H. N.,** A study of the combined socket and butt welding of plastic pipes using through transmission infrared welding, Thèse de doctorat, The Ohio State University, Ohio, 2005.

**DoÈrner G.,** Lang R. W., Influence of various stabilizer systems on the ageing behavior of MDPE-II. Ageing of pipe specimens in air and water at elevated temperatures, Polymer Degradation and Stability, Vol.62, 1998, 431-440.

**Dossgogne R.,** Polyéthylène haute densité, Technique de l'Ingénieur, A3315, Paris, 1996, 1-10.

**DVS 2207-1,** Deutscher Verband für Schweißtechnik (German Association for Welding Technology), Welding of thermoplastics: Heated tool welding of pipes, pipeline components and sheets out of PE-HD, 1995.

**DVS 2203-4,** Deutscher Verband für Schweißtechnik (German Association for Welding Technology), Testing of welded joints of thermoplastics plates and tubes - Tensile creep test, 1997. **In:** Grieser J., Checking of the required long-term tensile welding factor and the minimum time of welded joints made of polyethylene, Joining Plastics, Specialist Articles, January 2007, 52-56.

**Dusunceli N.,** Colak O.U., The effects of manufacturing techniques on viscoelastic and viscoplastic behavior of high density polyethylene (HDPE), Materials and Design, Vol.29, 2008, 1117-1124.

**El-Bagory T.M.A.A,** Younan M.Y.A, Sallam H. E.M, Mechanical behavior of welded and un-welded polyethylene pipe materials, Pressure Vessels and Piping Conference, Paris, 14-18 July 2013.

**EN 1555-1**, Systèmes de canalisations en plastique pour la distribution de combustibles gazeux - Polyéthylène (PE) - Partie 1 : généralités, 2010.

**EN 1555-2**, Plastic piping systems for the supply of gaseous fuels- Polyethylene (PE) - Part2: Pipes, EN 1555-2, 2010.

**EN 1555-3**, Plastics piping systems for the supply of gaseous fuels- Polyethylene (PE)-Part 3: Fitting, 2010.

**EN 1555-5**, Plastics piping systems for the supply of gaseous fuels -Polyethylene (PE)-Part 5: Fitness for purpose of the system, 2010.

**EN 1555-6**, Plastics piping systems for gaseous fuels supply Polyethylene (PE) - Part 6: Recommended practice for installation, 1995.

**EN 728**, Systèmes de canalisations et de gaines en plastiques - Tubes et raccords en polyoléfine - Détermination du temps d'induction à l'oxydation, 1997.

**Fayolle B.**, Colin X., Audouin L., Verdu J., Mechanism of degradation induced embrittlement in polyethylene, *Polymer Degradation and Stability*, Vol.92, 2007, 231-238.

**Faraz A.**, Nizar S., Khan M.A., Effect of welding parameters on the structural performance of fusion welded extruded and injection molded HDPE joints, *Journal of Space Technology*, Vol.4, 2014, 114-119.

**Fayolle B.**, Vieillissement physique des matériaux polymères. **In** : *Technique de l'ingénieur*, Verdu J. Ed, 2005.

**Fina Chemicals**, Bimodal polyethylene pipe resin with hexene comonomer, Document Technique, 1998, 7.

**Fleissner M.**, Experience with a full notch creep test in determining the stress crack performance of polyethylenes, *Polymer Engineering and Science*, Vol.38, 1998, 330-340.

**Florian A.**, Pinter G., Frank A., Impact of single and dual pressure butt-welding procedures on the reliability of PE 100 pipe welds, *Proceedings EUROTEC*, Lyon, 2013. **In**: Mikula J., Hutař P., Nezbedová N., Lach R., Arbeiter F. , Ševčík M., Pinter G., Grellmann W., Náhlík L., On crack propagation in the welded polyolefin pipes with and without the presence of weld beads, *Materials and Design*, Vol. 87, 2015, 95–104.

**Frank A.**, Pinter G., Lang R. W., Prediction of the remaining life time of polyethylene pipes after up to 30 years in use, *Polymer Testing*, Vol.28, 2009, 737-745.

**Frank A.**, Freimann W., Pinter G., Lang R.W., A fracture mechanics concept for the accelerated characterization of creep crack growth in PE-HD pipe grades, *Engineering Fracture Mechanics*, Vol.76, 2009; 2780–2787.

**Fusion Provida**, Soudage bout à bout et l'électro-soudage, Journées Techniques, Ouaregla, Algérie, Mars 2011.

**Gaube E.**, Diedrich G., Müller W., 1976. **In**: Hessel J., 50 years for polyethylene piping, 3R International, Vol.45, 2006, 128-133.

**Gaube E.**, Gebler H., Muller W., Gondro C., Time creep strength and aging of HDPE pipes (Zeitstandfestigkeit and Alterung von Rohren aus HDPE), *Plastics (Kunststoffe)*, Vol.75, 1985, 412–415.

**Gedde U. W.**, Viebke J., Leijstrom H., Ifwarson M., Long-term properties of hot-water polyolefin pipes- A review, *Polymer Engineering and Science*, Vol.34, 1994, 1773-1787.

**Grann-Mayer E.**, Handbook of polyethylene pipes in applied engineering, Bruxelles, Total Petrochemicals, 2005, 514.

**Grewell D.A.**, Benatar J.A., Park B., *Plastics and composites welding Handbook*, Hanser Publishers, Munich, 2003, 407. [en ligne] Disponible sur: <http://www.hanserpublications.com/Products/179-plastics-and-composites-welding-handbook.aspx>. Consulté le: 20/04/2016.

**Grewell D.A.**, Benatar J.A., *Welding of plastics: Fundamentals and new developments*, International Polymer Processing, Vol.22, 2007, 43-60.

**Grieser J.**, Checking of the required long-term tensile welding factor and the minimum time of welded joints made of polyethylene, *Joining Plastics, Specialist Articles*, January 2007, 52-56.

**Gueugnaut D.**, Rousselot D., 1999. **In**: Hehn M. O., Analyse expérimentale et simulation thermomécanique du soudage bout a bout de tubes de polyéthylène, thèse de doctorat, Ecole des mines de paris, Paris, 13 juillet 2006.

**Gugumus F.**, Critical stabilizer concentration in oxidizing polymers, *Polymer Degradation and Stability*, Vol.46, 1994, 123-140.

**Habicher W.**, Bauer I., Pospisil J., Organic phosphites as polymer stabilizers, *Macromolecular Symposia*, Vol. 225, 2005, 147-164.

**Hamouda H.B.H.**, Simoes-betbeder M., Grillon F., Blouet P., Billon N., Riques R., Creep damage mechanisms in polyethylene gas pipes, *Polymer*, Vol.42, 2001, 2355-2369.

**Hamouda H.B.H.**, Endommagement et fissuration en fluage de polyéthylènes extrudés : Approche globale -Approche locale, Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris, Paris, 2000.

**Han J.K.**, Miltz J., Harte B.R., Giacini J.R., Gray J.I., Loss of 2-tertiary-butyl-4-methoxy phenol (BHA) from high-density polyethylene film, *Polymer Engineering and Science*, Vol.27, 2004, 934-938.

**Haider N.**, Karlsson S., Loss and transformation products of the aromatic antioxidants in MDPE film under long-term exposure to biotic and abiotic conditions, *Journal of Applied Polymer Science*, Vol.85, 2002, 974-988.

**Hanjong Plastic Inc**, Plastic Engineering Technical Standard for Electro fusion Joining Method and Test Methods, 1995.

**Hehn M. O.**, Analyse expérimentale et simulation thermomécanique du soudage bout a bout de tubes de polyéthylène, thèse de doctorat, Ecole des mines de paris, Paris, 13 juillet 2006.

**Hessel J.**, 50 years for polyethylene piping: Engineering perspective, 3R International, Vol.45, 2006, 128-133.

**Hessel J.**, Long Term Creep behavior of welded Heavy wall Pipes made from polyethylene, 3R International, 2011, 314-317.

**Hessel J.**, 100 years service life for polyethylene pipes: Review and prospects, 3R International, Vol.46, 2007, 242-246.

**Higuchi Y.**, Nishimura H., Inoue F., Ishikawa T., Miyaki S., Investigation of appropriate cooling times for electrofusion jointing of PE pipes for gas, Polymer Engineering and science, Vol.42, 2002, 382-394.

**Hjärtfors L. B. E.**, Surface analysis of polyethylene pipes and failure characterization of electrofusion joints, Thèse de doctorat, Chalmers University of Technology, Chalmers, 2011.

**Hoang E.M.**, Liauw M., Allen N.S., Fontan N.S., Lafuente P., Effect of additive interactions on the thermo-oxidative stabilization of a film grade metallocene LLDPE, Journal of Vinyl and Additive Technology, Vol.10, 2004, 149-56.

**Hoang E.M.**, Lowe D., Lifetime prediction of a Blue PE100 water pipe, Polymer Degradation and Stability, Vol.93, 2008, 1496-1503.

**Hsuan Y.G.**, Koerner R.M., Antioxidant depletion lifetime in high density polyethylene geomembranes. Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering, Vol.124, 1998, 532-41.

**Hsuan Y.G.**, Li M., Temperature and pressure effects on the degradation of high density Polyethylene geogrids, Geotextiles and Geomembranes, Vol.23, 2005, 55-75.

**Hubert L.**, David L., Séguéla R., Vigier G., Degoulet C., Germain Y., Physical and mechanical properties of polyethylene for pipes in relation to molecular architecture, I. Microstructure and crystallization kinetics, Polymer, Vol.42, 2001, 8425-8434.

**Hutař P.**, Ševčík M., Náhlík L., Pinter G., Frank A., Mitev I., A numerical methodology for lifetime estimation of HDPE pressure pipes, Engineering Fracture Mechanics, Vol.78, 2011, 3049–3058.

**Ifwarson M.**, Gebrauchsdauer von Polyethylenrohren unter Temperatur und Druckbelastung (La durée de vie des tubes en polyéthylène sous des charges de température et de pression), Kunststoffe (Les matières Plastiques), Vol.79, 1989, 525–529.

**ISO9080**, Plastics piping and ducting systems - Determination of the long-term hydrostatic strength of thermoplastics materials in pipe form by extrapolation, 2003.

**ISO1183**, Plastiques - Méthodes de détermination de la masse volumique des plastiques non alvéolaires - Partie 1: Méthode par immersion, méthode du pycnomètre en milieu liquide et méthode par titrage, 2012.

**ISO1133**, Plastiques - Détermination de l'indice de fluidité à chaud des thermoplastiques, en masse (MFR) et en volume (MVR), 2005.

**ISO1216**, Thermoplastics Materials for Pipe and Fittings for Pressure Applications- Classification and Designation-Overall Service (Design) Coefficients, 1995.

**ISO 4437**, Buried polyethylene (PE) pipes for the supply of gaseous of fuels-metric series- Specifications, 2007.

**ISO 11414**, Plastics pipes and fittings - Preparation of polyethylene (PE) pipe/pipe or pipe/fitting test piece assemblies by butt fusion, 2009.

**ISO 21307**, Plastics pipes and fittings- Butt fusion joining procedures for polyethylene (PE) pipes and fittings used in the construction of gas and water distribution systems, 2011.

**ISO 12176-1**, Plastics pipes and fittings - Equipment for fusion jointing polyethylene systems - Part 1: Butt fusion, 2012.

**ISO 12176-2**, Plastics pipes and fittings - Equipment for fusion jointing polyethylene systems - Part 2: Electrofusion, 2008.

**ISO 13955**, Plastics pipes and fittings -Crushing decohesion test for polyethylene (PE) electrofusion assemblies, 1997.

**ISO 13956**, Plastics pipes and fittings - Decohesion test of polyethylene (PE) saddle fusion joints -Evaluation of ductility of fusion joint interface by tear test, 2010.

**ISO 6259-1**, Thermoplastics Pipes–Determination of tensile properties-Part 1: General test method, 1997.

**ISO 6259-3**, Thermoplastics Pipes–Determination of tensile properties-Part 3: Polyolefin Pipes, 1997.

**ISO 16770**, Determination of Environmental Stress Cracking (ESC) of polyethylene -- Full-notch creep test (FNCT), 2004.

**ISO 1167-1**, Thermoplastics pipes, fittings and assemblies for the conveyance of fluids- Determination of the resistance to internal pressure-Part 1: General method, 2006.

**ISO 1167-2**, Thermoplastics pipes, fittings and assemblies for the conveyance of fluids- Determination of the resistance to internal pressure-Part 2: Preparation of pipe test pieces, 2006.

**ISO11413**, Plastics pipes and fittings - Preparation of test piece assemblies between a polyethylene (PE) pipe and an electrofusion fitting, 2008.

**Jakab E.**, Omastova M., Thermal decomposition of polyolefin/carbon black composites, *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, Vol. 74, August 2005, 204–214.

**Jud K.**, Kausch H.H., Load transfer through chain molecules after interpenetration at interfaces. *Polymer Bulletin*, Vol. 1, 1979, 697-707.

**Juseok O.**, Youngjin O., Seunggun L., Jungsung K., Sunwoong C.H., Enhancement of butt fusion joints integrity against slow crack growth, *Proceedings Plastic Pipes XVI*, Barcelona, 2012.

**Kaiyuan C.**, Nanqiao Z., Bin L., Shengping W., Effect of vibration extrusion on the structure and properties of high-density polyethylene pipes, *Polymer International*, Vol.58, 2009, 117-123.

**Kiass N.**, Khelif R., Boulanouar L., Chaoui K., Experimental approach to mechanical property variability through a high-density polyethylene gas pipe wall, *Journal of Applied Polymer Science*, Vol. 97, 2005, 272–281.

**Kimel'blat V.I.**, Cherezov S.V., Lylina N.A., Yudenkov I.M., Effect of properties of high density polyethylene on durability of welded joints, *Mechanics of Composite Materials*, Vol.32, 1996, 582-886.

**Kitao K.**, Effect of entanglement on brittle-ductile transition in polyethylene, *Polymer Engineering and Science*, Vol. 41, July 2001.

**Klemchuk P.P.**, Horng P.L., Transformation products of hindered phenolic antioxidants and colour development in polyolefins, *Polymer Degradation and Stability*, Vol.34,1991, 333-346.

**Krishnaswamy R.K.**, Lamborn M. J., The Influence of process history on the ductile failure of polyethylene pipes subject to continuous hydrostatic pressure, *Advances in Polymer Technology*, Vol.24, 2005, 226-232.

**Krishnaswamy R.K.**, Analysis of Ductile and brittle failures from creep rupture testing of high-density polyethylene (HDPE) pipes, *Polymer*, Vol.46, 2005, 11664-11672.

**Lang R.W.**, Stern A., Doerner, G., 1997. **In:** Frank A., Freimann W., Pinter G., Lang R.W., A fracture mechanics concept for the accelerated characterization of creep crack growth in PE-HD pipe grades, *Engineering Fracture Mechanics*, Vol.76, 2009; 2780–2787.

**Leskovics K.**, Kollar M., barczy P., A study of structure and mechanical properties of welded joints in polyethylene pipes, *Materials Science and Engineering A419*, 2006, 138-143.

**Levy A.**, Levy, Le Corre S., Poitou A., Ultrasonic welding of thermoplastic Composites: Modeling of the process, *International Journal of Material Forming*, Vol.9, 2008, 887-890.

**Lu X.**, Qian R., Brown N., Buczala G., The effect of pressure and contaminants on slow crack growth in butt fusion PE gas pipe, *Journal of Applied Science*, Vol.46, 1992, 1417-1427.

**Lu X.**, Brown N., A test for slow crack growth failure in polyethylene under a constant load, *Polymer Testing*, Vol.11, 1992, 309–319.

**Lu Y.**, Shinozaki D. M., Herbert S., Inhomogeneous Deformation in welded high density polyethylene, *Journal of Applied Polymer Science*, Vol. 86, 2002, 43–52.

**Lundbäck M.**, Hedenqvist M. S., Mattozzi A., Gedde U. W., Migration of phenolic antioxidants from linear and branched polyethylene. *Polymer Degradation and Stability*, Vol.91, 2006, 1571-1580.

**Lundbäck M.**, Long-term performance of polyolefins in different environments including chlorinated water: Antioxidant consumption and migration and polymer degradation, Thèse de doctorat, Institut Royal de Technology KTH, Stockholm, 16 juin 2005.

**Lundback M.**, Hassinen J., Andersson U., Fujiwara T., Gedde U.W., Polybutene-1 pipes exposed to pressurized chlorinated water: Lifetime and antioxidant consumption, *Polymer Degradation and Stability*, Vol.91, 2006, 842–847.

**Lustiger A.**, The molecular mechanism of slow crack growth in polyethylene, Thèse de doctorat, Drexel University, Philadelphie, 1985.

**Mallégol J.**, Carlsson D.J., Deschenes L., A comparison of phenolic antioxidant performance in HDPE at 32-80°C. *Polymer Degradation and Stability*., Vol.73, 2001, 259-267.

**Majer Z.**, Hutar P., Frank A., Sevcik M., Zouhar M., Pinter G., Nahlik L., Point load effect on the buried polyolefin pipes lifetime, *Polymer Engineering and Science*, 2016, 79-86, DOI 10.1002/pen.

**Mannesman A.G.**, 1956. **In:** Akkurt A., An Analysis of electro-melting and hot element welding methods' safety used to join PE natural gas pipes, *International Journal of Electronics*, Vol.3, 2014, 493-504.

**Marshall J.P.**, The influence of welding parameters on the toughness of butt fusion welds in MDPE, advances in joining plastics and composites, *Proceeding of International TWI Conference*, Bradford, Yorkshire, 10-12 june 1991.

**McGreevy R.J.**, Hot plate welding of high density polyethylene: The effect of melt index and density on weld strength. ANTEC 1995, *Conference Proceedings*, Society of Plastics Engineers, Boston, May 1995.

**Mkacher I.**, Vieillissement thermique des gaines PE et PVC de câbles électriques, Thèse de doctorat, Arts et Métiers ParisTech, Paris, 5 octobre 2012.

**Mikula J.**, Hutař P., Nezbedová N., Lach R., Arbeiter F. , Ševčík M., Pinter G., Grellmann W., Náhlík L., On crack propagation in the welded polyolefin pipes with and without the presence of weld beads, *Materials and Design*, Vol. 87, 2015, 95-104.

**Mittelman G.**, Davidson J.H., Mantell S.C., Su Y., Prediction of polymer tube life for solar hot water systems: A model of antioxidant loss. *Solar Energy*, Vol.82, 2008, 452–461.

**Möller K.**, Gevert T., A solid-state investigation of the desorption/evaporation of hindered phenols from low density polyethylene using FTIR and UV spectroscopy with integrating sphere: The effect of molecular size on the desorption. *Journal of Applied Polymer Science*, Vol.61, 1998, 1149–1162.

**Möller K.**, Gevert T., An FTIR solid-state analysis of the diffusion of hindered phenols in low-density polyethylene (LDPE): The effect of molecular size on the diffusion coefficient, *Journal of Applied Polymer Science*, Vol.51, 2003, 895–903.

**Moss S.**, Zweifel H., Degradation and stabilization of high density polyethylene during multiple extrusions, *Polymer Degradation and Stability*, Vol.25, 1989, 217-45.

**Mueller W.**, Buettgenback B., Jakob I., Mann H., Comparison of the oxidative resistance of Various Polyolefin Geotextiles. *Geotextiles and Geomembranes*, Vol.21, 2003, 289-315.

**Mueller W.**, Jakob I., Oxidative resistance of High Density Polyethylene Geo-membranes, *Polymer Degradation and Stability*, Vol.79, 2003, 161-172.

**Nakashiba A.**, Nishimura H., Inoue F., Nakagawa T., Homma K., Nakazato H., Fusion simulation of electrofusion polyethylene joints for gas distribution, *Polymer Engineering and Science*, Vol.33, 1993, 1146–1151.

**Nathiez P.**, 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.

**NETL** (National Energy Technology Laboratory), Inspection of fusion joints in plastic pipe, Morgantown, EWI (The Materials joining experts), West Virginia, December 2003.

**Nieh J.Y.**, Lee L.J., Morphological characterization of the heat-affected zone (HAZ) in hot plate welding, ANTEC, Conference proceedings, Society of Plastics Engineers, New Orleans, May 1993.

**Nishimura H.**, Narisawa I., Evaluation of impact properties of butt fusion jointed medium density polyethylene pipes for gas distribution, *Polymer*, Vol.32, 1991, 2199-2204.

**Nishimura H.**, Nakakura M. Shishido S., Masaki A., Shibano H., Nagatant F., Effect of design factors of electrofusion joints on fusion strength, Proceeding Eleventh Plastic Fuel Gas Pipe Symposium, The American Gas Association, Arlington, October 1989.

**Nishimura H.**, Inoue F, Nakashiba A, Design of Electrofusion joints and evaluation of fusion strength using fusion simulation technology, *Polymer Engineering and Science*, Vol.34, 1994, 1529–1534.

**Nordiska Plaströrgruppen**, The nature of polyethylene pipe failure, 2009. [En ligne] Disponible sur : <http://www.plasticstoday.com/mpw/articles/the-nature-of-polyethylene-pipe-failure>. Consulté le: 27/01/2016.

**Paramar R.**, Browman J., Crack Initiation and Propagation Paths for Brittle Failures in

Aligned and Misaligned Pipe Butt Fusion Joints, *Polymer Engineering and Science*, 1989, Vol. 29, 1989, 1396-1405.

**Phease T.L.**, Billingham, N.C., Bigger S.W., The effect of carbon black on the oxidative induction time of medium-density polyethylene, *Polymer*, Vol.41, 2000, 9123-9130.

**Pimputkar S.M.**, The dependence of butt fusion strength on joining conditions for PE pipe, *Polymer engineering and science*, Vol.29, 1989, 1387-1395

**Pospisil J.**, Chemical and photochemical behaviour of phenolic antioxidants in polymer stabilization- Astate of the art report, Part I, *Polymer Degradation and Stability*, Vol.40, 1993, 217-32.

**Potente H.**, Michel P., Tappe P., The principles of hot plate welding of semi-crystalline thermoplastics. *Joining Plastics in Production*, Welding Institute, Abington, 1988, 105-126.

**Potente H.**, Tappe P., Scale-up laws in heated tool butt welding of HDPE and PP. *Polymer Engineering and Science*, Vol.23, 1989, 1642-1648.

**Potente H.**, Tappe P., Heated tool butt welding of polyethylene pipe-welding parameters and testing technique, *Materials and Design*, Vol.5, 1985, 273-280.

**PPI** (Plastic Pipe Institute), General guidelines for butt, saddle, and socket fusion of unlike Polyethylene Pipes and Fittings, Technical Note TN-13, 2007.

**PPI** (Plastic Pipe Institute), Handbook of Polyethylene Pipe, 2<sup>nd</sup> Ed, New York, Chap 4: PE pipe and fittings manufacturing, 2014, 105-123.

**PPI** (Plastic Pipe Institute), Handbook of Polyethylene Pipe, 2<sup>nd</sup> Ed, New York, Chap 9: PE Pipe joining procedures, 2014, 327-337.

**PPI** (Plastics Pipe Institute), Recommended Minimum Training guidelines for PE pipe butt fusion joining operators for municipal and industrial projects, Technical Note TN-42, September 2009.

**Puissant S.**, Lignes d'extrusion de tubes - Étapes de fabrication, *Techniques de l'ingénieur AM3642*, 2009.

**Raynaud M.**, Tubes en polyéthylène haute densité, Symposium BP Solvay, Alger, 15 juin 2004.

**Riahi M.**, Arab H., ghanati M.F., Impact analysis of clearance occurring between polymeric pipe and connector in the process of electrofusion (EF) weldment of pipes, *The international Journal of Advanced manufacturing Technology*, Vol.63, 2012, 329-335.

**Riahi M.**, kooshayan K., Ghanati M.F., Analysis of effect of pressure and heat on mechanical characteristics of butt fusion welding of polyethylene pipes, *Polymer-plastics technology an engineering*, Vol.50, 2011, 907-915.

**Saint-Royne D.**, Guegnaut D., and Reveret D., Test Methodology for the determination of

optimum fusion welding conditions of polyethylene, *Journal of Applied Polymer Science*, Vol. 38, 1989, 147-166

**Sangam H.P.**, Rowe R.K., Effects of exposure conditions on the depletion of antioxidants from high-density polyethylene (Hdpe) geomembranes. *Canadian Geotechnical Journal*, Vol.39, 2002, 1221–1230.

**Savu S. V.**, Savu L.D., Ciupitu L., Thermal analysis to evaluate ageing process in heated Tool and electrofusion welding of polymer pipes, *Advanced Materials Research*, Vol.837, 2014, 190-195.

**Scheirs J.**, Events G., Polyethylene (High density preparation). **In:** Salamone J.C., *Polymeric Materials Encyclopaedia*. [CDROM] Cleveland, CRC Press Ed, 1996.

**Schoeffl P.F.**, Lang R.W., Effect of liquid oilfield-related media on slow crack growth behavior in polyethylene pipe grade materials, *International Journal of Fatigue*, Vol. 72, 2015, 90–101.

**Schonhorn H.**, Sharpe L.H., Surface tension of molten polypropylene, *Journal of Polymer Science, Part B: Polymer Letters*. Vol.3, 1965, 235-237.

**Schulte U.**, Hessel J., Remaining service life of plastic pipes after 41years in service, *3R International*, Vol. 45, 2006, 482–485.

**Schwarzenbach, K.** **In** Gächter R., Müller H., *Plastics Additives Handbook: Stabilizers, Processing Aids, Plasticizers, Fillers, Reinforcements, Colorants for thermoplastics*, 2<sup>ème</sup> Ed., Hanser Ed, Munich, 1987, 156.

**Schwetlick K.**, Pionteck J., Winkler A., Haehner U., Kroschwitz H., Habicher W.D., Organophosphorus antioxidants: Part X—Mechanism of antioxidant action of aryl phosphites and phosphonites at higher temperatures, *Polymer Degradation and Stability*, Vol.31, 1991, 219-28.

**Serccer M.**, Raos P., Joining of plastics and composites, *Welding Engineering and Technology*, Vol.1, Slobodan K. and Branko B. Ed, Zagreb, Croatia. **In:** *Encyclopedia of Life Support Systems (EOLSS)*. Disponible sur: <http://www.eolss.net/sample-chapters/c05/e6-171-07-00.pdf>. Consulté le : 06/04/2017.

**Ševčík M.**, Hutař P., Náhlík L., Crack Behavior in a Welded Polyolefin Pipe, *Mechanics of Composite Materials*, Vol.47, 2011, 263-270.

**Shi J.**, Zheng J., Guo W., Qin Y., Defects classification and failure modes of electrofusion joint for connecting polyethylene pipes, *Journal of Applied Polymer Science*, Vol.124, 2012, 4070–4080.

**Siberd F.**, PE for Pipe Application, Document Technique, BP Solvay, 2003, 58.

**Siddiq A.**, Ghassemieh E., Thermomechanical analyses of ultrasonic welding process using thermal and acoustic softening effects, *Mechanics of Materials*, Vol.40, 2008, 982-1000.

**Smith** G.D., Karlsson K., Gedde U.W., Modeling of antioxidant loss from polyolefins in hot-water applications. I: Model and application to medium density polyethylene pipes. *Polymer Engineering and Science*, Vol.32, 1992, 658–667.

**Solvay Polyolefins**, Eltex PE100, Document Technique, 1998.

**Sonelgaz**, Conservation, Technique polyéthylène, Procédé de fusion, Document Technique code 62PL6, 09/06/1997.

**Starostin** N. P., Ammosova O. A., Thermal Processes in butt-welding polyethylene pipe at low ambient temperatures, *Russian Engineering Research*, Vol.29, 2009, 12–16.

**Stokes** V.K, Joining methods for Plastics and Plastic composites: An Overview, *Polymer Engineering and Science*, Vol.19, 1989, 1310-1324.

**Sun** N., Wenzel M., Adams A., Morphology of high-density polyethylene pipes stored under hydrostatic pressure at elevated temperature, *Polymer*, Vol. 55, 2014, 3792–3800.

**Sun** X., Shen H., Xie B., Yang W., Yang M., Fracture behavior of bimodal polyethylene: Effect of molecular weight distribution characteristics, *Polymer*, Vol. 52, 2011, 564–570.

**Suys** G., Finathene and Lacqutene PE pipe resins, Document Technique, Atofina Petrochemicals, 2003, 41.

**Tireau** J., Propriétés à long terme des gaines de polyéthylène haute densité utilisées pour les ponts à haubans, Thèse, Ecole Nationale Supérieure des Arts et Métiers, Paris, 18 Janvier 2011.

**Trifonova** D., Drouillon P., Ghanem A., Vancso1 G. J., Morphology of extruded high-density polyethylene pipes studied by Atomic Force Microscopy, *Journal of Applied Polymer Science*, Vol.66, 1997, 515–523.

**Troughton** M., Brown C., Hessel J., Piovano M., Comparaison of long term and short term tests for Electrofusion joints in PE Pipes, 2006, TWI. [**En ligne**]. Disponible sur: <http://www.twi.co.uk/content/spmjtoc2006.html>/. Consulté le: 27/01/2016.

**Troughton** M.J., Handbook of plastics joining: A practical guide, 2<sup>end</sup> Ed, William Andrew Inc, Norwich, 2008, 8-10.

**Viebke** J., Gedde U.W., (2004), Antioxidant diffusion in polyethylene hot water pipes, *Polymer Engineering and Science*, Vol.37, 2004, 896-911.

**Verdu** J., Vieillissement des plastiques, AFNOR Technique, 1984. **In**: Carlota P., Durabilité des géo-membranes en polyéthylène haute densité utilisées dans les installations de stockage de déchets non dangereux, Thèse, Ecole Doctorale : Sciences, Ingénierie et Environnement, Université Paris Est, Paris, 23 Novembre 2012.

**Vesely** P., Kotter I., Lach R., Nezbedová E., Knésl Z., Hutař P., Grellmann W., Test methods for the analysis of the local mechanical behavior of welds In polyethylene plastic

pipes, 2009. **In:** Mikula J., Hutař P., Nezbedová E., Lach R., Arbeiter F., Ševčík M., Pinter G., Grellmann W., Náhlík L., On crack propagation in the welded polyolefin pipes with and without the presence of weld beads, *Materials and Design*, Vol. 87, 2015, 95–104.

**Wavin** Plastics Limited, Wavin gas codes of practice joining instructions for operators, Document Technique, May 1983.

**Wilson** K.A., Verification of butt fusion weld quality in large diameter PE100 water pipes, Proc. 9th International Conference on Plastics Pipes, Edinburgh, Heriot -Watt University, 18-21 Septembere 1995.

**Wool** R. P., O'Connor K. M., A Theory of crack healing in Polymers, *Journal of Applied Physics*. Vol. 52, 1981, 5953-5963.

**Wool** R.P., Yuan B.L., Mcgarel O.J., Welding of polymer interface, *Polymer Engineering and Science*, 29, 1989, 1340-1367.

**Wu** D. Y., Meure S., Solomon D., Self-healing polymeric materials: A review of recent developments, *Progress in Polymer Science*. Vol. 33, 2008, 479–522.

**Zaharescu** T., Giurginca M., Jipa, S., Radiochemical oxidation of ethylene–propylene elastomers in the presence of some phenolic antioxidants, *Polymer Degradation and Stability*, Vol.63, 1999, 245-251

**Zhang** Y., Experimental Study of Stress Cracking in High Density Polyethylene Pipe, Thèse de doctorat, Drexel University, Philadelphie, 2006.

**Zhao** J.Q, Daigle L, Beaulieu D, Effect of joint contamination on the quality of butt fusion high density polyethylene (HDPE) pipe joints, *Canadian Journal of Civil Engineering*, Vol.29, 2002,787-798.

**Zhou** Z., Hiltner A., Baer E., Predicting long term creep failure of bimodal polyethylene pipe from short term fatigue tests, *Journal of Material and Science*, Vol.46, 2011, 174-182.

**Ziegler** D., Welding of Thermoplastics, *Welding Journal*, Vol. 83, 2004, 45- 47.

# Annexe 1

## Fiche technique du grade MDPE 3802 B

### Total MDPE 3802 B Medium Density Polyethylene, Pipes & Fittings

Category : Polymer , Thermoplastic , Polyethylene (PE) , MDPE

#### Material Notes:

MDPE 3802 B is a high performance hexene-based black compound, with a MRS 8 MPa - PE 80 classification, and primarily intended for potable water and gas pipe applications. MDPE 3802 B key characteristics are a superior resistance to slow crack growth ensuring safe and long-term network operation, an optimal balance of flexibility and mechanical strength that allows easy coiling, handling and installing of pipes, an optimized formulation of additives and finely dispersed carbon black providing outstanding long-term stability in service. Designation ISO 1872-PE, E/M-ACGHL, 40-T012. Information provided by Total Petrochemicals.

Order this product through the following link:

[http://www.lookpolymers.com/polymer\\_Total-MDPE-3802-B-Medium-Density-Polyethylene-Pipes-Fittings.php](http://www.lookpolymers.com/polymer_Total-MDPE-3802-B-Medium-Density-Polyethylene-Pipes-Fittings.php)

Physical Properties	Metric	English	Comments
Specific Gravity	0.948 g/cc	0.948 g/cc	ISO 1183
Carbon Black Loading	2.0 - 2.5 %	2.0 - 2.5 %	ISO 6964
Melt Flow	0.90 g/10 min @Load 5.00 kg, Temperature 190 °C	0.90 g/10 min @Load 11.0 lb, Temperature 374 °F	ISO 1133/T

Processing Properties	Metric	English	Comments
Processing Temperature	190 - 220 °C	374 - 428 °F	Extrusion
	200 - 260 °C	392 - 500 °F	Injection

Descriptive Properties	Value	Comments
Carbon Black Dispersion, Rating	= 3	ISO 18553
Thermal Stability 200°C	> 20 min	EN 728 / ISO 11357-6
Water Content	= 300 ppm	EN 12118, measured at the stage of compound manufacturing

## Annexe 2

### Fiche technique du grade HDPE XS10 B

**TOTAL PETROCHEMICALS**

**Polyethylene HDPE XS 10 B**

Technical data sheet  
High Density Polyethylene PIPES & FITTINGS  
Produced in Europe

#### Description

HDPE XS 10 B is a high performance hexene-based black compound, with a MRS 10 MPa - PE 100 classification, and primarily intended for potable water and gas pipe applications.

HDPE XS 10 B key characteristics are

- a superior resistance to slow crack growth and rapid crack propagation ensuring safe and long-term network operation
- a broad bimodal molecular weight distribution offering easy processing for perfect pipes and fittings
- an optimised formulation of additives and finely dispersed carbon black providing outstanding long-term stability in service.

Designation ISO 1872-PE,E/M-ACGHL,50-T003

#### Characteristics

Property	Method	Unit	Typical value (*)
Density	ISO 1183	kg/m <sup>3</sup>	959
Melt Flow Rate (190°C/5 kg)	ISO 1133/T	g/10 min	0.3
Thermal stability 200°C	EN 728 / ISO 11357-6	min	> 20
Carbon black content	ISO 6964	%	2.0 – 2.5
Carbon black dispersion	ISO 18553	rating	≤ 3
Water content (**)	EN 12118	ppm	≤ 300

(\*) Data not intended for specification purposes

(\*\*) Measured at the stage of compound manufacturing

#### Processing

HDPE XS 10 B can be processed under the following recommended conditions.

Adjustments may be useful depending upon the pipe/fitting dimensions, appearance and/or the type of processing equipment used.

Extrusion melt temperature 190-220°C

Injection melt temperature 200-260°C

Carbon black is hygroscopic, consequently drying of the compound is required to ensure that the water content does not exceed 300 ppm at the time of processing.

Polyethylene

## Annexe 3

### Fiche technique du grade Eltex TUB121



#### Product Technical Information

Eltex® TUB 121 is a high-density polyethylene copolymer designed for the extrusion of pressure pipes and injection moulding of pipe fittings. It is classified PE 100 in accordance with ISO 12162 based on ISO 9080 analysis.

#### Characteristics

- PE 100 Black pipe compound

#### Applications

- Gas
- Water
- Industrial

Properties	Test Method	Value	Units
<b>Physical</b>			
Density (pigmented)	ISO 1183/A	959	kg/m <sup>3</sup>
Melt Flow Rate (5 kg/190°C, Condition T)	ISO 1133	0.45	g/10min
<b>Mechanical</b>			
Tensile Strength @ Yield (23°C @ 50 mm/min)	ISO 527-2	25	MPa
Tensile Elongation @ Break (23°C @ 50 mm/min)	ISO 527-2	> 350	%
Tensile Modulus (23°C @ 1 mm/min)	ISO 527-2	1100	MPa
<b>Thermal</b>			
VICAT Softening Point (1 kg)	ISO 306	128	°C
Thermal Stability (OIT, 210°C)	ISO 10837	>20	min
<b>Pigmentation</b>			
Carbon Black Dispersion	ISO 18553	<3	Grade
Carbon Black Content	ISO 6964	2 to 2.5	%

The values given are typical values measured on the product. These values should not be considered as specifications.

## Résumé :

Le soudage bout à bout et l'électro-soudage sont les techniques majoritairement utilisées pour assembler les tubes en polyéthylène destinés à la distribution du gaz naturel. Suite aux défaillances relevées sur le terrain par l'entreprise nationale SONELGAZ, qui se traduisent par des soudures de qualité médiocre, nous nous sommes intéressés de l'étude de l'effet des conditions de soudage sur la qualité des soudures bout à bout et des électro-soudures en montrant les conséquences de la négligence et la non qualification de la main d'œuvre. Les résultats ont mis en évidence l'importance de l'alignement des tubes soudés bout à bout par rapport au nettoyage et la grande sensibilité des électro-soudures aux contaminants. En Algérie, des réseaux de gaz sont en service pendant des décennies (depuis la fin des années 70). Vu que les soudures font partie de ces réseaux, il est intéressant d'évaluer leur état de vieillissement après cette longue durée de service. Pour ce faire, les propriétés mécaniques des soudures vieilles sur site ont été étudiées. Aucune altération des propriétés de l'ensemble des soudures n'a été constatée même de celles les plus anciennes. De plus, l'étude comparative multi-échelles (microstructurale, moléculaire, macromoléculaire et macroscopique) des propriétés des soudures bout à bout et des tubes d'âge jusqu'à 30 ans n'a révélée aucun effet notable du vieillissement. Quoique des pertes en antioxydants aient été constatées sur les tubes et les soudures vieilles, les quantités résiduelles sont suffisantes pour assurer encore une protection pour une longue durée de service.

**Mots-clés:** Tubes en polyéthylène, soudage bout à bout, électro-soudage, distribution du gaz, vieillissement.

## Abstract:

Butt fusion and electro-fusion welding are the techniques mostly used for assembling polyethylene pipes used for sapling natural gas. Due to defects detected by the national company SONELGAZ, which results in poor quality welds, we were interested in studying the effect of welding conditions on the quality of butt fusion and electro-fusion welds considering the consequences of neglect and non-qualification of the operators. The results showed the importance of the alignment of the butt welded pipes welded with respect to the cleaning and the high sensitivity of the electro-fusion welds to contaminants. In Algeria, gas networks have been in service for decades (since the late 1970's). Since welds are part of these networks, it is interesting to evaluate their state of aging after this long service life. In order to do this, the mechanical properties of the aged welds on site were studied. No alteration of the properties of all welds has been found even those of the oldest ones. Moreover, the multi-scale (microstructural, molecular, macromolecular and macroscopic) comparative study of the properties of butt welds and pipes up to 30 years old revealed no noticeable effects of aging. Although losses of antioxidants have been observed on both aged pipes and welds, the residual quantities are sufficient to ensure protection for a long service life.

**Keywords:** Polyethylene pipes, butt-welding, electro-fusion welding, gas distribution, ageing.

## ملخص:

تستخدم تقنيات لحام بعقب وبالكهرباء أساسا لربط أنابيب البولي ايثيلين المستخدمة في توزيع الغاز الطبيعي. ونظرا للمشاكل المتعلقة بكيفية التلحيم الملاحظة عند انجاز شبكات الغاز من قبل الشركة الوطنية سونلغاز، قمنا بدراسة تأثير بعض الظواهر التي قد تؤدي الى اضعاف جودة لحمة الانابيب ومنها الاهمال و عدم تاهيل اليد العاملة. لقد اظهرت نتائج هذه الدراسة اهمية تنضيف الانابيب قبل عملية التلحيم بالنسبة للحامات الكهربائية وضرورة استقامت الانابيب بالنسبة للحامات بعقب.

بدأت الجزائر استخدام انابيب البولي ايثيلين في اوائل السبعينات في انشاء شبكات توزيع الغاز. و بما ان اللحامات هي تمثل جزء من هذه الشبكات فرأينا ان دراسة تأثير ظروف استخدامها على خصائصها الميكانيكية لها اهمية بالغة لتحديد مدة صلاحيتها في هذا المجال. وكذلك قمنا بدراسة معمقة لخصائص اللحامات بعقب بعد استخدامها لمدة طويلة حتى ثلاثين سنة مفرتنا بخصائص الانابيب لها نفس مدة الاستعمال. النتائج المتحصل عليها اظهرت انهما الاثنتين في حالة جيدة اذ لم تتأثر كثيرا بالظروف التي كانت تستعمل فيها و بالتالي يمكن مواصلة استعمالها لمدة طويلة اكبر من مدة صلاحيتها المتوقعة.