

# Contribution à l'étude expérimentale de l'énergie de rupture à travers la paroi d'un tube de gaz en HDPE-100

Nacira HAMLAOUI <sup>a</sup>, Oualid BENDJEDDOU <sup>b</sup>, Kamel CHAOUI <sup>b</sup>

a. LR3MI, Département de Génie Mécanique, Faculté des Sciences et de la Technologie, Université du 8 Mai 1945, BP 401, Guelma 24000, Algérie. [hamlaouinacira@yahoo.fr](mailto:hamlaouinacira@yahoo.fr)

b. LR3MI, Département de Génie Mécanique, Faculté des Sciences de l'Ingénierat, Université Badji Mokhtar, BP 12, Annaba 23000, Algérie. [chaoui.kamel@univ-annaba.dz](mailto:chaoui.kamel@univ-annaba.dz)

## Résumé :

*L'objet de cette étude est la détermination expérimentale de la résistance à la rupture ( $J_{IC}$ ) à travers la paroi d'un tube en HDPE-100. La méthode consiste à usiner, dans des conditions préalablement déterminées et spécifiques aux polymères, 3 tubes concentriques incluant les couches externe, moyenne et interne. L'approche de Begley-Landes est adaptée pour calculer  $J_{IC}$  sur la base d'une géométrie SENT. Les résultats indiquent que  $J_{IC}$  varie d'environ 25% entre les couches extérieures et intérieures; alors que la couche moyenne a enregistré une valeur plus petite comparée aux couches extrêmes (35,38 kJ/m<sup>2</sup>). Ces variations sont conformes avec les hétérogénéités mécaniques observées dans la littérature pour les propriétés mécaniques usuelles lors d'essais monotones de traction sur des éprouvettes extraites par la même technique d'usinage. Les causes de ces distributions des propriétés sont imputées aux conditions de fabrication des tubes HDPE (variation de la cristallinité et distribution des contraintes résiduelles).*

**Mots clefs : Polyéthylène, HDPE-100, Tube, Rupture,  $J_{IC}$ , Cristallinité.**

## Abstract:

*The purpose of this study is to obtain experimentally the fracture toughness ( $J_{IC}$ ) of HDPE-100 pipe at 3 locations throughout the pipe wall. The method consists in preparing 3 concentric pipes including the outer, middle and inner layers, using specific machining conditions which fit with semi-crystalline polymers. The Begley-Landes approach is adapted to calculate  $J_{IC}$  based on SENT specimen. The results indicate that  $J_{IC}$  variation is about 25% between the outer and the inner layers, whereas the middle layer showed a rather smaller value compared to the other layers (35.38 kJ/m<sup>2</sup>). These variations are in accordance with the heterogeneities of mechanical properties in the literature for standard mechanical properties issued from tensile tests using specimens extracted via the same machining technique. The causes of these distributions are caused by manufacturing conditions such as crystallinity variation and residual stress distribution.*

**Keywords: Polyethylene, HDPE-100, Pipe, Fracture,  $J_{IC}$ , Crystallinity.**

# 1 Introduction

Les tubes en polyéthylène ont été utilisés avec succès depuis plusieurs décennies du siècle passé principalement dans les systèmes d'adduction en eau potable et de transport de différents gaz d'hydrocarbures. Les tubes en polyéthylène haute densité (HDPE-100) sont recommandés par les normes pour la construction de réseaux de distribution du gaz naturel à l'intérieur même des agglomérations pour une multitude d'avantages. Ils présentent une très bonne adéquation entre la résistance et la durabilité à long terme d'une part et les exigences en termes de coûts, de techniques d'installation et de maintenance d'autre part [1,2]. L'analyse du comportement et des propriétés de ce matériau continue de faire encore l'objet de nombreuses études. En effet, leur utilisation dans des conditions de plus en plus spécifiques demande une connaissance approfondie des mécanismes physiques mis en jeu lors des sollicitations thermiques ou mécaniques. Pour mieux comprendre le rôle des divers paramètres structuraux sur les propriétés mécaniques tels que l'influence de la cristallinité, Humbert et al. [3] ont montré que la contrainte seuil ( $\sigma_{th}$ ) est proportionnelle au taux de cristallinité ( $X_c$ ). Aussi, la variation des propriétés physiques et mécaniques en relation avec la structure moléculaire a été abordée [4]. Il est bien connu que la résistance à la propagation lente de fissure (SCG : Slow Crack Propagation) représente un facteur clé pour l'étude de la durée de vie de tubes en polyéthylène sous pression. De nombreux chercheurs [5-7] ont orienté leurs travaux sur les mécanismes gouvernant le phénomène de SCG, causée par différents paramètres. L'essai de fluage à entaille complète (FNC) est très utilisé dans ce type de travaux. Au voisinage de la température ambiante, le HDPE présente deux modes de rupture : sous forte contrainte, il cède d'une manière ductile pour des temps courts, alors que dans le domaine des contraintes faibles, il cède de manière fragile pour des temps beaucoup plus longs. La résistance à long terme des tubes en HDPE est liée à la stabilité de la distribution des contraintes résiduelles qui restent approximativement invariables sur quelques décennies [1,2]. Certains auteurs [8-11] ont étudié les problèmes de rupture du tube HDPE à travers la quantification de l'intégrale J par des méthodes expérimentales et de simulations numériques, en tenant compte la géométrie de l'éprouvette, la forme de l'entaille ainsi que le type de sollicitation. Plusieurs méthodes ont été développées pour la détermination de la résistance à la fissuration. Différentes valeurs de  $J_{IC}$  sont proposées dans la littérature pour le HDPE comprises s'échelonnant de 3.7 jusqu'à 51 kJ/m<sup>2</sup>. Le procédé extrusion est connu pour générer des variances morphologiques ainsi que des contraintes résiduelles réparties dans la paroi tubulaire [2,12].

L'objectif de ce travail est de mesurer expérimentalement la valeur de JIC à travers 3 couches distinctes d'un tube de gaz en HDPE-100 afin d'explorer s'il y a une évolution de la résistance à la fissuration induite par le procédé d'extrusion. L'accès aux différentes couches du tube est réalisé par le biais d'opération usinage dans des conditions spécifiques aux polymères.

## 2 Etude expérimentale

### 2.1 Matériau

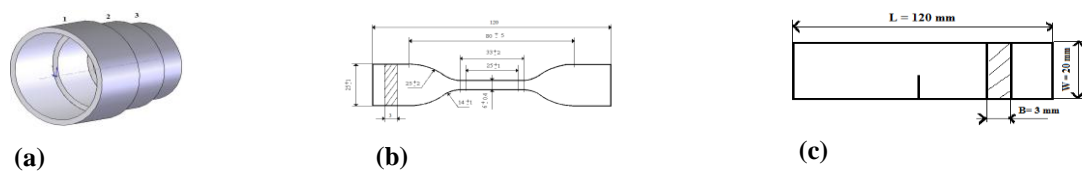
Le matériau considéré est un tube en HDPE Grade 100 (Minimum Required Strength=10 MPa). Il est destiné à la distribution de gaz naturel et dimensionné pour une pression nominale de 4 bars effectifs. Il a été gracieusement fourni par l'Entreprise SONELGAZ et il a été fabriqué par le Groupe STPM CHIALI de Sidi Bel-Abbès (Algérie). Le tube est extrudé à partir de polyéthylène, un thermoplastique

semi-cristallin issu d'une réaction de polymérisation par addition. La masse volumique est de 0.960 kg/m<sup>3</sup>, l'indice de fluidité est de 0,75 g/10min à 190°C et la teneur en noir de carbone varie de 2,0 à 2,6 %.

## 2.2 Etude expérimentale

### 2.2.1 Essais de caractérisation

Pour étudier l'évolution des propriétés mécaniques du HDPE-100 à travers la paroi tubulaire, les éprouvettes d'essai de traction ont été prélevées à partir d'un tube de diamètre extérieur 200 mm et d'épaisseur 12 mm le long de la direction radiale pour séparer 3 cylindres concentriques distincts après chariotage et alésage. Les produits obtenus sont identifiés comme couches extérieure, moyenne et intérieure comme indiqué dans la Figure 1a. Ces dernières sont découpées conformément à la norme ISO 6259-2 sans chauffage ni aplatissement, dans le sens parallèle à l'extrusion. Les trois séries d'éprouvettes sont découpées pour les essais standards de traction (Figure 1b) et les autres pour l'obtention de l'énergie de rupture (Figure 1c). Les essais de traction sont réalisés sur une machine universel de type ZWICK, d'une capacité de 2.5 kN, pilotée par un ordinateur et le traitement des résultats est effectué à l'aide du logiciel TestXpert. La vitesse d'essai est réglée à 100 mm/min [13].



**FIG. 1:** Forme des éprouvettes découpées : (a) 3 cylindres concentriques usinés, (b) Eprouvettes standards, (c) Eprouvette de rupture (SENT).

Dans le but d'obtenir des informations sur la physique des échantillons prélevés de trois couches des analyses sur DSC ont été effectuées. Ceci a permis de connaître au niveau de chaque couche en particulier la température de fusion ( $T_f$ ), l'épaisseur des cristallites ( $L_c$ ) et le taux de cristallinité ( $X_c$ ). Les mesures ont été effectuées à l'aide d'un analyseur enthalpique différentiel de type Setaram LABSYS (Intervalle de température : 0-1600°C). Des masses de HDPE de 6 mg sont chauffées dans des creusets en aluminium de 30 à 160°C avec une vitesse de 10 °C.min<sup>-1</sup>.

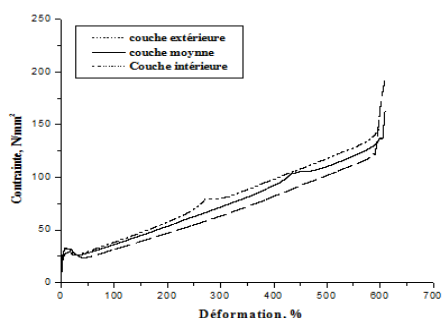
### 2.2.2 Essais de rupture

Les éprouvettes d'essais de traction à entaille latérale (SENT) de dimensions 120x20x3 mm<sup>3</sup> sont découpées dans le sens de l'extrusion et à travers la paroi du tube. Il est à noter que les dimensions sont proportionnelles à la largeur  $W$  qui est de 20 mm. La fissure est réalisée par un cutter dont le ratio (profondeur/largeur :  $a/W$ ) varie entre  $0,05 < a/W < 0,45$ . Les essais de rupture ont été effectués à la température ambiante et à une vitesse de 10 mm/min.

## 3 Résultats et Discussions

Les courbes de comportement contrainte-déformation obtenues expérimentalement pour les trois couches (extérieure, moyenne et intérieure) sont illustrées dans la Figure 2. Ces courbes sont globalement similaires et le Tableau 1 regroupe les valeurs expérimentales moyennes des caractéristiques mécaniques essentielles. Il est observé que les valeurs des modules d'élasticité et des

contraintes aux seuils d'écoulement diminuent de l'intérieur vers l'extérieur du tube (à travers la paroi). Par contre, une augmentation de la déformation au seuil d'écoulement de l'intérieur vers l'extérieur est notée.



**FIG.2:** Courbes de comportement contrainte- déformation du HDPE.

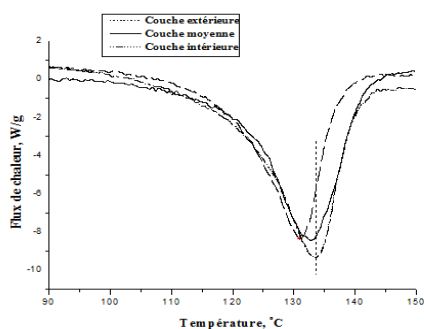
Propriétés	Couche		
	Extérieure	Moyenne	Intérieure
E (N/mm <sup>2</sup> )	983	1220	1270
$\sigma_e$ (N/mm <sup>2</sup> )	29.37	32.5	32.9
$\varepsilon_{\sigma_e}$ (%)	13.9	12.3	10.99
$\varepsilon_{rup}$ (%)	589.04	571.6	556.8

**Tab.1:** Quelques caractéristiques mécaniques.

Ces propriétés mécaniques sont en bon accord avec celles trouvées dans la littérature [13,14]. Ceci est expliqué par l'évolution de la cristallinité puisque le processus de fabrication implique un refroidissement différentiel et aussi une génération de contraintes résiduelles. La Figure 3 montre les courbes de DSC de fusion des trois couches (extérieure, moyenne et intérieure) de tube HDPE-100. La température de fusion de la couche extérieure est de 130,9 °C qui reste largement inférieure à celles des couches moyenne et interne (respectivement : 132,8 °C et 133,5 °C). Il ressort de ces résultats que la température de fusion est fonction de la perfection des cristallites qui est évolutive de la couche externe vers la couche interne au niveau morphologique. La valeur de l'épaisseur cristalline  $L_c$  est calculée en exploitant les résultats des mesures obtenues à partir des thermo-grammes, par le biais de l'équation (1) [15]. Le Tableau 2 récapitule les valeurs physiques calculées.

$$L_c = \frac{2\sigma_e T_m^0}{\Delta h_f (T_m^0 - T_m)} \quad (1)$$

avec  $\sigma_e$  : l'énergie libre de surface des lamelles cristallines (pour le HDPE :  $\sigma_e = 9 \times 10^{-6}$  J/cm<sup>2</sup>),  $T_m^0$  : la température de fusion d'un cristal parfait et infiniment grand ( $T_m^0 = 418$  K).



**FIG.3:** Thermo-grammes de fusion de trois couches.

Paramètres	Couche		
	Extérieure	Moyenne	Intérieure
$T_f$ (°C)	130.99	132.8	133.50
$\Delta H_f$ (J/g)	110.118	123.12	133.47
$X_c$ (%)	37.97	42.45	46
$L_c$ (nm)	18.33	21.01	22.35

**Tab.2 :** Valeurs des paramètres physiques.

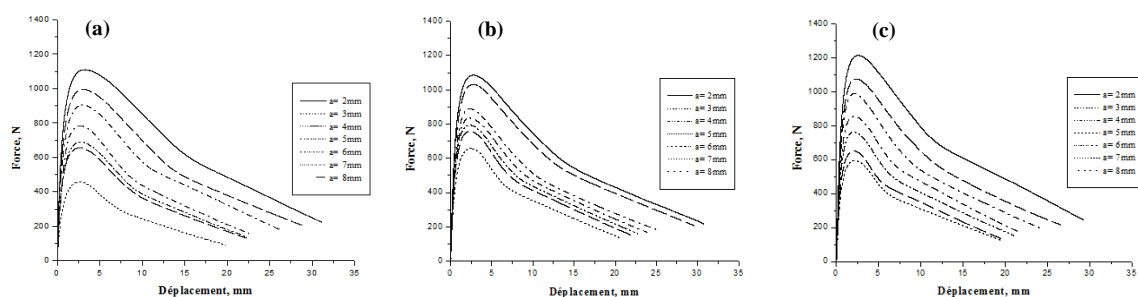
Le taux de cristallinité peut alors être calculé par la relation (2) [16]:

$$X_c = \frac{\Delta H_F}{\Delta H_F^0} \quad (2)$$

avec  $\Delta H_F$  : l'enthalpie de fusion spécifique du matériau quantifiée par l'aire sous la courbe et par la température de pic de fusion  $T_f$ ,  $\Delta H_F^0$  : l'enthalpie de fusion du polymère totalement cristallin.

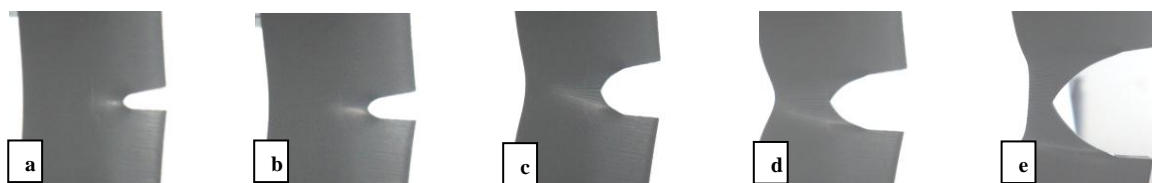
La valeur de l'épaisseur cristalline augmente environ de 18% de l'extérieur vers l'intérieur du tube. Cela est probablement dû au gradient de température généré lors de la fabrication du tube à partir de la matière fondue. L'épaisseur cristalline est autant plus élevée que la vitesse de refroidissement est faible.

La figure 4 montre les courbes expérimentales force-déplacement obtenues lors d'un essai de traction à vitesse constante pour différentes longueurs de fissure et pour différentes couches (extérieure, moyenne et intérieure). Les courbes ont la même allure, la forme de ces courbes confirme une rupture ductile du HDPE-100. Dans ce mode de rupture la courbe charge-déplacement indique une charge qui décroît lentement au delà d'une force maximale, ce qui implique que la propagation de la fissure est généralement stable et se propage dans le sens perpendiculaire à la charge appliquée avec un amincissement prononcé (Thinning). La force maximale diminue quand la profondeur de la fissure augmente. L'allure des courbes ne change pas quand la longueur du ligament diminue. Cela signifie que le mode de rupture des éprouvettes est indépendant de la longueur du ligament.



**FIG.4** : Courbes expérimentales force-déplacement,  $V=10\text{mm/min}$ ,  
a) couche extérieure, b) couche moyenne et c) couche intérieure.

Une séquence d'images retrace le déroulement de l'essai de rupture (Figure 5). L'observation des éprouvettes pendant l'essai a fait donner les observations des événements successifs suivants: (i) l'ouverture et l'émoussement de l'extrémité initiale de la fissure Figure (5a) avec émergence d'une zone d'endommagement quasiment triangulaire de couleur blanchâtre, (ii) amorçage de la fissure avant que le ligament ne soit complètement plastifié (Figure 5b), (iii) développement de la plastification en tête de la fissure et précède cette dernière lors de la propagation (Figure 5c), (iv) la plastification complète de la longueur du ligament avec la formation de la striction (Figure 5d) et cisaillement ductile du ligament, (v) étirage plastique et propagation rapide de la fissure (Figure 5e).



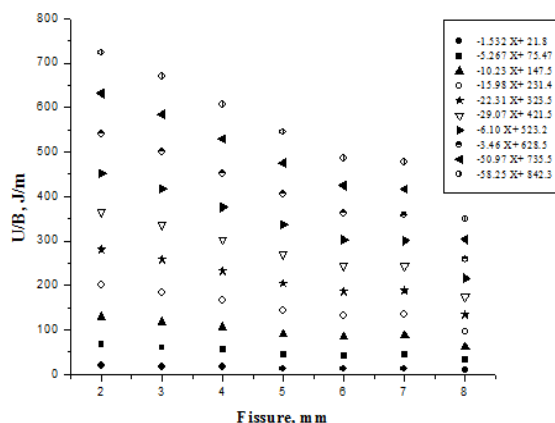
**FIG. 5:** Déroulement de l'essai de rupture.

L'intégrale J, définie par la relation (3), est approchée dans cette étude par la méthode de Begley-Landes [9] :

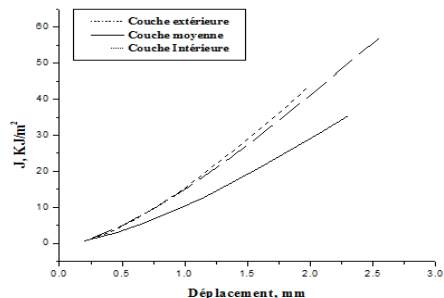
$$J_I = -\frac{1}{B} \frac{dU}{da} \quad (3)$$

où  $dU/da$  est la variation de l'énergie potentielle par rapport à l'extension de la fissure, B est l'épaisseur initiale de l'éprouvette. L'énergie potentielle est équivalente à l'aire sous la courbe charge-déplacement.

A partir de ces courbes (Figure 4), l'énergie de déformation potentielle (U à déplacement donné) est calculée jusqu'à la valeur du déplacement critique (point d'amorçage de la fissure). Dans ce cas de figure, il est approximé par le point de la charge maximale. Ensuite, les courbes d'énergie par unité d'épaisseur en fonction de la longueur de la fissure pour chaque déplacement (d) sont construites comme indiqué dans la Figure 6. Les courbes obtenues sont lissées par des fonctions linéaires. Les pentes de ces courbes permettent de tracer la variation de l'intégrale J en fonction de l'incrément d comme illustré dans la Figure 7.

**FIG.6:** Energie de déformation en fonction de la longueur de la fissure pour un déplacement d constant (Cas de la couche extérieure).

Les courbes de l'intégrale J en fonction de déplacement présentent une forme exponentielle. Les valeurs de  $J_{IC}$  obtenues pour la couche extérieure et la couche intérieure sont respectivement  $58.25 \text{ kJ/m}^2$  et  $43.90 \text{ kJ/m}^2$ .

**FIG.7:** Evolution de l'intégrale J en fonction du déplacement d pour les 3 couches.

Couche	Allongement minimal à $F_{max}$ (mm)	$J_{IC}$ ( $\text{kJ/m}^2$ )	$R^2$
Extérieure	2.6	58.25	0.972
Moyenne	2.3	35.38	0.974
Intérieure	2	43.9	0.978

**Tab. 3:** Valeurs de  $J_{IC}$  pour les 3 couches du tube. ( $R^2$  : coefficient de détermination)

Le Tableau (3) montre que pour chaque couche correspond un déplacement minimal d'amorçage de la fissure. Les valeurs des ténacités expérimentales ont montré que la couche extérieure résiste mieux à la propagation de la fissuration par rapport à la couche intérieure. Ce résultat peut être expliqué d'une part par la densité des molécules de liaison (transmetteurs de contraintes) qui sont supposées avoir une grande influence sur les propriétés mécaniques du polyéthylène puisqu'ils ont la charge de transmettre les contraintes entre la phase amorphe et la phase cristalline. En outre, plus la cristallisation est rapide, plus la densité de molécules liens (Ties molecules) est élevée. A l'inverse, une cristallisation lente à partir du fondu permet un meilleur repliement des chaînes et une meilleure organisation de la structure. Ainsi, peu de lamelles croissent en parallèle et donc les molécules ont peu de chance de traverser deux lamelles voisines. Cela a pour conséquence de réduire fortement la densité de molécules liens [16,17]. D'après Lu et Brown [18], la densité de molécules de liaison augmente dès lors que l'épaisseur cristalline diminue. Dans son travail, L. Hubert [4] montre que la cristallisation isotherme à haute température a un effet néfaste sur la formation de molécules de liaison, à cause d'un meilleur repliement régulier. En outre, la valeur de l'épaisseur cristalline est d'autant plus élevée que la vitesse de refroidissement est faible, à partir du fondu. Il a été souligné que le nombre de liaisons moléculaires est important pour déterminer la vitesse de la propagation de fissure [17]. Il a été rapporté que le nombre de molécules de liaison contrôle le taux de propagation lente de fissure (SCG) et implique le désenchevêtrement des fibrilles dans la craquelure [18]. Min Nie et al. [15] ont étudié la formation et l'évolution de la structure hiérarchique du tube en polyéthylène lors de procédé d'extrusion. Ils ont constaté que le refroidissement lent de la couche intérieure conduit à la création d'une faible densité des molécules de liaison dans cette couche et par conséquent une moindre résistance à la propagation de fissure. D'autre part, le rôle des contraintes résiduelles sur la durée de vie des tubes en PE est aussi déterminant : si les contraintes résiduelles sont compressives (négatives), l'effet est bénéfique car elles activent en réduisant la charge produite par la pression, cependant, si elles sont de traction (positives), l'effet est défavorable car elles accentuent la contraintes appliquées. Ces variations de propriétés ont déjà été présentées en termes de propriétés mécaniques usuelles et cette étude montre que l'extension vers d'autres propriétés plus complexes (comme  $J_{IC}$ ) est possible. Aussi, il est clair que cette étude ouvre les perspectives pour fabriquer des tubes en HDPE en multicouches issues du même matériau et auquel des propriétés spécifiques peuvent être choisies (ou commandées) suivant l'agressivité et la nature du milieu externe et/ou interne.

## 4 Conclusion

Cette étude a montré qu'il est possible d'accéder expérimentalement à la valeur de  $J_{IC}$  à travers la paroi d'un tube en HDPE-100 représentée par 3 couches (extérieure, moyenne et intérieure). Les résultats indiquent que  $J_{IC}$  varie d'environ 25% entre la couche extérieure et la couche intérieure ; alors que la couche moyenne a enregistré la valeur la plus petite (35,38 kJ/m<sup>2</sup>). Ces variations sont conformes avec les hétérogénéités des propriétés mécaniques observées dans la littérature pour le module d'élasticité, les contraintes limites et les déformations lors d'essais monotones de traction. Les causes de ces distributions des propriétés sont imputées aux conditions de fabrication des tubes HDPE (variation de la cristallinité et distribution des contraintes résiduelles). Enfin, cette étude ouvre la voie vers la réflexion sur la recherche d'une meilleure résistance des tube HDPE par le biais des procédés faisant appel à la fabrication de tubes en multicouches issues du même matériau et auquel des propriétés spécifiques seront adjointes sur la face externe et/ou la surface interne.

## Références

- [1] A. Frank, G. Pinter, R.W. Lang, Prediction of the remaining lifetime of polyethylene pipes after up 30 years in use, *Polymer Test* 28 (2009) 737-745
- [2] K. Chaoui, R. Khelif, N. Zeghib, A. Chateaneuf, Failure Analysis of Polyethylene Gas pipes Safety, Reliability and Risks Associated with Water. In *Oil and Gas Pipelines*, Pluinage, G., Elwany, M.H., Eds, Springer Netherlands, (2008), pp. 131-163
- [3] S. Humbert, O. Lame, G.Vigier, Polyethylene yielding behaviour: What is behind the correlation between yield stress and crystallinity, *Polymer* 50 (2009) 3755-3761
- [4] L. Hubert, R. Séguéla, G.Vigier, C. Degoulet, Y. Germain, Physical and mechanical properties of polyethylene for pipes in relation to molecular architecture. I. Microstructure and crystallization kinetics, *Polymer* 42 (2001), 8425-8434
- [5] K. Rajendra Krishnaswamy, analysis ductile and brittle failures from creep rupture testing of high-density polyethylene HDPE pipes, *Polymer* 46 (2005), 11664-11672
- [6] H. B. H Hamouda, M. Simoes-betbeder, F. Grillon, P. Blouet ,N. Billon, R. Piques, Creep damage mechanisms in polyethylene gas pipes, *Polymer* 42 (2001), 5425-5437
- [7] J.G. Christopher Plummer, Anne Glodberg, Antoine Ghanem, Micromechanisms of slow crack growth in polyethylene under constant tensile loading, *Polymer* 42 (2001),9551-9564
- [8] A. Benhamena, L. Aminallah, B. Bachir Bouiadjra, M. Benguediab, A. Amrouche, N. benseddiq, J integral solution for semi-elliptical surface crack in high density poly-ethylene pipe under bending, *Material and Design* 32(2010), 2561-2569
- [9] J.J. strebel, V. Chellappa, A. Moet, Evaluation of  $J_{IC}$  for thin polyethylene specimens, *Int. Journ. of Fracture* 48 (1991), 47-50
- [10] M. Elmeguenni, M. Naït-Abdelaziz, F. Zaïri, J. M. Gloaguen, Fracture characterization of high-density polyethylene pipe materials using the J -integral and the essential work of fracture, *Int. J. Fracture* 183 (2013), 119-133
- [11] M.A.A. Tarek EL-Bagory, E.M. Hossam Sallam, Effect of strain rate, thickness, welding on the J–R curve for polyethylene pipe materials, *Theoretical and Applied Fracture Mechanics* 74 (2014), 164-180
- [12] K. Chaoui, A. Moet, A. Chudnovsky, Strain Gage Analysis of Residual Stress in Plastic Pipes, *J. Test. & Eval.* , JTEVA, ASTM, 16(3), 1988, pp. 286-290.
- [13] L. Alimi, W. Ghabeche, W. Chaoui, K. Chaoui, Mechanical properties study in extruded HDPE-80 pipe wall used for natural gas distribution, *Matériaux & Techniques* 100 (2012), 79-86
- [14] N. Kiass, R. Khelif, L. Boulanour, K. Chaoui, Experimental Approach to Mechanical Property Variability through a High-density Polyethylene Gas Pipe Wall, *J. Appl. Polymer Sci.* 97(2005), 272-281
- [15] M. Nie, Q. Wang, S. Bing Bai, Z. Li, A. Huang, The Formation and Evolution of Hierarchical structure of Polyethylene Pipe during Extrusion Processing, *Journal of Macromolecular Science* (2014), Part B: Physics 53, 205-216
- [16] S. Humbert, Influence de la topologie moléculaire et de la microstructure sur les propriétés mécaniques des Polyéthylènes, Thèse, Université INSA de Lyon, 2009
- [17] A. Lustiger, N. Ishikawa, An analytical technique for measuring relative tie-molecule concentration in polyethylene, *J.Polym.Sci., Part B: Polym.Phys* 29 (1991), 1047
- [18] X. Lu, R. Qian and N. Brown, the effect of crystallinity on fracture and yielding of polyethylenes, *Polymer* 36(22) (1995), 4239-4244