

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
République Algérienne Démocratique et Populaire
وزارة التعليم العالي و البحث العلمي
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université MUSTAPHA Stambouli

Mascara



جامعة مصطفى أسطبولي
معسكر

Faculté des sciences et technologies

Département de Génie Mécanique

THÈSE

Présentée par :

DJILALI BOUHA

Pour l'obtention du Diplôme de:

DOCTORAT EN SCIENCES

Spécialité : Génie Mécanique

Option : Mécanique des Matériaux et structures

THÈME

Étude du comportement mécanique d'une plaque en PEHD soudée

Devant le jury :

Président : Pr. Merdji Ali

Encadreur : Pr. Ould Chikh El Bahri

Co-Encadreur : Pr. Meddah Hadj Miloud

Examineur : Pr. Bouchouicha Benattou

Examineur : Pr. Miloudi Abdelkader

Université de Mascara

Université de Mascara

Université de Mascara

Université de Sidi Bel Abbès

Université de Sidi Bel Abbès

Le...../...../ 2023

*D*édicace

*Je dédie cette thèse de doctorat à ma famille et à tous ceux qui m'ont encouragé,
notamment auprès desquels j'ai appris l'esprit du travail expérimental.*

R*emerciements*

Tout d'abord, Je tiens à remercier mes professeurs :

- Professeur El Bahri Ould Chikh, qui a supervisé ma thèse en orientation théorique.

Merci de m'avoir donné l'opportunité de travailler sur ce sujet de thèse. Durant votre mentorat, J'ai beaucoup appris de vous, que ce soit d'un point de vue technique, dans l'article scientifique, ou sur la manière de mener à bien un projet de recherche. Je tiens également à vous remercier pour votre gentillesse et votre soutien ;

- Professeur Hadj.M. Meddah, directeur de ma thèse sur l'aspect pratique. Merci également de m'avoir permis de travailler sur cette thèse. J'ai beaucoup appris sur l'application et l'expérimentale. Vous m'avez constamment poussé à avancer tout au long de ma thèse et de mes articles scientifiques. Au début c'était difficile, mais ensuite j'ai réalisé qu'il fallait que je m'améliore. Merci de m'avoir inculqué cet état d'esprit.

Ensuite, mes premiers remerciements vont aux membres du jury pour le temps et l'énergie qu'ils ont consacrés à évaluer mon travail :

- Professeur Merdji Ali, pour avoir présidé ce jury. Cela a été un grand honneur.

- Professeur Bouchouicha Benattou, pour avoir accepté d'examiner mon travail. Je vous remercie pour l'intérêt que vous avez porté à cette thèse et pour les discussions que nous aurons.

- Professeur Miloudi Abdelkader, pour avoir accepté d'examiner mon travail. Merci pour avoir pris place dans ce jury.

Je tiens également à remercier :

- Les membres du groupe Chiali ainsi que le personnel et les ingénieurs du laboratoire du groupe précité, que j'ai pu rencontrer et effectuer des travaux d'essais sous leur supervision.

- Tout les membres actuels ou anciens du hall de génie mécanique et des autres laboratoires d'université de Mascara

- Doctorant, Abdallah. Kaou, mon partenaire dans cette thèse et les articles scientifiques. J'ai passé un bon moment avec vous pendant le travail expérimental. Je vous souhaite à tous du succès dans vos études.

Je remercie également, Moulay Ali Boudjellel, votre expertise dans tous les domaines a été poussée notamment dans le domaine de la rédaction d'articles scientifiques, indispensables à mes travaux de recherche. Elle m'a appris à utiliser les instruments d'analyse et les machines en laboratoire, et surtout à interpréter correctement les résultats. Merci pour toutes ces connaissances.

Enfin, j'adresse mes derniers remerciements à mes amis, ma famille, pour leur soutien. En particulier, je souhaiterais remercier :

- Mes parents, pour leur soutien, en particulier mon père. Je vous remercie également pour l'éducation que vous m'avez donnée, On ne t'oubliera jamais maman merci pour toujours

- Ma conjointe, Merci pour vos encouragements et votre soutien continu pour moi.

Résumé

Le soudage des polymères par la technique de soudage par friction malaxage (FSW) est un procédé d'assemblage parmi plusieurs techniques d'assemblage connues qui consiste à souder deux matériaux sans apport de matériau. Le procédé FSW est basé sur la génération de chaleur due au frottement et à la déformation du matériau sous une force axiale. Parmi les principaux aspects affectant le flux de matière, le choix de la géométrie de l'outil de soudage est devenu d'un grand intérêt pour améliorer la qualité des soudures. L'objectif principal de ce travail est de souder des polymères en utilisant l'une des techniques FSW. Une nouvelle méthode de soudage des plaques en PEHD (polyéthylène haute densité), appelée BT-FSW (Bobbin tool) a été développée. La forme rectangulaire standard extraite des tubes de distribution de gaz naturel a été soudée avec succès par BT-FSW. Des essais de traction et des mesures de dureté ont été effectués sur des échantillons découpés dans les plaques soudées et les résultats ont été analysés pour comparer les caractéristiques mécaniques des plaques soudées par les procédés BT-FSW et FSW conventionnel (C-FSW). Les résultats des études comparatives sur les caractéristiques de micro-dureté et les propriétés mécaniques des deux procédés de soudage indiquent que le soudage à l'aide de l'outil BT-FSW peut réduire considérablement la dureté et améliorer à la fois la formation de la soudure et les propriétés mécaniques des joints. Cette étude a montré que la conception de l'outil de soudage a un impact important sur la résistance de la soudure. Une amélioration des propriétés mécaniques des éprouvettes soudées par BT-FSW a été observée pour donner une meilleure qualité de soudage pour les polymères étudiés.

Mots-clés : Soudage par friction-malaxage (FSW) ; PEHD polymère ; Outil de soudage ; Micro-dureté ; Géométries d'outils ; Bobbin tool, Essai de traction.

Abstract.

Welding polymers by the friction stir welding (FSW) technique is one assembly process among several known assembly techniques which consists in welding two materials without filler material. The FSW process is based on the generation of heat due to friction and material deformation under an axial force. Among the main aspects affecting material flow, the choice of welding tool geometry has become of great interest to improve the welds quality. The main objective of this work is to weld polymers using one of the FSW techniques. A new method of welding HDPE (high density polyethylene) plates, called BT-FSW (bobbin tool friction stir welding) was developed. Standard rectangular shape intended for the distribution of natural gas has

been successfully welded by BT-FSW. Tensile tests and hardness measurements were carried out on samples cut from the welded sheets and the results were analyzed to compare the mechanical characteristics of the plates welded by the BT-FSW and conventional FSW (C-FSW) processes. The results of the comparative studies on the micro-hardness characteristics and mechanical properties of the two welding processes indicate that welding using the bobbin tool can significantly reduce hardness and improve both weld formation and mechanical properties of joints. This study showed that the design of the welding tool has a big impact on the weld strength. An improvement in the mechanical properties of the specimens welded by BT-FSW was observed to give a better welding quality for the polymers studied.

Keywords: Friction stir welding (FSW); Polymer HDPE; Welding tool; Microhardness; Tool geometries; Bobbin tool FSW, Tensile test.

الملخص

يعتبر لحام polymères بتقنية لحام التحريك الاحتكاكي (FSW) عملية تجميع واحدة من بين العديد من تقنيات التجميع المعروفة والتي تتكون من لحام مادتين دون إضافة مادة أخرى. تعتمد عملية FSW على توليد الحرارة بسبب الاحتكاك وتشوه المادة تحت قوة محورية. من بين الجوانب الرئيسية التي تؤثر على تدفق المواد ، أصبح اختيار هندسة الأداة ذا أهمية كبيرة لتحسين جودة اللحام. الهدف الرئيسي من هذا العمل هو لحام البوليمار باستخدام إحدى تقنيات FSW. تم تطوير طريقة جديدة للحام ألواح HDPE ، تسمى BT-FSW (باستخدام أداة البكرة). الشكل المستطيل القياسي المستخرج من أنابيب توزيع الغاز الطبيعي تم لحامه بنجاح بواسطة BT-FSW. تم إجراء اختبارات الشد وقياسات الصلابة على العينات المقطوعة من الألواح الملحومة وتم تحليل النتائج لمقارنة الخصائص الميكانيكية للألواح الملحومة بواسطة BT-FSW وعمليات FSW التقليدية (C-FSW). تشير نتائج الدراسات المقارنة حول خصائص الصلابة الدقيقة والخصائص الميكانيكية لعمليتي اللحام؛ أن اللحام باستخدام أداة البكرة يمكن أن يقلل بشكل كبير من الصلابة ويحسن تكوين اللحام والخصائص الميكانيكية للمناطق التلحيم. أظهرت هذه الدراسة؛ أن تصميم الأداة له تأثير كبير على قوة اللحام حيث لوحظ تحسن في الخواص الميكانيكية للعينات الملحومة بواسطة BT-FSW إلى جانب جودة لحام أفضل للمواد المدروسة مقارنة بالعينات الملحومة بواسطة C-FSW.

الكلمات الرئيسية: لحام الضجة الاحتكاكية (FSW) ؛ polymère HDPE ؛ أداة اللحام ؛ الصلابة ؛ هندسة أداة البكرة (Bobbin) ؛ اختبارات الشد.

Table des Matières

Remerciements

Résumé

Table des Matières

Listes des symboles et des abréviations

Liste des Figures, Graphiques et Tableaux

Introduction Générale	05
Chapitre I : Synthèse Bibliographique des Polymères.....	08
I.1. Introduction.....	08
I.2. Généralités sur les polymères.....	09
I.3. Différents types de polymérisation	10
I.3.1. Polymérisation en chaîne.....	10
I.3.2. Polymérisation par addition.....	11
I.3.3. Polymérisation par condensation.....	11
I.4. Structure des polymères.....	13
I.4.1 Polymères linéaires.....	13
I.4.2 Polymère ramifié.....	13
I.4.3 Polymère réticulé.....	14
I.5. Classification des polymères.....	14
I .5.1. Les thermodurcissables.....	15
I .5.2. Élastomères.....	15

I.5.3. Les thermoplastiques.....	16
I.6. Les type de polymères.....	17
I.6.1. Polymère amorphe.....	17
I.6.2 Comportement microscopique de la phase amorphe.....	18
I.6.3. Polymère cristallin.....	19
I.6.4. Comportement microscopique de la phase cristalline.....	20
I.6.5. Morphologie des arrangements de cristaux (le sphérolites).....	21
I.6.6. Comportement microscopique de la structure sphérolitique.....	22
I.6.7. Le taux de cristallinité.....	25
I.6.8.Degré de Polymérisation et Masse Moléculaire.....	26
I.7.Comportement mécanique des polymères.....	27
I.7.1 Effet de la température.....	27
I.7.2. Dépendance au temps.....	28
I.8. Propriétés thermiques et électriques.....	31
I.8.1. Résistance au feu.....	31
I.8. 2. Apparence.....	32
I.9. Le Polyéthylène.....	33
I.10. Classification des polyéthylènes.....	34
I.11. Synthèse et procédés de Polymérisation.....	34
I.12. Procédés de polymérisation.....	34
I.13. Le Polyéthylène Haute Densité.....	36

I.14. Présentations commerciales de PEHD.....	37
I.15. Mise en œuvre.....	38
I.16. Cristallisation de PE.....	39
I.16.1. Mécanismes de cristallisation.....	40
I.16.1.1. <i>Germination</i>	40
I.16.1.2. <i>Croissance</i>	41
I.17. Influence des paramètres moléculaires sur la cristallisation de PE.....	43
I.18. Comportement mécanique du polyéthylène.....	44
I.19. Conclusion.....	47
<i>Chapitre II : Le soudage par Friction-Malaxage</i>	49
II.1. Introduction.....	49
II.2. Principe du soudage par friction-malaxage.....	50
II.3. Génération de chaleur au cours du soudage.....	52
II.4. Sources de chaleur en FSW.....	53
II.5. Les paramètres du procédé FSW.....	54
II.6. Caractéristiques d'un joint soudé.....	59
II.6.1. Microstructure.....	59
II.6.2. Écoulements de matière.....	61
II.7. FSW Bobbin Tool.....	63
II.7.1. Principe général.....	64
II.7.2. Conception et classification des outils double épaulements.....	66

II.7.2.1.Outil BT-FSW à écart fixe (<i>Fixed Gap Bobbin Tool</i>)	66
II.7.2.2. Outil BT-FSW à écart réglable (<i>Adjustable Gap Bobbin Tool</i>).....	67
II.7.2.3.Outils BT-FSW à double rotation (<i>Dual-Rotation Bobbin Tool</i>).....	69
II.7.2.4.Outil BT-FSW à épaulement stationnaire.....	70
II.7.3.Différences entre BT-FSW et FSW conventionnel	72
II.7.4.Avantages du BT-FSW.....	73
II.8.Progrès de la recherche sur FSW des polymères.....	74
II.9.Caractéristique mécanique d'un joint FSW.....	77
II.10.Microdureté d'un joint FSW.....	78
II.11.Conclusion.....	82
Chapitre III : Méthodologie expérimentale	84
III.1.Introduction	84
III.2.Objectifs et organisation du travail expérimental.....	86
III.3. Matériau et équipements utilisés dans ce travail.....	86
III.3.1.Matériaux étudiés.....	86
III.3.2.Préparation des plaques	87
III.4.Moyens de soudage.....	89
III.5.Outils de soudage.....	91
III.6.Protocole de soudage.....	95
III.6.1.1.Expériences secondaires (complémentaires).....	95
III.6.1.2.Domaine de soudabilité et définition de la soudabilité.....	96

III.6.1.3.Cas de non soudabilité.....	98
III.6.2 Soudage des plaques PEHD.....	98
III.7. Caractérisation mécanique.....	99
III.7.1.Chargement uni-axial : traction simple.....	100
III.7.1.1.Choix des éprouvettes.....	100
III.7.1.2.Usinage des éprouvettes.....	101
III.7.1.3.Machines de traction.....	103
III.7.2.L'essai de résilience Charpy.....	104
III.7.2.1.Choix des éprouvettes.....	105
III.7.2.1.a. Éprouvettes sans entaille (sans défaut de surface).....	106
III.7.2.1.b. Éprouvettes avec entaille.....	106
III.7.2.2.Machine d'essais.....	107
III.7.3. Essai de dureté.....	110
III.7.3.1.Micro-dureté.....	110
III.7.3.2.Préparation des spécimens.....	111
III.7.3.3.Exécution de l'essai.....	112
III.7.3.4.Mesures et filiations de micro dureté.....	112
III.8.Analyse et interprétation des résultats.....	113
III.8.1.Traction	113
III.8.2.Essai De Charpy	120
III.8.3.Résultats essai de Dureté	125

III.9. Conclusions.....	132
Conclusion Générale et Perspectives.....	134
Références Bibliographiques.....	136

Listes des symboles et des abréviations

Symboles	Significations
χ	Pourcentage de cristallinité
x_c	Le taux de cristallinité s'exprime en masse
v_c	Le taux de cristallinité s'exprime en volume
M_C	La masse de la phase cristalline
V_C	Le volume de la phase cristalline
M	La masse de l'échantillon (la masse moléculaire)
V	Le volume de l'échantillon.
M_w	La masse moléculaire moyenne de toutes les macromolécules
M_n	La masse moléculaire majoritaire dans le mélange.
N_i	Le nombre de chaînes
σ_0	La contrainte de maintien
G	La vitesse de croissance
$G \propto i$	La vitesse de dépôt des germes secondaires
ε_{rel}	Le temps de fluage
ε_{tot}	La déformation totale
$E_f(t)$	Module de fluage
f	Facteur de pourcentage d'énergie transformé en chaleur
$\bar{\sigma}$	La contrainte équivalente
$\dot{\varepsilon}$	Le taux de déformation équivalente
$q(r)$	Le flux surfacique
$P_{av}r$	La puissance moyenne fournie à l'outil
$r_{\text{épaulement}}$	Le rayon de l'épaulement
r_{pion}	Le rayon du pion
H	Hauteur du pion
ω	La vitesse angulaire
τ_{contact}	La contrainte de cisaillement
q_{total}	La quantité de chaleur totale
q	La source de chaleur surfacique
V_g	La vitesse de glissement entre la matière et l'outil
τ	La contrainte tangentielle
V_a	La vitesse d'avance
V_r, N	La vitesse de rotation
F_z	La force axiale
α_{outil}	Angle d'inclinaison de l'outil
$R = V_a / N$	Le Rapport Avance par Tour

<i>K_v</i>	<i>L'énergie absorbée</i>
<i>K_{v moy}</i>	<i>Énergie Moyenne</i>
<i>K_{CV}</i>	<i>La résilience</i>
<i>K_{CV Moy}</i>	<i>Résilience Moyenne</i>
<i>U_c</i>	<i>Le travail de rupture</i>

Abréviations d'origine Anglophone / Francophone

<i>DP</i>	<i>Le degré de polymérisation</i>
<i>MFR</i>	<i>L'indice de fluidité à chaud (Mass Flow Rate)</i>
<i>T_g</i>	<i>Température de transition vitreuse</i>
<i>T_f</i>	<i>Température de fusion</i>
<i>PE</i>	<i>Le polyéthylène (sigle générique PE)</i>
<i>MDPE</i>	<i>Medium density polyethylene (Polyéthylène à moyenne densité)</i>
<i>HDPE</i>	<i>High-density polyethylene (Polyéthylène à haute densité)</i>
<i>LDPE</i>	<i>Low-density polyethylene (Polyéthylène à basse densité)</i>
<i>LLDPE</i>	<i>Linear low-density polyethylene (Polyéthylène linear à basse densité)</i>
<i>PEX</i>	<i>Polyéthylène réticulé (cross-linked polyethylene)</i>
<i>HDXLPE</i>	<i>Polyéthylène réticulé à haute densité (high density cross-linked polyethylene)</i>
<i>MDPE</i>	<i>Polyéthylène à moyenne densité (Medium Density Polyethylene)</i>
<i>VLDPE</i>	<i>Polyéthylène à très basse densité (Very Low Density Polyethylene)</i>
<i>ABS</i>	<i>Acrylonitrile Butadiene Styrene</i>
<i>PP</i>	<i>Le polypropylène</i>
<i>PS</i>	<i>Le polystyrène</i>
<i>SDR</i>	<i>Rapport de Diamètre Standard (Standard Diameter Ratio)</i>
<i>DSO</i>	<i>Le domaine de soudabilité opératoire</i>
<i>FSW</i>	<i>Friction Stir Welding (soudage par friction malaxage)</i>
<i>C-FSW</i>	<i>FSW conventionnel</i>
<i>CT-FSW</i>	<i>FSW Conventional Tool</i>
<i>BT-FSW</i>	<i>Soudage FSW avec l'outil à deux épaulements (Bobbin Tool)</i>
<i>FSW Bobbin Tool (FSSW)</i>	<i>FSW avec l'outil à deux épaulements (Bobbin Tool) Friction Stir Spot Welding.</i>
<i>(i-FSW)</i>	<i>FSW Conventional Heated Tool</i>
<i>T7 et T9</i>	<i>Outils pour C-FSW</i>
<i>T_C</i>	<i>Outil pour C-FSW</i>
<i>T_{CER}</i>	<i>Outil de canette à écart réglable</i>
<i>T_{EF}</i>	<i>Outil à bobine à espace fixe (Une bobine fixe).</i>
<i>DBT</i>	<i>Outil BT-FSW à double rotation (Dual-Rotation Bobbin Tool)</i>
<i>Gap</i>	<i>Écart</i>

<i>LS,</i>	<i>L'épaulement Inférieur</i>
<i>US</i>	<i>L'épaulement Supérieur</i>
<i>RS</i>	<i>Côté Reculant (Retreating Side)</i>
<i>AS</i>	<i>Côté Avançant (Advancing Side)</i>
<i>BM (MB)</i>	<i>Base Metal (Métal De Base)</i>
<i>ZAT (HAZ)</i>	<i>Zone Affectée Thermiquement (Heat Affected Zone)</i>
<i>ZF (MZ / FZ)</i>	<i>Zone de Fusion (Melt-Pool Zone / Fusion Zone)</i>
<i>D (NS)</i>	<i>Noyau Soudé (Nugget)</i>
<i>ZATM (TMAZ)</i>	<i>Zone Affectée Thermo-Mécaniquement (Thermo Mechanically Affected Zone)</i>
<i>TWI</i>	<i>The Welding Institute</i>
<i>MSFC</i>	<i>Marshall Spaceflight Center</i>
<i>MIG/MAG (GMAW)</i>	<i>Metal Inert/Active Gas (Gas Metal Arc Welding)</i>
<i>TIG (GTAW)</i>	<i>Tungsten Inert Gas (Gas Tungsten Arc Welding)</i>
<i>CND</i>	<i>Contrôle Non Destructif</i>
<i>EpNSR et EpNSP</i>	<i>Éprouvette de traction non soudée</i>
<i>EpR et EpP</i>	<i>Éprouvette de traction soudée par BT-FSW</i>
<i>EpP C-FSW et EpR C-FSW</i>	<i>Éprouvettes soudés par C-FSW</i>
<i>DL</i>	<i>Direction longitudinale</i>
<i>DT</i>	<i>Direction transversale</i>

Normes

<i>AFNOR NF</i>	<i>Norme française</i>
<i>ASTM</i>	<i>American Society of Testing Materials (États-Unis)</i>
<i>ISO</i>	<i>Normalisation internationale (International Standardization Organization)</i>
<i>EN</i>	<i>Norme européenne</i>
<i>DIN</i>	<i>Norme d'Allemagne</i>

Liste des Figures, Graphiques et Tableaux

Chapitre I

Figure I.1	<i>Quelques exemples de représentations de monomères et de polymères</i>	10
Figure I.2	<i>Grandes étapes de la fabrication des plastiques</i>	12
Figure I.3	<i>Structure des polymères</i>	14
Figure I.4	<i>Schéma général de la mise en œuvre des polymères thermoplastiques</i>	16
Figure I.5	<i>les structures des polymères</i>	17
Figure I.6	<i>polymère amorphe</i>	17
Figure I.7	<i>Mécanismes de déformation de la phase amorphe inter-lamellaire</i>	18
Figure I.8	<i>Structure d'un polymère semi-cristallin</i>	19
Figure I.9	<i>Glissement cristallographique</i>	20
Figure I.10	<i>Glissements cristallographiques dans un cristal moléculaire</i>	21
Figure I.11	<i>Représentation schématique</i>	22
Figure I.12	<i>Déformation des régions</i>	23
Figure I.13	<i>Réorganisation structurale</i>	24
Figure I.14	<i>Distribution des masses moléculaires d'un polymère poly-dispersé</i>	26
Figure I.15	<i>Différents comportements mécaniques d'un polymère amorphe</i>	28
Figure I.16	<i>Réponse d'un polymère élasto-viscoplastique lors d'un essai de fluage</i>	29
Figure I.17	<i>Réponse d'un polymère élasto-viscoplastique lors d'un essai de relaxation</i>	29
Figure I.18	<i>Courbe contrainte-déformation (essai de traction monotone) d'un polymère thermoplastique représentatif (PLA) avec mise en évidence des différents domaines identifiables</i>	30
Figure I.19	<i>L'architecture d'un monomère de PEHD</i>	37
Figure I.20	<i>Matière première de production de polyéthylène</i>	38
Figure I.21	<i>Représentation d'une machine d'extrusion des tubes</i>	38
Figure I.22	<i>Techniques pour la fabrication</i>	39
Figure I.23	<i>Différentes échelles d'organisation d'un polymère semi-cristallin</i>	40
Figure I.24	<i>Schéma de la germination dans le PE</i>	41
Figure I.26	<i>Schéma du mécanisme de croissance cristalline</i>	41
Figure I.27	<i>Régimes de croissance cristalline</i>	42

Chapitre II

Figure II.1	<i>Schéma de principe du procédé de soudage par friction malaxage</i>	50
Figure II.2	<i>Procédure de soudage par friction malaxage</i>	51
Figure II.3	<i>Schématisation de la génération de chaleur au cours du FSW</i>	52
Figure II.4	<i>Répartition des flux thermiques dans l'outil</i>	54
Figure II.5	<i>Présentation des différentes géométries possibles des pions</i>	55
Figure II.6	<i>Principaux paramètres process pour le FSW</i>	56
Figure II.7	<i>Les outils FSW</i>	57
Figure II.8	<i>Définitions des zones microstructurales d'un joint soudé FSW</i>	60
Figure II.9	<i>Coupe transversale d'un joint soudé FSW 7449-T79</i>	60
Figure II.10	<i>Répartition des billes dans l'étude de Colligan</i>	62
Figure II.11	<i>Différents types de malaxage rencontrés</i>	63
Figure II.12	<i>Les outils Bobbin Tool (Self Reacting Tool)</i>	64

Figure II.13	<i>Présentation du BT-FSW</i>	64
Figure II.14	<i>Configuration de l'outil à double épaulement</i>	65
Figure II.15	<i>Symétrie du cordon FSW de 9mm d'épaisseur de nuance AA2195-T87 obtenu par un outil à double épaulement (bobbin tool)</i>	66
Figure II.16	<i>Outils BT-FSW à écart fixe</i>	67
Figure II.17	<i>Outil BT-FSW de type Floating-bobbin tool</i>	67
Figure II.18	<i>Outil BT-FSW à écart adaptatif</i>	68
Figure II.19	<i>Outil BT-FSW à double rotation</i>	69
Figure II.20	<i>Outil BT-FSW type: Counter-Rotating</i>	70
Figure II.21	<i>Outil BT-FSW à épaulement semi-stationnaire</i>	71
Figure II.22	<i>Expulsion de matière plastifiée lors de FSW de polycarbonate (PC)</i>	75
Figure II.23	<i>Profil de micro-dureté pour alliages d'aluminium 60601 T6</i>	79
Figure II.24	<i>Profil de micro-dureté pour des plaques PEHD</i>	80
Chapitre III		
Figure III.1	<i>Outil utilisé pour l'expérimentation</i>	84
Figure III.2	<i>Éprouvettes PEHD pour les essais de traction uni-axiale</i>	85
Figure III.3	<i>Tube de PEHD 100 Ø125 GAZ</i>	88
Figure III.4	<i>des plaques découpées dans les deux directions</i>	88
Figure III.5	<i>(a): fraiseuse type EMCO (d'hall technologique de génie mécanique- université de mascara). (b) : Schéma cinématique, représentation des axes</i>	89
Figure III.6	<i>Dispositif de bridage</i>	90
Figure III.7	<i>Outillage de bridage utilisé pour les essais Bobbin Tool –FSW</i>	91
Figure III.8	<i>Outil Bobbin Tool</i>	91
Figure III.9	<i>Configuration de l'outil a double épaulement</i>	92
Figure III.10	<i>Schéma d'outil TC pour C-FSW (FSW conventionnel)</i>	93
Figure III.11	<i>Schéma d'outil de canette à écart réglable (TCER)</i>	94
Figure III.12	<i>Outil à bobine à espace fixe (TEF) (Une bobine fixe)</i>	95
Figure III.13	<i>Image d'une fissure longitudinal (Tube PEHD 100 Ø125 GAZ)</i>	96
Figure III.14	<i>Soudage BT-FSW d'une coupe longitudinal de tube PEHD 100 Ø125 GAZ</i>	96
Figure III.15	<i>les principaux défauts de soudage observés</i>	97
Figure III.16	<i>Images des plaques PEHD soudées par BT-FSW</i>	99
Figure III.17	<i>Éprouvette obtenue par usinage (ISO 6259.3 type 1)</i>	100
Figure III.18	<i>Usinage des éprouvettes</i>	101
Figure III.19	<i>Image de l'éprouvette</i>	102
Figure III.20	<i>A- L'appareil de test de traction ZWICK type Z100 B- Porte-échantillons (Specimen holders): ZWICK 8306 10 KN</i>	104
Figure III.21	<i>Configuration d'une éprouvette sans entaille</i>	106
Figure III.22	<i>Image des éprouvettes sans entaille (non soudées)</i>	106
Figure III.23	<i>Éprouvette Charpy normalisée (entaille en V)</i>	107
Figure III.24	<i>Appareil d'essai de choc (Charpy)</i>	108
Figure III.25	<i>Principe de la dureté Vickers</i>	110
Figure III.26	<i>Image: dispositif pour essai de micro-dureté piloté par ordinateur</i>	111
Figure III.27	<i>Surface de spécimen de l'essai de dureté Avant de faire polie</i>	111
Figure III.28	<i>Éprouvette pour l'essai de dureté</i>	112
Figure III.29	<i>Filiation de micro-dureté</i>	113
Figure III.30	<i>Comportement en traction de EpNSR , EpNSP</i>	114
Figure III.31	<i>Image d'une éprouvette soudée avec BT-FSW après essai de traction</i>	116
Figure III.32	<i>Comportement en traction des 'éprouvettes de groupe EpP.</i>	116
Figure III.33	<i>Courbe contrainte-déformation des 'éprouvettes EpR.</i>	117

Figure III.34	<i>Rupture de l'éprouvette soudée par C-FSW (au niveau du joint de soudure)</i>	118
Figure III.35	<i>Courbes contrainte-déformation des éprouvettes soudées par BT-FSW et C-FSW</i>	119
Figure III.36	<i>éprouvette non rompue (essai de Charpy)</i>	122
Figure III.37	<i>éprouvettes soudées rompue (essai de Charpy)</i>	123
Figure III.38	<i>Évolution de la micro-dureté dans l'épaisseur de tubes</i>	125
Figure III.39	<i>Évolution de la micro-dureté Selon le long de l'échantillon d'essai</i>	126
Figure III.40	<i>Variation de micro dureté sur MB et sur le joint soudé par BT-FSW (Soudage le long de l'axe d'extrusion)</i>	128
Figure III.41	<i>Profil de micro-dureté dans un joint soudé révélant les zones mécaniquement faibles en raison du procédé de soudage BT-FSW (Soudage vertical par rapport à l'axe d'extrusion)</i>	130
Figure III.42	<i>Profil de micro-dureté dans un joint soudé révélant les zones mécaniquement faibles en raison du procédé de soudage C-FSW</i>	131

Tableaux

Chapitre I

Tableau I.1	<i>Synthèses de certains types de polyéthylène</i>	36
-------------	--	----

Chapitre II

Tableau II.1	<i>Comparaison de quelques résultats publiés lors d'études FSW des polymères</i>	77
--------------	--	----

Chapitre III

Tableau III.1	<i>Résines utilisées pour les tubes PEHD</i>	87
Tableau III.2	<i>Caractéristiques physiques et mécaniques des résines</i>	87
Tableau III.3	<i>Les paramètres N et Va, qui influent sur la qualité de soudure</i>	97
Tableau III.4	<i>Les paramètres utilisés pendant le soudage par BT-FSW des plaques</i>	99
Tableau III.5	<i>Dimensions des éprouvettes de type 1.</i>	101
Tableau III. 6	<i>Les éprouvettes de traction</i>	103
Tableau III.7	<i>Paramètres techniques de YUYANG (YYL041)</i>	108
Tableau III. 8	<i>Les éprouvettes de Charpy</i>	109
Tableau III.09	<i>Propriétés mécaniques de EpNSR , EpNSP</i>	115
Tableau III.10	<i>Propriétés mécaniques de groupe EpP</i>	116
Tableau III.11	<i>Propriétés mécaniques de groupe EpR</i>	117
Tableau III.12	<i>Propriétés mécaniques des éprouvettes soudées par C-FSW et BT-FSW</i>	119
Tableau III.13	<i>Energie absorbée Kv des essais de Charpy</i>	122
Tableau III.14	<i>Résultats enregistrés au cours d'essai Charpy V</i>	123

Introduction Générale

Le présent document découle des travaux réalisés dans le cadre d'un projet sur le soudage par friction malaxage des matériaux polymères, notamment le polyéthylène compris entre 2019 et septembre 2022. Plus précisément, cette thèse vise à montrer, à travers trois chapitres, les diverses démarches de recherche qui ont permis d'atteindre les objectifs visés. Il est important de mentionner que le projet de recherche sur le soudage par friction malaxage des matériaux polymères est divisé en deux parties principales : une phase expérimentale, dont nous allons discuter au cours de cette thèse, et une phase numérique qui est présentée par le doctorant Kaou Abdullah. Elles sont présentées en parallèle et sont jumelées les unes aux autres dans des articles scientifiques communs.

Dans un premier temps, un bref préambule sur le soudage par friction malaxage dans les divers domaines d'ingénierie, en particulier le soudage du polyéthylène, est présenté en introduction. Cette partie est suivie par la description du procédé en question jusqu'à la description de la problématique de cette méthode de soudage et des objectifs visés par le projet.

La seconde partie constituant le chapitre 1 présente une analyse bibliographique des structures et du comportement des polymères. Le comportement mécanique des polymères usuels est caractérisé par une grande diversité apparente. En effet, dans les mêmes conditions de service, et d'un point de vue technologique, on peut trouver des polymères qui sont, soit rigides fragiles, soit ductiles, soit caoutchoutiques. Cette diversité se retrouve, pour un même polymère, si l'on fait varier certaines de ses caractéristiques, ou simplement ses conditions d'emploi. Il peut être rigide fragile, ductile ou élastique etc. Ceci ne veut pas dire que le comportement d'un polymère est variable, voire incontrôlé. En effet, ce sont les paramètres contrôlant son comportement et les processus élémentaires envisageables qui sont nombreux. Ces transitions de comportement sont fortement liées à la structure du polymère et varient significativement d'un polymère à l'autre. Ce chapitre vise à décrire la structure des matériaux polymères à différentes échelles, l'échelle moléculaire, l'échelle macromoléculaire et enfin l'échelle morphologique. A chacune de ces échelles nous nous limiterons à discuter

quelques éléments qui sont connus et qui entraînent un impact direct sur le comportement du matériau.

La deuxième partie, constituée du premier chapitre, donne une suite à l'étude biographique présentée dans ce chapitre, au cours de laquelle nous avons traité une analyse détaillée et approfondie du matériau à étudier, qui est le polyéthylène haute densité (PEHD 100).

Dans la première partie du deuxième chapitre, afin d'approfondir les connaissances, les principes, les processus et les concepts du soudage FSW ont été passés en revue, en plus de la recherche inclus de nombreux paramètres et mécanismes présents lors du soudage FSW. L'influence des paramètres de soudage sur les phénomènes thermiques, mécaniques et microscopiques sont discutés à partir de résumés des nombreuses publications et thèses antérieures sur ce sujet. Un examen de plusieurs types d'outils de soudage développés dans le passé est également inclus dans cette deuxième partie du chapitre deux de la thèse. Nous avons également abordé dans cette section la démonstration et le développement du modèle BT-FSW utilisé dans ce projet. La plupart des publications FSW sont présentées sur des polymères spécifiques, en particulier ceux liés au soudage du polyéthylène au cours des deux dernières décennies.

Afin de valider les données simulées par le modèle numérique du doctorant Kaou pour le soudage FSW de PEHD 100 par l'outil à bobine, les données expérimentales ont été collectées sur une plate-forme d'essais spécialement équipée. C'est pourquoi tout le chapitre 3 est consacré à la méthodologie expérimentale utilisée et à la présentation de ce banc d'essai. Il consiste, entre autres, en la description des outils de soudage et du matériau polymère utilisé, une section de la thèse est également consacrée au domaine de soudabilité opératoire, à sa prédiction et à son évolution en fonction des conditions de soudage. Ensuite, suivez les explications étape par étape sur les différents tests effectués en laboratoire et la façon dont les données ont été prises.

Dans ce chapitre, les résultats expérimentaux sont présentés et comparés entre eux. La première partie est consacrée au mécanisme du procédé tandis que la deuxième partie étudie l'aspect mécanique (essais de traction, dureté et l'essai de Charpy). La troisième partie, quant à elle, est consacrée à l'analyse des résultats expérimentaux et à la comparaison du soudage avec un outil conventionnel et avec un outil à bobine.

Enfin, la conclusion présente une discussion générale des résultats obtenus et de l'ensemble des travaux réalisés au cours du projet. Cette discussion se traduit par une revue du projet concernant les objectifs, la revue bibliographique FSW et les conclusions tirées après les résultats recueillis. Enfin, des recommandations et un projet de travail ferme recommandé pour assurer un suivi efficace du projet concluent l'ensemble de ce travail.

Il convient de mentionner que les parties des trois chapitres de la présente thèse s'imbriquent, afin d'enrichir une partie de l'art en répertoriant la littérature et en discutant les résumés de la recherche scientifique.

*Chapitre I**Synthèse Bibliographique sur les Polymères***I.1. Introduction**

La science des polymères est née dans les grands laboratoires industriels du monde du besoin de fabriquer et de comprendre de nouveaux types de plastiques, de caoutchouc, d'adhésifs, de fibres et de revêtements. Ce n'est que bien plus tard que la science des polymères est entrée dans la vie universitaire. Peut-être en raison de ses origines, la science des polymères a tendance à être plus interdisciplinaire que la plupart des sciences, combinant également la chimie, le génie chimique, le génie des matériaux et d'autres domaines [1].

Aujourd'hui, les polymères constituent une famille de matériaux remarquables de par l'extrême variété des produits qu'il est possible d'en concevoir, de leur développement continu et de la flexibilité de leurs techniques de mise en œuvre. Leur utilisation a permis de réaliser des gains significatifs en temps de construction et en coût d'installation. Il s'agit à l'évidence d'une ressource unique permettant la création et la conception de produits optimisés, respectant au mieux un cahier des charges fonctionnel. L'ingénieur quel qu'il soit ne peut ignorer la palette de performances offerte par ces matériaux qui peuvent se substituer aux métaux dans un bon nombre d'applications [2]. Tandis que, la première partie de ce chapitre est consacrée à une présentation d'une étude bibliographique concernant les spécificités microstructurales des polymères semi-cristallins, leurs mécanismes de déformation et le rôle des différentes phases. A la suite de cette présentation, dans la deuxième partie du même chapitre et en chevauchement avec la première, un bilan des connaissances sur le polyéthylène (PEHD), les concepts nécessaires tels que structure et mise en œuvre, structure cristalline, cristallisation et propriétés mécaniques de base, ont été abordés.

I.2. Généralités sur les polymères

Il y a encore trois décennies, personne ne pouvait imaginer l'essor et l'importance que prendraient les matières plastiques dans la vie courante de l'humanité. A cette époque, seules quelques propriétés bien précises étaient connues et réservées à la fabrication de films, de fibres, de revêtements, ou encore de produits à bas prix. Aujourd'hui, les connaissances sur la nature et la structure des polymères et leurs propriétés permettent, en choisissant les produits de base, le type de liaisons et d'architecture moléculaire, de modifier à volonté et avec une extrême précision les propriétés du plastique à élaborer. Chaque décennie fait donc apparaître son lot de nouvelles matières qui génèrent des utilisations toujours inédites et toujours plus sophistiquées [3-4].

Les polymères, représentent plus de 10% des besoins industriels. Ils sont caractérisés par les propriétés spécifiques suivantes : faible module d'élasticité, bonne déformabilité, bonne résistance à l'usure, bonne tenue à la corrosion, légers et très bon marché. Ils sont indispensables dans certains secteurs. On rencontre les polymères dans les petits objets usuels de la maison, les appareils électroménagers, et aussi en tant que matériaux de construction, en revêtements et peintures, dans les emballages, les pneus, les fibres textiles, les produits médicaux, chirurgicaux, prothèses, produits d'hygiène, articles de loisirs, pièces de structures dans les véhicules de transport, les équipements électriques, les circuits électroniques, les matelas mousses, les colles. Ils s'infiltrent aussi dans l'alimentation, les produits cosmétiques, le ciment [5,6], etc.....

Les polymères (ou macromolécules pour les chimistes) sont de grosses molécules élaborés à partir de molécules plus petites, des unités, qui se répètent. Le nom de polymère est dérivé du grec 'poly' et 'meros' signifiant respectivement plusieurs et parties. Quelquefois, il est possible de trouver macromolécule comme synonyme de polymère. Les polymères sont synthétisés à partir de molécules simples, les monomères par le processus de polymérisation. Étant donné le nombre important de monomères qui se succèdent pour un polymère (de quelques centaines à plusieurs milliers d'unités), il est impossible de donner une structure précise et définie du polymère. À la place, on utilise la formule du monomère entre crochets ou parenthèses [7], comme illustré à la figure I.1.

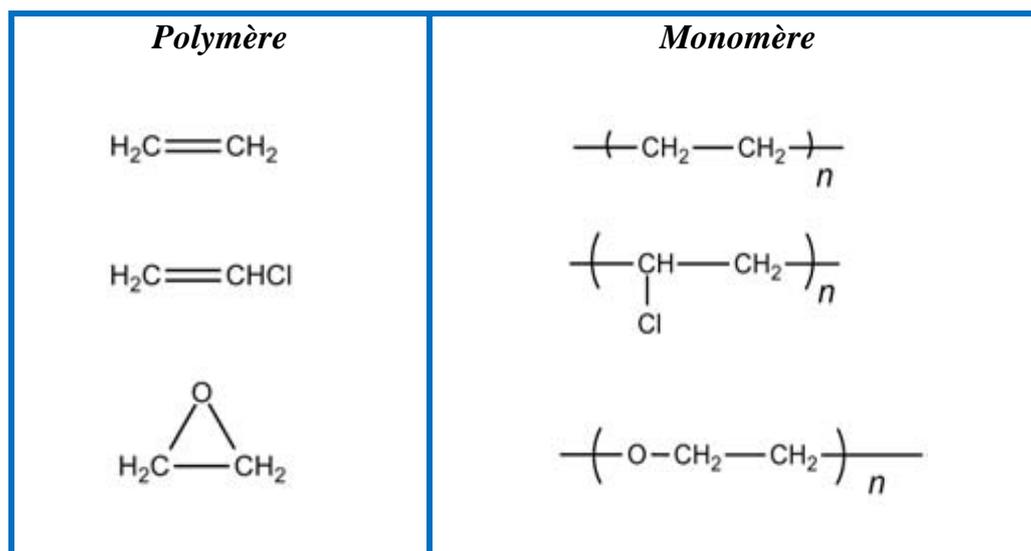


Figure. I.1: Quelques exemples de représentations de monomères et de polymères [8]

I.3. Différents types de polymérisation :

Les polymères peuvent présenter des architectures extrêmement variables. Ils peuvent être linéaires, ramifiés ou réticulés. Le plus souvent, ils sont amorphes, parfois ils peuvent être, au moins partiellement [9,10] cristallisés, au sens large, le terme polymérisation désigne l'ensemble des procédés de formation de chaînes à partir de molécules plus petites (monomères). La synthèse des macromolécules ou polymérisation fait appel aux réactions classiques de la chimie organique. On peut diviser les réactions de synthèse en trois grands types [10] :

- Les réactions de polymérisation en chaîne,
- Les réactions de polyaddition, et de polycondensation.

I.3.1. Polymérisation en chaîne:

Les monomères s'associent sans réaction d'élimination simultanée. C'est le procédé le plus utilisé dans l'industrie: le polyéthylène, le polypropylène, le polystyrène, l'alcool polyvinylique et le polytétrafluoroéthylène (Téflon) sont des exemples de polymères obtenus par polymérisation en chaîne. Comme toute réaction en chaîne, cette polymérisation comporte les étapes suivantes:

- l'amorçage (formation des centres actifs à partir du monomère);
- la propagation (croissance des chaînes de polymère par additions successives);

- la terminaison (destruction du centre actif et interruption de la croissance des chaînes).

La polymérisation peut être radicalaire, cationique ou anionique selon la nature de l'espèce active [8]. Dans le cas des polymérisations radicalaires, les plus courantes, l'amorçage s'effectue sous l'action de la chaleur, par irradiation ou par des molécules spécifiques. Les espèces actives sont des radicaux libres. Le polymère ainsi obtenu est dit atactique: il a une structure totalement désorganisée, ou amorphe. Il existe quatre techniques principales de mise en œuvre des réactions de polymérisation: les polymérisations en solution, en masse, en suspension et en émulsion.

I.3.2. Polymérisation par addition :

Les monomères présentent une double liaison carbone-carbone, et à laquelle d'autres monomères peuvent se lier.

- Si on ajoute des molécules de même nature, on obtient un *homopolymère*.
- Si on ajoute des molécules de nature différente, on obtient un *copolymère*.

La Polymérisation par addition entraîne la formation de macromolécules linéaires qui peuvent se ramifier [5, 8].

I.3.3. Polymérisation par condensation :

Elle entraîne des réactions chimiques qui produisent la formation de sous-produits. Les réactions de polycondensation sont des réactions par étapes. Les deux monomères en présence donnent naissance à une molécule intermédiaire, laquelle constitue l'élément fondamental qui se répète dans la macromolécule.

Polymérisation par condensation peut engendrer en général un réseau tridimensionnel. Selon le mode de Polymérisation, la structure des polymères peut prendre plusieurs formes. Les polymères sont souvent classés d'après leurs propriétés thermomécaniques. On distingue :

- les polymères thermoplastiques, qui deviennent malléables quand ils sont chauffés, ce qui permet leur mise en forme ;
- les élastomères, qui sont déformables de manière réversible ;
- les élastomères thermoplastiques (TPE) ;
- les polymères thermodurcissables, qui durcissent de façon irréversible, le plus souvent sous l'action de la chaleur en présence de réactifs.

La description des polymères en tant qu'objet physique permettant de comprendre leurs propriétés relève de la physique statistique [5,7,9].

Actuellement, les plastiques sont produits principalement à partir de produits pétrochimiques, et le cycle suivant est souvent utilisé dans la Figure I.2

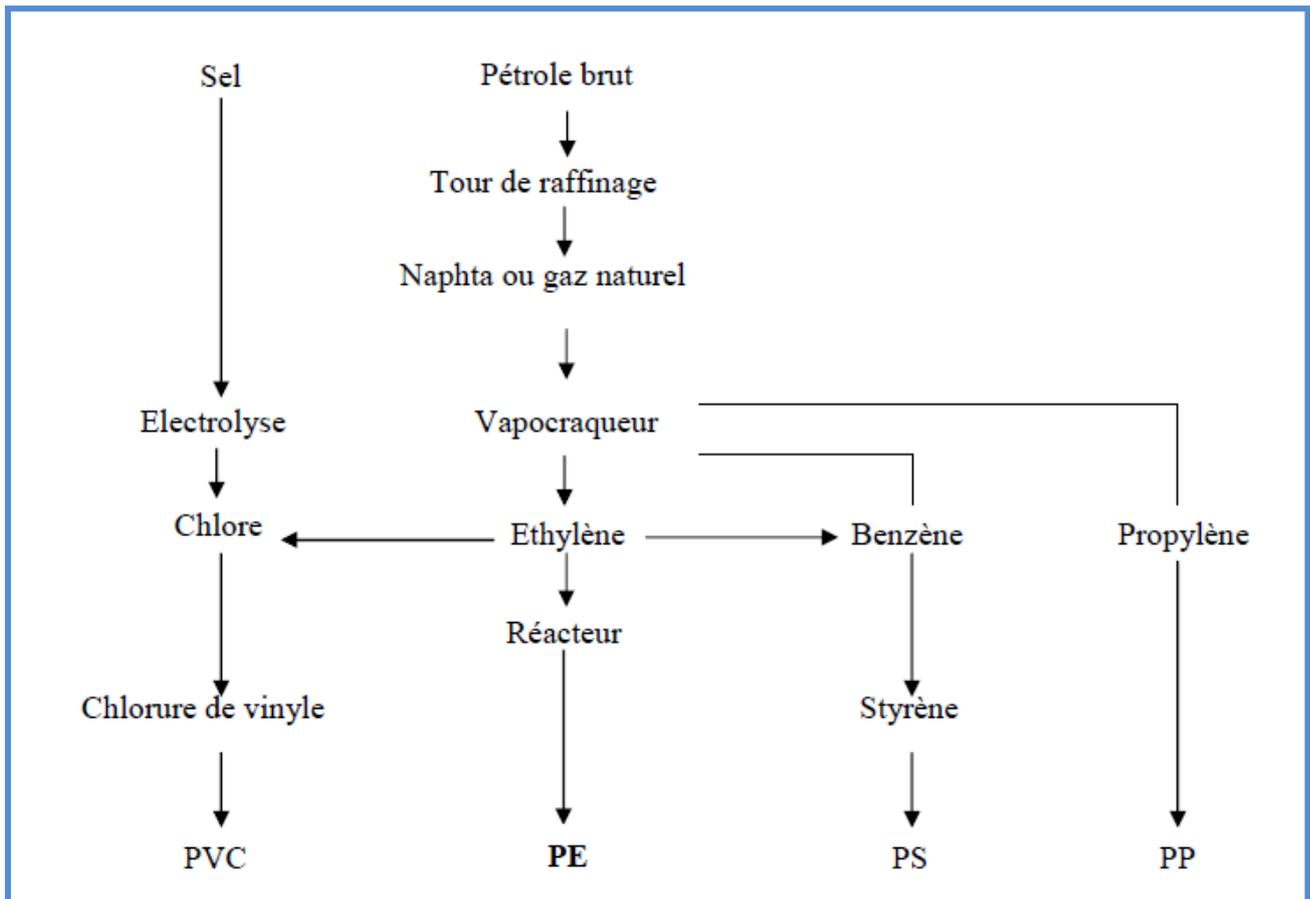


Figure I.2 : Grandes étapes de la fabrication des plastiques [11].

A partir de naphta, le producteur de plastiques prépare par vapocraquage (ou reformage) les grands intermédiaires de la pétrochimie, dont les monomères qui, sous l'effet de pression, température, catalyseurs deviendront des polymères (polycondensats), qui constituent les

matières plastiques proprement dites, que l'on utilisera dans la transformation. Le passage du monomère au polymère (combinaisons de monomères) par les réactions de synthèse (polymérisation, polymérisation, polyaddition) [11].

I.4. Structure des polymères

Les polymères peuvent présenter des architectures extrêmement variables. Ils peuvent être linéaires, ramifiés ou réticulés. Le plus souvent, ils sont amorphes, parfois ils peuvent être, au moins partiellement, cristallisés.

I.4.1 Polymères linéaires

Les polymères linéaires sont constitués de grandes chaînes de monomères reliés entre eux par des liaisons covalentes. Ces macromolécules sont liées entre elles par des liaisons secondaires qui assurent la stabilité du polymère. Ces liaisons secondaires sont des liaisons ou ponts hydrogène ou des liaisons de Van der Waals. Lorsque ces liaisons existent, le matériau devient rigide et présente un comportement de solide. Si la température s'élève, l'agitation moléculaire qui en résulte va rompre progressivement ces liaisons secondaires. Le matériau va pouvoir s'écouler sous son propre poids : il présente alors le comportement d'un liquide visqueux. La température à laquelle se produit cette évolution s'appelle la température de transition vitreuse. La transition vitreuse correspond à l'apparition de mouvements de longs segments de chaîne et marque le passage de l'état vitreux à l'état caoutchoutique. La figure I.3-A donne différents exemples de polymères linéaires.

Les propriétés mécaniques des copolymères varient en fonction du type et de la disposition des monomères. Les rotations de la chaîne sont facilitées ou au contraire rendues plus difficiles en fonction de la nature, de la disposition et de l'encombrement de chacun des monomères.

I.4.2 Polymère ramifié : est un polymère présentant au moins un point de ramification (branchement). Des chaînes homopolymériques ou copolymériques peuvent se greffer sur la chaîne au cours de la polymérisation. La chaîne branchée est dite greffon lorsque sa composition est différente de celle de la chaîne principale.

I.4.3 Polymère réticulé : la réticulation attache toutes les molécules de polymère entre elles, alors elles sont difficiles à séparer. Quand on chauffe le caoutchouc, caoutchouc vulcanisé de Charles Goodyear, les molécules ne peuvent pas s'écouler les unes sur les autres, c'est pourquoi le polymère ne fond pas et ne devient pas fragile quand il est refroidi.

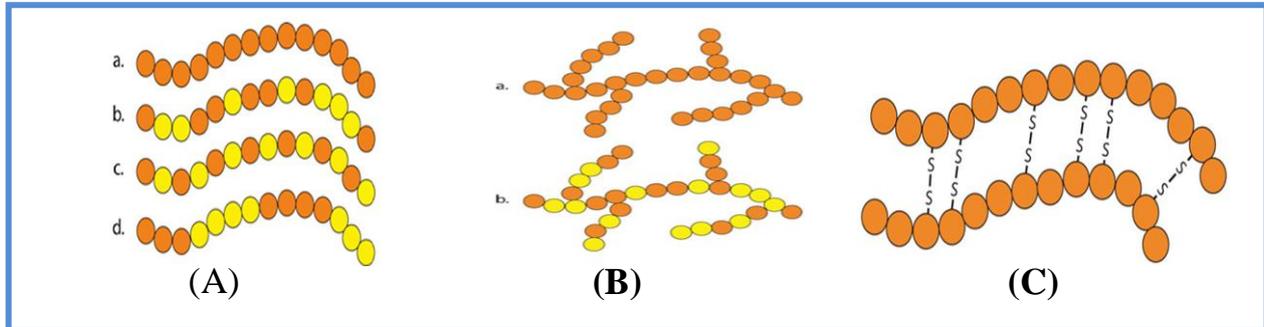


Figure. I.3: Structure des polymères [9] avec ;

A) : polymères linéaires (a: homopolymère, b: copolymère statistique, c: copolymère alterné, d: copolymère séquencé). **B) :** Homopolymère ramifié (a) et copolymère ramifié (b). **C) :** polymère réticulé avec ponts disulfure reliant deux chaînes.

I.5. Classification des polymères

Les matériaux polymères sont classés suivant différents critères [4,5]. Le point de vue thermique conduit au classement des matériaux polymères organiques en matériaux thermoplastiques et matériaux thermodurcissables. Le point de vue mécanique introduit les notions de solides viscoélastiques et d'élastomères. Il est possible aussi d'examiner le matériau en s'intéressant à sa structure physique ou à sa structure chimique : dans le premier cas, les notions de matériaux semi-cristallins et de matériaux amorphes sont introduites ; dans le second, c'est la structure moléculaire en chaîne d'atome qui est à prendre en considération [12].

Parmi les classifications possibles des polymères, on rencontre parfois une classification par origines de ceux-ci. On distingue, les polymères naturels, tels que les os, le cuir, et les polymères artificiels, pour lesquels on modifie chimiquement les polymères naturels tout en préservant le squelette moléculaire lors de la modification, et finalement les polymères synthétiques [13], issus de la chimie macromoléculaires.

Selon leur comportement mécanique, la classification des plastiques est fondée sur la distinction entre thermoplastique et thermodurcissable, qui correspond bien aux réalités industrielles puisque les méthodes de mise en œuvre sont différentes. A ces deux familles s'ajoute celle particulière des élastomères. Les utilisations de ces polymères sont extrêmement nombreuses. On distingue :

I .5.1. Les thermodurcissables

Leur caractéristique principale réside dans le fait qu'ils ne se ramollissent pas et ne se déforment pas à la chaleur. Une fois créés, il n'est plus possible de remodeler les formes par chauffage. Une fois créé il n'est plus possible de les remodeler par chauffage. Au moment de la mise en œuvre, ils ramollissent dans un premier temps, puis durcissent de manière irréversible sous l'action prolongée de la chaleur. On parle alors de cuisson ou réticulation [10].

- Propriétés principales

Ils présentent une bonne tenue aux températures élevées ($> 200\text{ °C}$), aux attaques chimiques, une meilleure résistance au fluage que les thermoplastiques (conservent une meilleure stabilité dimensionnelle dans le temps), une bonne rigidité pour un prix de matière première peu élevé et faible retrait au moulage. L'inconvénient principal de ces matériaux tient au fait d'une mise en œuvre moins pratique et plus lente que les thermoplastiques.

I .5.2. Élastomères

On peut les considérer comme une famille supplémentaire de polymères qui se caractérisent par une très grande élasticité. Ils sont obtenus par synthèse chimique, comme les plastiques, et possèdent des propriétés comparables à celles du caoutchouc naturel, le néoprène fut le premier caoutchouc de synthèse [7]. Leur applications : pneumatiques, courroies, tapis, tuyaux, amortisseurs, joints d'étanchéité, revêtements divers, pièces mécaniques, chaussures.

- Propriétés principales

La propriété la plus remarquable est l'élasticité ou la capacité à s'allonger sans se rompre ($A\%$ très élevé, jusqu'à 1000%). A l'opposé le module d'élasticité longitudinal E reste très petit ($< 10\text{ N / mm}^2$: près de $200\ 000$ pour les aciers) traduisant une faible rigidité [5].

I.5.3. Les thermoplastiques

Très nombreux, ils sont les plus utilisés. Ils se ramollissent à la chaleur. Ils peuvent, en théorie, être refondus et remis en œuvre un grand nombre de fois (thermo-plasticité). Par chauffage successifs, on peut en modifier l'état et la viscosité. Ils représentent près de 90 % des applications des matières plastiques. Ils sont moins fragiles, plus faciles à fabriquer (machine à injecter et cadences élevées) et permettent des formes plus complexes que les thermodurcissables [4,7-8,10]. Ils existent sous forme rigide ou souple, compact ou en faible épaisseur, sous forme de feuille très mince, de revêtement, expansé ou allégé. La figure I.3 montre la mise en œuvre des polymères thermoplastiques.

- Propriétés principales

Avantages : Ils peuvent, en théorie, être refondus et remodelés un grand nombre de fois tout en conservant leurs propriétés. Insensibles à l'humidité, aux parasites, aux moisissures (sauf polyamides) ils peuvent être fabriqués dans une gamme de couleurs très étendue.

Inconvénients : fluage élevé, coefficient de dilatation linéaire élevé, entraînant un retrait important au moment du moulage, combustible, sensibles aux ultraviolets, électrostatiques, qui "attirent les poussières".

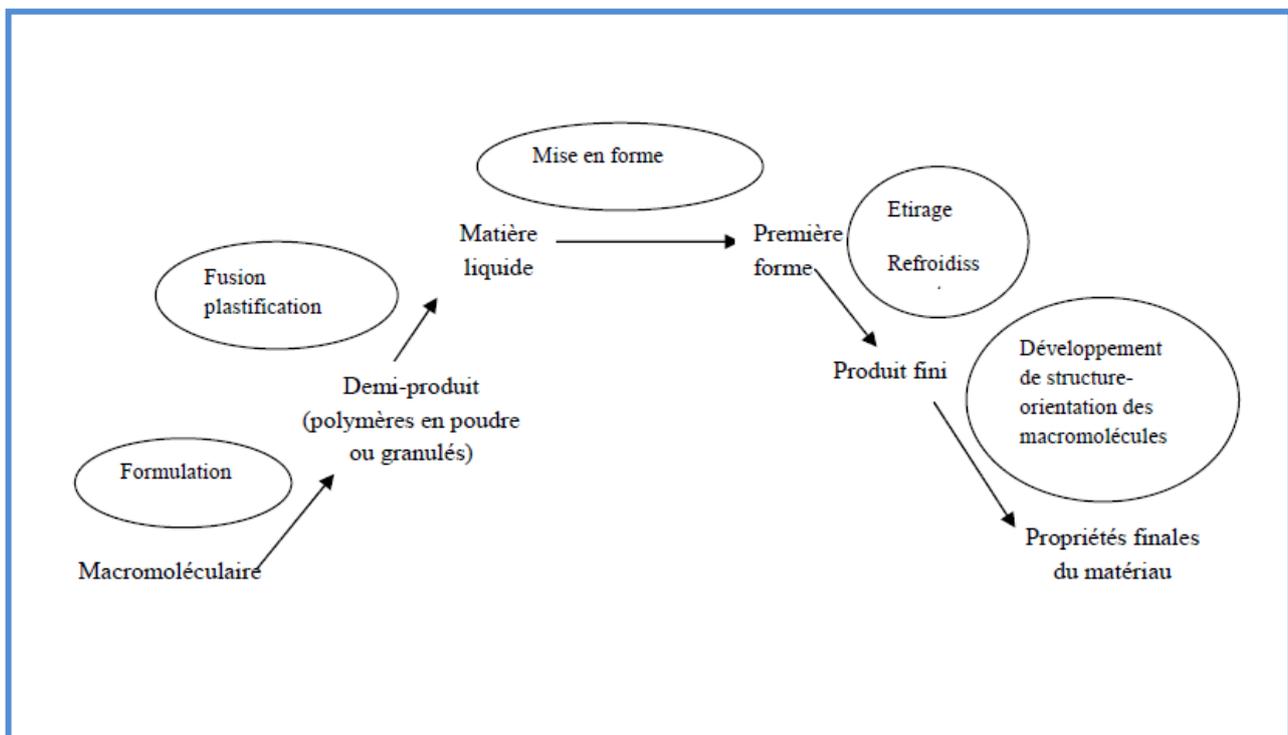


Figure I.4 : Schéma général de la mise en œuvre des polymères thermoplastiques [3].

I.6. Les type de polymères

A l'échelle macromoléculaire, les polymères ont essentiellement deux structures différentes. L'état amorphe qui est caractérisé par une structure de type pelote statistique (Figure I.5.a), dans laquelle on ne distingue aucun ordre à grande échelle. L'état cristallin qui lui est caractérisé par un ordre à grande distance (Figure I.5.b).

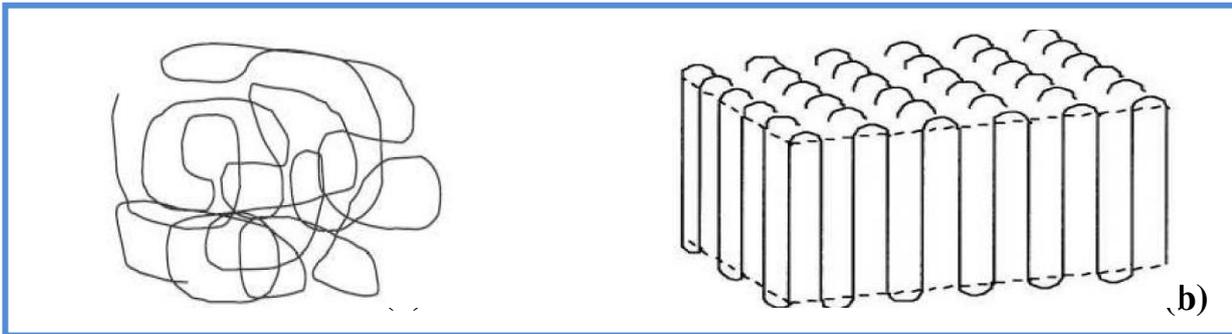


Figure I.5 : les structures des polymères [14]

a) : Schématisation de la structure type d'une pelote statistique,

b) : Schématisation du repliement des chaînes dans un monocristal

I.6.1. Polymère amorphe

Le mot amorphe dérive du mot grecque qui signifie sans forme. Un polymère est caractérisé, donc, par un arrangement sans forme, désordonné et irrégulier de ses unités constitutives. Les forces inter-moléculaires ne sont pas les mêmes, pas plus que les distances entre unités constitutives. Dans un polymère amorphe, les macromolécules linéaires sont imbriquées de façon complexe et leur comportement dépend fortement de la température.

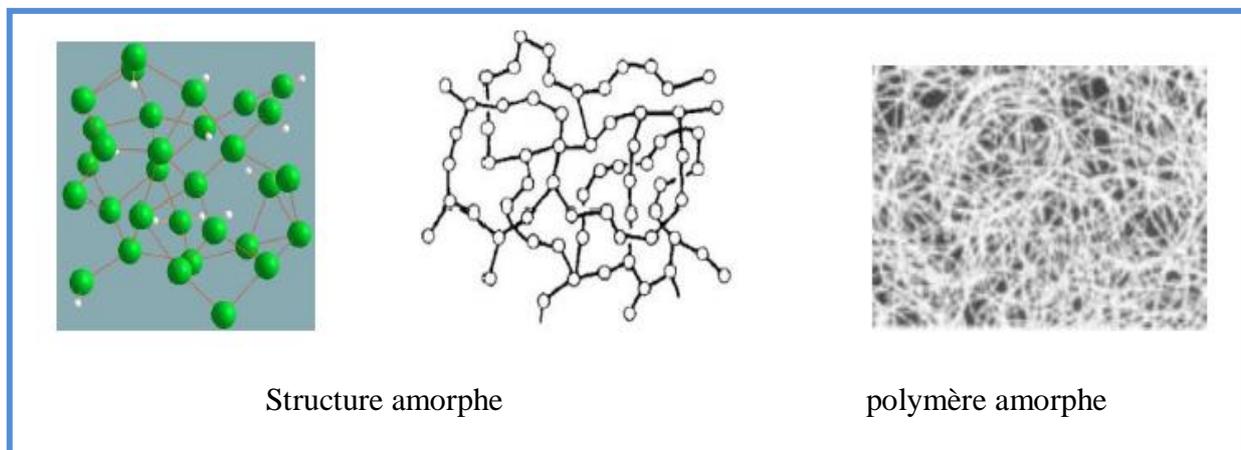


Figure I.6 : polymère amorphe [15].

I.6.2 Comportement microscopique de la phase amorphe

La phase amorphe du matériau se caractérise par des macromolécules sous la forme de pelotes statistiques contenant des enchevêtrements, points de réticulation physiques du matériau. Certaines font le lien entre les lamelles cristallines voisines et elles sont appelées les molécules liens. Lorsque le matériau est sollicité uni-axialement, les molécules liens de la phase amorphe transmettent la contrainte mécanique aux lamelles cristallines. Ces connexions inter-lamellaires sont des points de réticulation physique du matériau et confèrent à la phase amorphe une certaine résistance mécanique. Il existe deux modes de déformation de cette phase qui impliquent les molécules liens et les empilements de lamelles (Figure I.7). Il s'agit du glissement et de la séparation inter-lamellaire [16].

Le glissement inter-lamellaire correspond au cisaillement parallèle de deux lamelles cristallines l'une par rapport à l'autre sous l'effet d'une contrainte de cisaillement (figure I.7.b). Le processus n'est facilité qu'au-delà de la température de transition vitreuse où la phase amorphe [17] est à l'état caoutchoutique. Dans le cas du polyéthylène, une partie de la déformation élastique est contrôlée par le glissement inter-lamellaire.

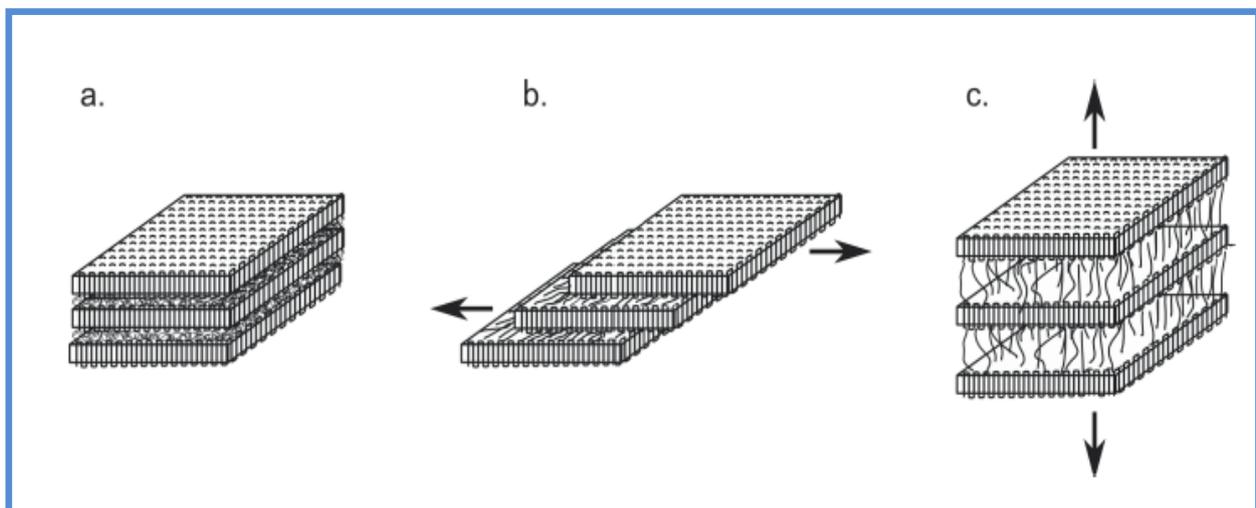


Figure I.7: Mécanismes de déformation de la phase amorphe inter-lamellaire, a) État non déformé, b) glissement inter-lamellaire et c) séparation inter-lamellaire [16].

La séparation inter-lamellaire quant à elle se traduit par une augmentation de la distance entre deux lamelles, ou longue période L_p , lorsque la contrainte s'applique perpendiculairement aux grandes faces des lamelles (figure I.7. c). L'activation de ce mode de déformation nécessite des contraintes élevées en raison de la faible épaisseur de la couche

amorphe inter-lamellaire par rapport à l'épaisseur des lamelles. La séparation inter-lamellaire mène à une diminution de la densité de la phase amorphe et à la génération de microcavités. Dans le cas du polyéthylène une diminution de la distance moyenne entre les chaînes amorphes, celles-ci se rapprochant les une des autres par un processus d'orientation au cours de la déformation [18]. Dans le cas singulier des lamelles torsadées, le glissement inter-lamellaire et la séparation inter-lamellaire coexistent. L'extension de ces macromolécules liées est à l'origine de la génération d'une force de rappel qui tend au retour vers l'état non déformé de la microstructure. La déformation est d'autant plus réversible que ces macromolécules de liaison sont nombreuses et de taille importante [16].

I.6.3. Polymère cristallin

Les polymères ne sont jamais totalement cristallins et doivent en fait être considérés comme des mélanges de phase cristalline et de phase amorphe, d'où le nom de polymères semi-cristallins qui leur est classiquement attribué. Pour constituer des cristaux, les chaînes macromoléculaires doivent a priori présenter une rigoureuse régularité dans leur structure moléculaire. La régularité de la structure moléculaire est une condition nécessaire, mais non suffisante, pour qu'un polymère cristallise effectivement. Il faut également que la cinétique de cristallisation ne soit pas trop lente [15].

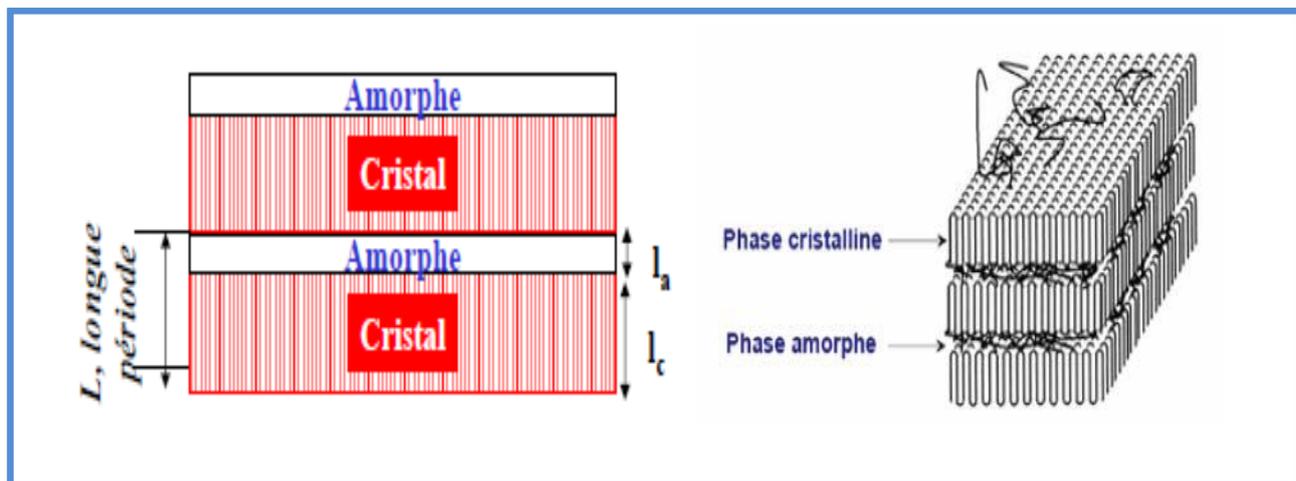


Figure I.8 : Structure d'un polymère semi-cristallin [4].

Statistiquement, il est impossible d'avoir un ordre sur toute la longueur de la chaîne (environ 1 micron), les phases cristallisées ne sont donc pas étendues. Pour pouvoir avoir de la cristallinité, le polymère doit avoir une configuration régulière et une conformation régulière. χ = pourcentage de cristallinité. Plus il est grand, plus le matériau est semi-

cristallin. Il est égal à 0 pour les chaînes linéaires et les réseaux; ce sont des polymères amorphes. Mais s'il est proche de 90% comme par exemple pour le poly-acétylène, on est alors en présence d'un polymère poly-cristallin [4].

I.6.4. Comportement microscopique de la phase cristalline

Pour mieux comprendre la déformation de la phase cristalline des polymères semi-cristallins, il est possible de faire une analogie avec celle du cristal métallique. Les travaux de métallurgie physique ont montré que dans un monocristal métallique composé d'atomes (modèle des sphères dures), la déformation est accommodée à l'échelle microscopique par le glissement d'une rangée d'atomes par rapport à une autre (Figure I.9.a). Le glissement cristallographique s'effectue selon des systèmes de glissement bien définis dans chaque maille cristalline. Ce glissement procède par la formation et la propagation de dislocations qui sont activées au-delà d'une contrainte limite couramment appelée cission critique résolue [16].

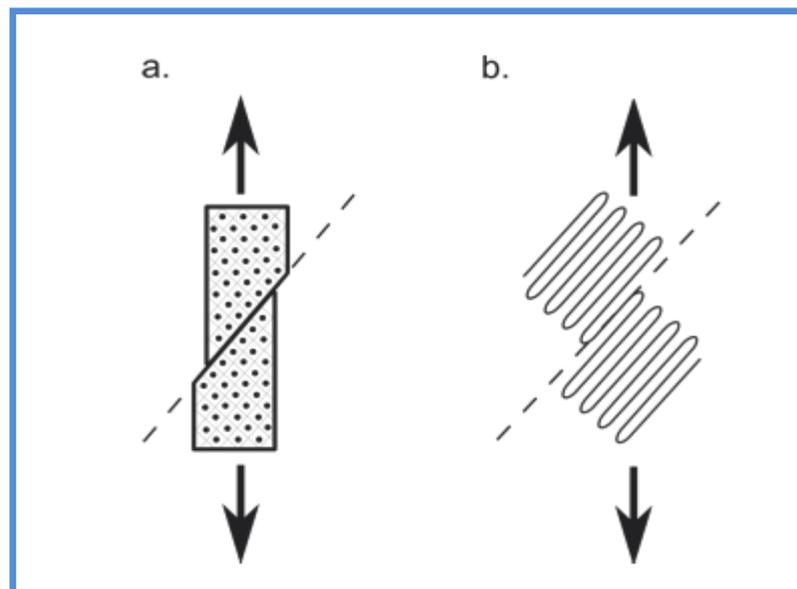


Figure I.9: Glissement cristallographique [16]

a) dans un cristal à petites molécules (cristal métallique) et b) dans un cristal à grandes molécules (cristaux de polymère).

Les cristallites des polymères se déforment également par un mécanisme de glissement selon le schéma de la figure I.10.b. Les lamelles cristallines sont constituées de liaisons covalentes intramoléculaires et de liaisons de Van der Waals intermoléculaires. Étant donné l'énergie de cohésion élevée des liaisons covalentes, le glissement ne peut s'opérer que dans

les plans contenant l'axe principal des chaînes macromoléculaires. Les cissions critiques [19] résolues dans les cristaux de polymères dépendent de la force des liaisons de Van-der-Waals. Deux directions de glissement sont à envisager respectivement parallèlement aux chaînes ou perpendiculairement à celles-ci (transverse slip) (Figure I.10).

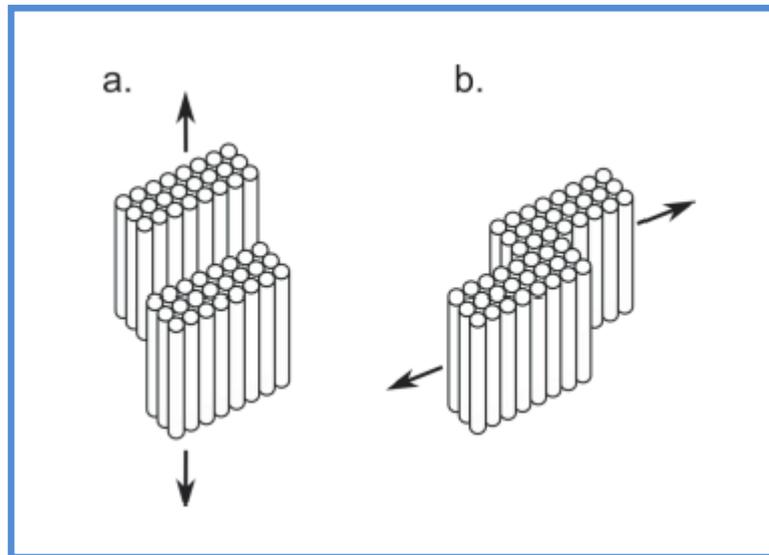


Figure I.10: Glissements cristallographiques dans un cristal moléculaire [16]

a) parallèlement et b) perpendiculairement aux chaînes macromoléculaires.

I.6.5. Morphologie des arrangements de cristaux (le sphérolites)

Dans les polymères synthétiques cristallisés à partir de l'état fondu, les lamelles cristallines et la phase amorphe s'organisent en arrangements semi-cristallins dont la taille peut varier d'un micromètre à plusieurs millimètres. Les plus communément rencontrés sont les sphérolites.

Un sphérolite illustré à la Figure 11.a, est un arrangement polycristallin constitué de cristallites radiales séparées par la phase amorphe, qui croissent à partir d'un centre pour occuper tout l'espace offert. Localement, l'arrangement des lamelles cristallines et des zones inter-lamellaires amorphes est du type décrit sur la Figure I.8. A trois dimensions, un sphérolite a la symétrie sphérique. A deux dimensions, par exemple dans le cas de cristallisations au laboratoire entre lame et lamelle, il possède la symétrie cylindrique. Pour occuper l'espace offert, les cristallites radiales sont amenées à avoir des branchements. L'aspect sphérique ou cylindrique se maintient jusqu'à la rencontre avec d'autres sphérolites.

Lorsque la cristallisation est terminée, les sphérolites ont un contour d'aspect polyédrique (3D) ou polygonal (2D). La direction radiale, qui est la direction de croissance, correspond toujours à une direction cristallographique particulière. Ainsi, dans le cas du polyéthylène, cette direction est l'axe b de la maille cristalline, qui est la direction de croissance rapide dans ce polymère. Ceci explique que l'extension des cristaux lamellaires selon la direction radiale est très grande vis-à-vis des autres dimensions. Il en résulte que les cristallites constituant le sphérolite peuvent être considérées comme des rubans (Figure 11.a).

Les sphérolites de polymère présentent des propriétés optiques particulières. Ainsi, observés par microscopie optique entre polariseur et analyseur croisés, ils présentent souvent une extinction en forme de croix de Malte, selon les axes du polariseur et de l'analyseur (Figure 11.b). Les propriétés optiques des sphérolites résultent de la nature diélectrique des polymères, du caractère fortement anisotrope des cristaux polymères, et de l'organisation particulière de ces cristaux au sein du sphérolite [20].

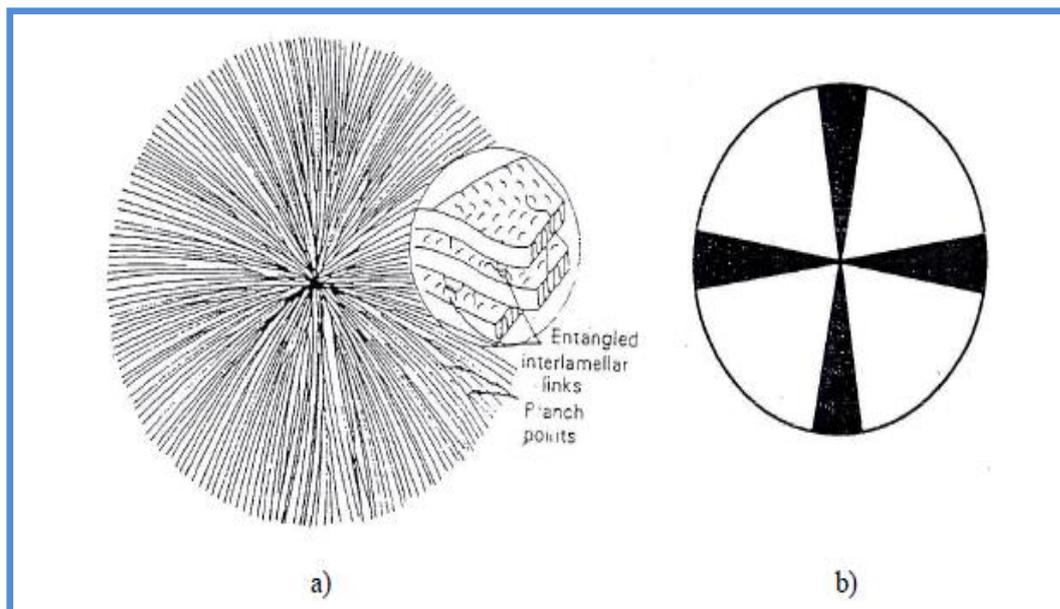


Figure I.11 : représentation schématique :

a) d'un sphérolite et des lamelles le constituant ; b) croix de Malte [20].

I.6.6. Comportement microscopique de la structure sphérolitique

Les déformations à l'échelle d'un sphérolite suivent des chemins complexes en raison de l'organisation spatiale des lamelles cristallines qui le constituent. Ainsi, les zones amorphes et les lamelles cristallines s'y déforment en traction, en cisaillement, en flexion ou

en compression selon leur orientation dans le sphérolite par rapport l'axe de sollicitation [21].

En traction uniaxiale, deux niveaux de déformation et trois zones géographiques sont habituellement considérés (figure I.12). Dans les premiers stades de la déformation, les régions amorphes inter-sphérolites sont sollicitées préférentiellement, favorisant ainsi une déformation homogène et réversible. Progressivement, la déformation devient non-uniforme suite à la variation de l'orientation des lamelles cristallines autour de l'axe de sollicitation, et de la localisation de la déformation dans certaines régions. Cette localisation conduit au processus de cavitation [18,21,22].

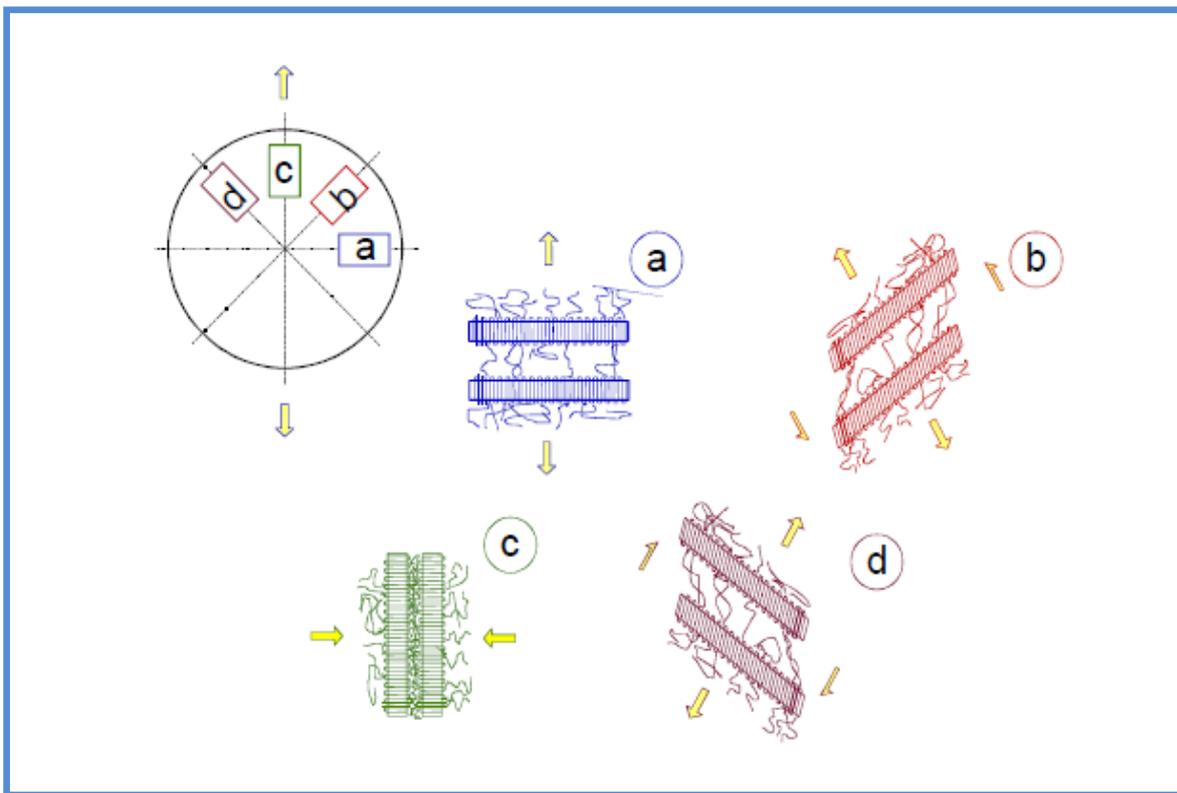


Figure I.12 : Déformation des régions [18]
a) équatoriales, b) et d) diagonales et c) polaires des sphérolites.

La déformation est initiée au centre du sphérolite, puis se propage vers les zones périphériques. Les lamelles étant perpendiculaires à la direction de traction (figure I.12.a), le mécanisme le plus actif est la séparation inter-lamellaire qui en grandes déformations, peut provoquer une extension importante des molécules de liaisons dans la phase amorphe conduisant à la formation de cavités et à la fragmentation des lamelles en petits blocs. Dans les zones diagonales (figure I.12.b), les lamelles sont soumises à la fois à un glissement et à

une séparation inter-lamellaire. Les cristallites tournent vers l'axe de traction entraînant la fragmentation des cristaux. Le sphérolite perd progressivement sa forme sphérique initiale pour prendre une forme ellipsoïdale. Les zones polaires possèdent une plus grande résistance à la déformation du fait de l'orientation des lamelles parallèlement à l'axe de sollicitation (figure I.12.c), introduisant à la fois la séparation et le cisaillement inter-lamellaires. L'apparition de la déformation est retardée par rapport aux autres zones. Toutefois, lorsqu'elle a lieu, elle provient de la fragmentation des lamelles cristallines à cause de la compression latérale due à la déformation des zones diagonales. Si maintenant on s'intéresse à la déformation du polymère au niveau macroscopique, on observe qu'une éprouvette de polymère semi-cristallin se déforme en traction par le développement et la propagation de la striction. Le modèle de PETERLIN [23] permet de relier l'aspect microscopique à l'aspect macroscopique. Dans la région où la striction ne s'est pas encore propagée, le glissement et la séparation des lamelles sont possibles. Au moment de la striction, la morphologie lamellaire devient fibrillaire par fragmentation des cristaux. Après la striction, les petits blocs qui se sont formés s'alignent le long de l'axe de l'éprouvette. Les molécules commencent à subir un étirement de plus en plus important, figure I.6.

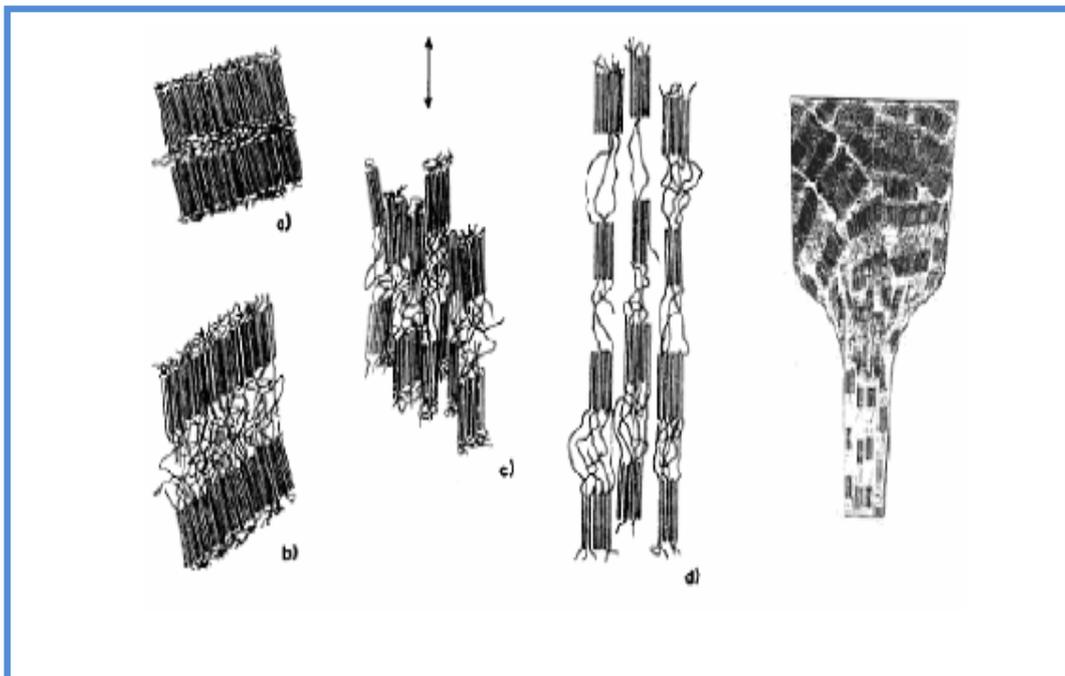


Figure I.13 : Réorganisation structurale ;

Passage d'une morphologie lamellaire à fibrillaire [24].

I.6.7. Le taux de cristallinité

Les cristaux ont la propriété de diffracter les rayons X et ainsi la diffraction des rayons X semble être une bonne méthode pour étudier la cristallinité d'un matériau et a fortiori d'un polymère.

Le taux de cristallinité (*en anglais, degree of crystallinity*) permet de quantifier la proportion de phases cristallines dans un échantillon donné. Si l'on fait l'hypothèse d'un matériau ne comportant qu'une seule phase cristalline et une seule phase amorphe c'est-à-dire un modèle à deux phases, le taux de cristallinité s'exprime en masse x_c et en volume v_c comme suit [4, 25]:

$$x_c = \frac{M_c}{M} \quad \text{Et} \quad v_c = \frac{V_c}{V} \quad (\text{I.1})$$

Où M_c et V_c sont la masse et le volume de la phase cristalline, M et V la masse et le volume de l'échantillon.

La diffractométrie de rayons X (méthode absolue pour la mesure de x_c , mais peu utilisée car particulièrement complexe), la micro-enthalpie différentielle (mesure des enthalpies de fusion), la densimétrie (mesure de densité au moyen d'un pycnomètre, ou avec des colonnes à gradient, cette dernière méthode est fréquemment utilisée pour la mesure de la densité des polyoléfinés), la résonance magnétique nucléaire (RMN) large bande (mesure absolue de x_c) et la spectroscopie infrarouge (IR) sont les principales techniques physiques pour mesurer le taux de cristallinité.

Pour les polymères semi cristallins usuels, x_c se situe entre 20 et 80 % [25]. Il peut atteindre 95 % pour le polyéthylène haute densité (PEHD). Il dépend des systèmes cristallins et de l'histoire thermique. C'est un paramètre important dont l'évolution traduit une modification de la microstructure, donc des propriétés de la matière (densité, module de Young, allongement à la rupture, retrait plastique, etc.). Il permet d'apprécier les contributions amorphes et cristallines.

Il existe une grande différence de densité entre phases amorphe et cristalline d'un polymère. La structure de la phase cristalline est plus compacte [26]. La cohésion (favorisée par les liaisons de van der Waals) est plus grande dans les zones cristallines, ce qui entraîne une moindre réactivité (meilleure résistance chimique), comparée à celle des zones amorphes.

I.6.8. Degré de Polymérisation et Masse Moléculaire

Un polymère peut être caractérisé par son degré de polymérisation ou sa masse moléculaire. Le degré de polymérisation est le nombre total de monomères contenus dans une macromolécule [8,27]. La longueur des chaînes est généralement [28] comprise entre 2000 et 50000 unités monomères.

Lorsque le degré de polymérisation (**DP**) est inférieur à 30, on parle d'oligomère et lorsqu'il est supérieur à 30, c'est un polymère.

Lorsqu'on observe un polymère de synthèse ou un polymère naturel, il est souvent constitué d'un mélange de chaînes macromoléculaires de tailles différentes avec des degrés de polymérisation différents [8].

La masse molaire peut être mesurée par chromatographie d'exclusion stérique ou par détermination de la viscosité intrinsèque en solution [29]. Dans la pratique, la masse molaire moyenne est estimée d'après l'indice de fluidité à chaud ou MFR (Mass Flow Rate) anciennement, en anglais *Melt-Index (MI)*.

La masse moléculaire **M** d'un matériau polymère est calculée de deux façons que [27]:

$$M_n = \frac{\sum N_i M_i}{\sum N_i} \quad (I.2)$$

$$M_w = \frac{\sum N_i M_i^2}{\sum N_i M_i} \quad (I.3)$$

M_w : est la masse moléculaire moyenne de toutes les macromolécules présentes dans le matériau, et **M_n** : est la masse moléculaire majoritaire dans le mélange.

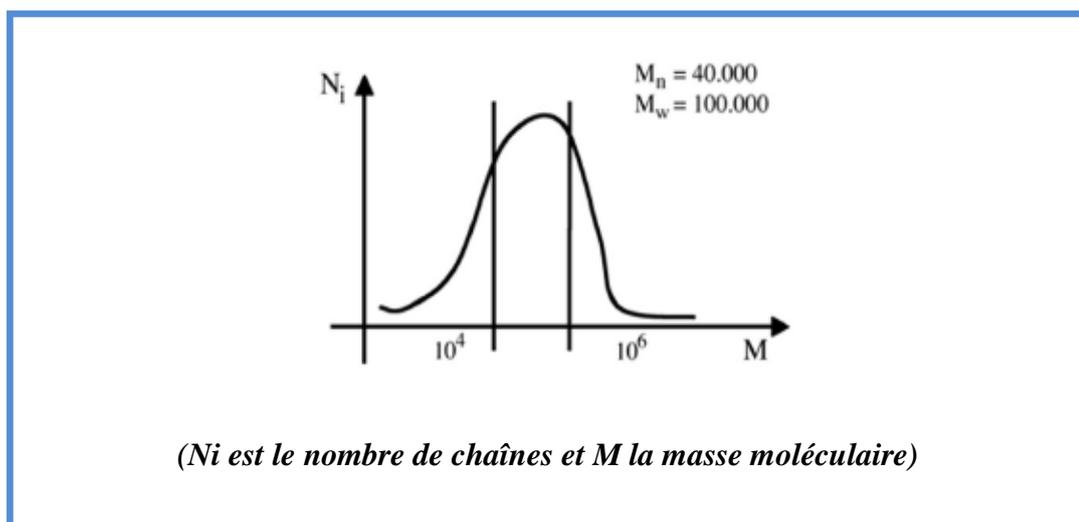


Figure I.14 : Distribution des masses moléculaires d'un polymère poly-dispersé [8].

Lorsque la longueur de la chaîne hydrocarbonée augmente, la masse molaire augmente, le polymère est plus visqueux à l'état fondu donc plus difficile à mettre en œuvre, mais ses propriétés mécaniques sont meilleures à l'état solide [29].

Dans la pratique, la masse molaire du polymère déterminera le compromis entre les propriétés de l'objet fini et la facilité de mise en œuvre.

I.7.Comportement mécanique des polymères

Les polymères manifestent un comportement viscoélastique et/ou viscoplastique non linéaire fortement dépendant de la température et du temps. Ces deux facteurs sont considérés comme les principaux facteurs de caractérisation du comportement mécanique des polymères [30].

I.7.1 Effet de la température

Les propriétés mécaniques des polymères dépendent fortement de la température. À basse température, la plupart des polymères présentent un état vitreux : ils sont rigides. Lorsque la température augmente, ils passent par un état de transition : pour une plage de températures spécifiques du polymère, les chaînes macromoléculaires glissent les unes par rapport aux autres et le polymère se ramollit. Cette plage de températures est appelée température de transition vitreuse (T_g). À une température plus élevée, le polymère passe par un plateau caoutchoutique : son comportement est viscoélastique. À cet état, les forces de Van der Waals et la réticulation entre chaînes servent de force de rappel lorsque l'on déforme le matériau. Enfin, lorsque l'on élève la température de polymères peu réticulés, on peut assister à une phase d'écoulement visqueux, correspondant au désenchevêtrement des chaînes. Ce dernier comportement est utilisé pour mettre en forme les matières plastiques.

Dans la figure I.15 on distingue les plateaux vitreux et caoutchoutique, significatifs des deux états possibles des polymères. La zone autour de T_g est une zone où le comportement est très dépendant de la température d'utilisation. La dépendance à la température n'affecte évidemment pas uniquement le modèle d'élasticité mais toutes les autres propriétés observables, à savoir la limite d'élasticité, les propriétés plastiques et à rupture [30].

Les polymères étant utilisés la plupart du temps à température ambiante, on dit qu'ils sont élastomères si leur température de transition vitreuse est inférieure à la température

ambiante (comportement caoutchoutique); ils sont plastomères (comportement rigide) dans l'autre cas [20,31].

La nature du polymère, sa masse moléculaire moyenne, son degré de polymérisation, sa structure influent énormément sur la largeur de ces différents domaines et sur leur seuil d'apparition en fonction du temps ou de la température.

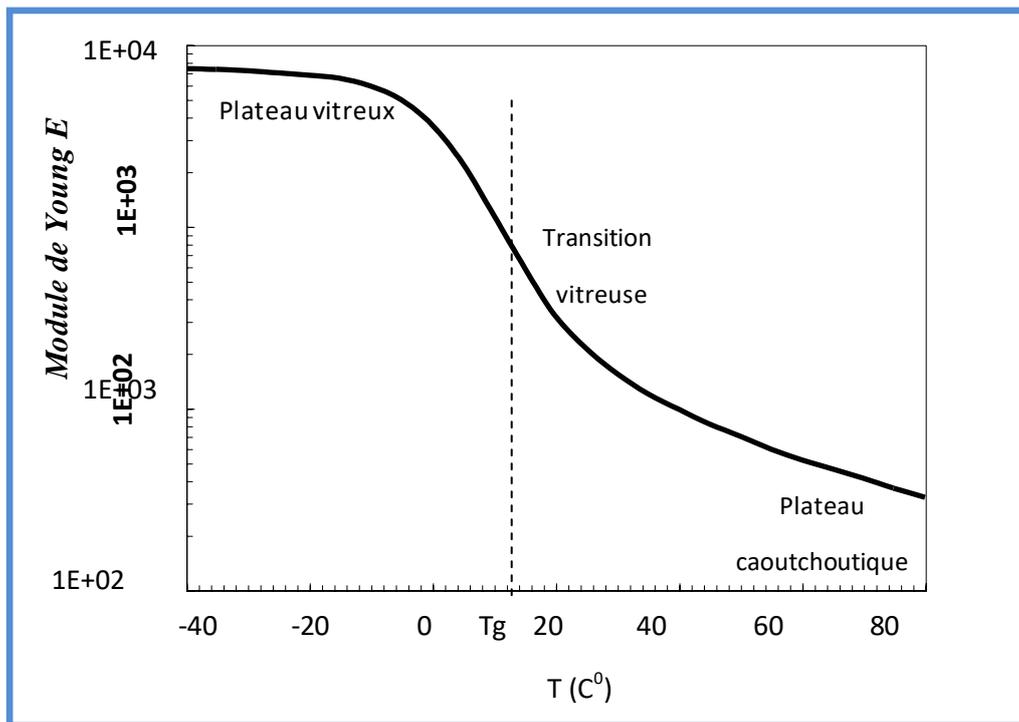


Figure I.15 : Différents comportements mécaniques d'un polymère amorphe typique (PBU) en fonction de température [30].

I.7.2. Dépendance au temps

Les polymères ont un comportement fortement dépendant au temps qui peut être caractérisé par la réversibilité retardée ou différée de leur déformation dans le temps. Des essais de fluage-recouvrance peuvent mettre en évidence la présence de déformations différées (figure I.16). Un essai de fluage-recouvrance consiste à appliquer brutalement à un échantillon une contrainte maintenue constante σ_0 sur une durée suffisamment longue avant de la supprimer, et suivre la réponse en déformation en fonction du temps.

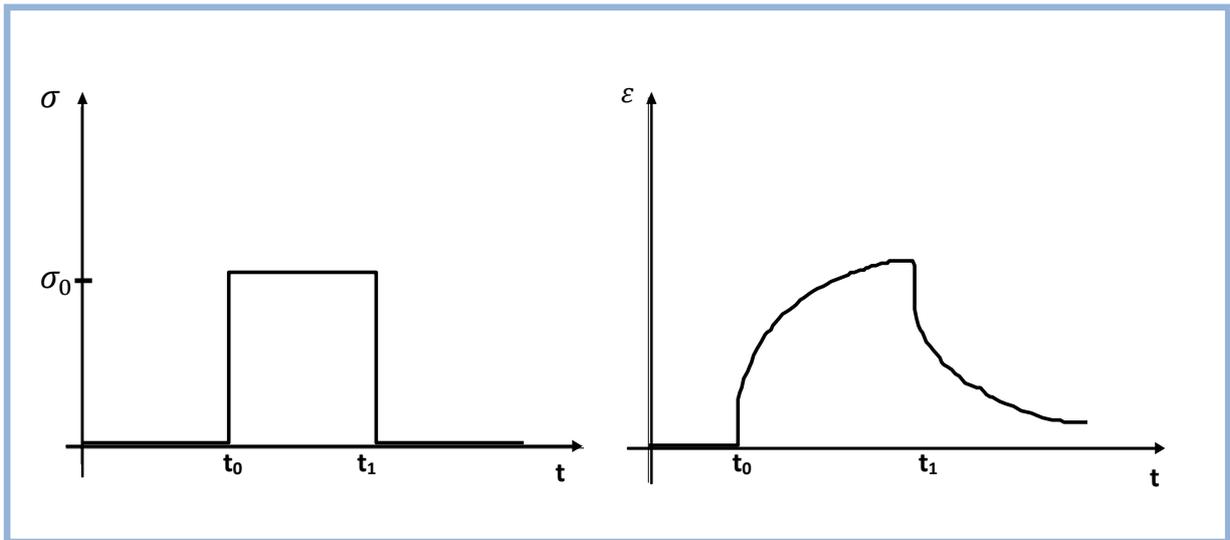


Figure I.16 : Réponse d'un polymère élasto-viscoplastique lors d'un essai de fluage [30].

La figure I.16 montre qu'à l'instant t_0 pour atteindre la contrainte de maintien σ_0 un saut de la déformation a lieu, correspondant à l'élasticité instantanée du matériau, et puis une augmentation progressive dans le temps est observée. En revanche, lorsque la contrainte de maintien est supprimée, on assiste à une contraction élastique immédiate de l'échantillon suivie d'un retour différé vers sa longueur initiale. L'essai de relaxation met clairement en évidence la réversibilité retardée de la contrainte. Un essai de relaxation consiste à imposer à un échantillon une déformation constante ε_0 et suivre la contrainte qui en résulte en fonction du temps (figure I.17).

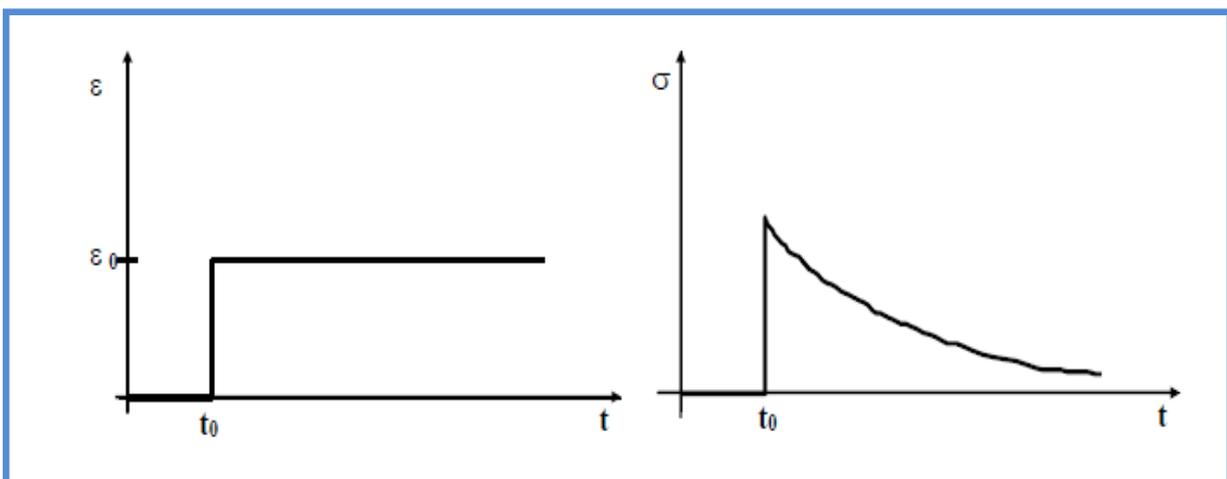


Figure I.17 : Réponse d'un polymère élasto-viscoplastique lors d'un essai de relaxation [30].

Ces essais simples de fluage et de relaxation, montrent que pour établir une relation entre la contrainte σ et la déformation ϵ , il faut trouver les relations liant la contrainte et la déformation à la vitesse de chargement $\dot{\sigma}$, ou à la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$.

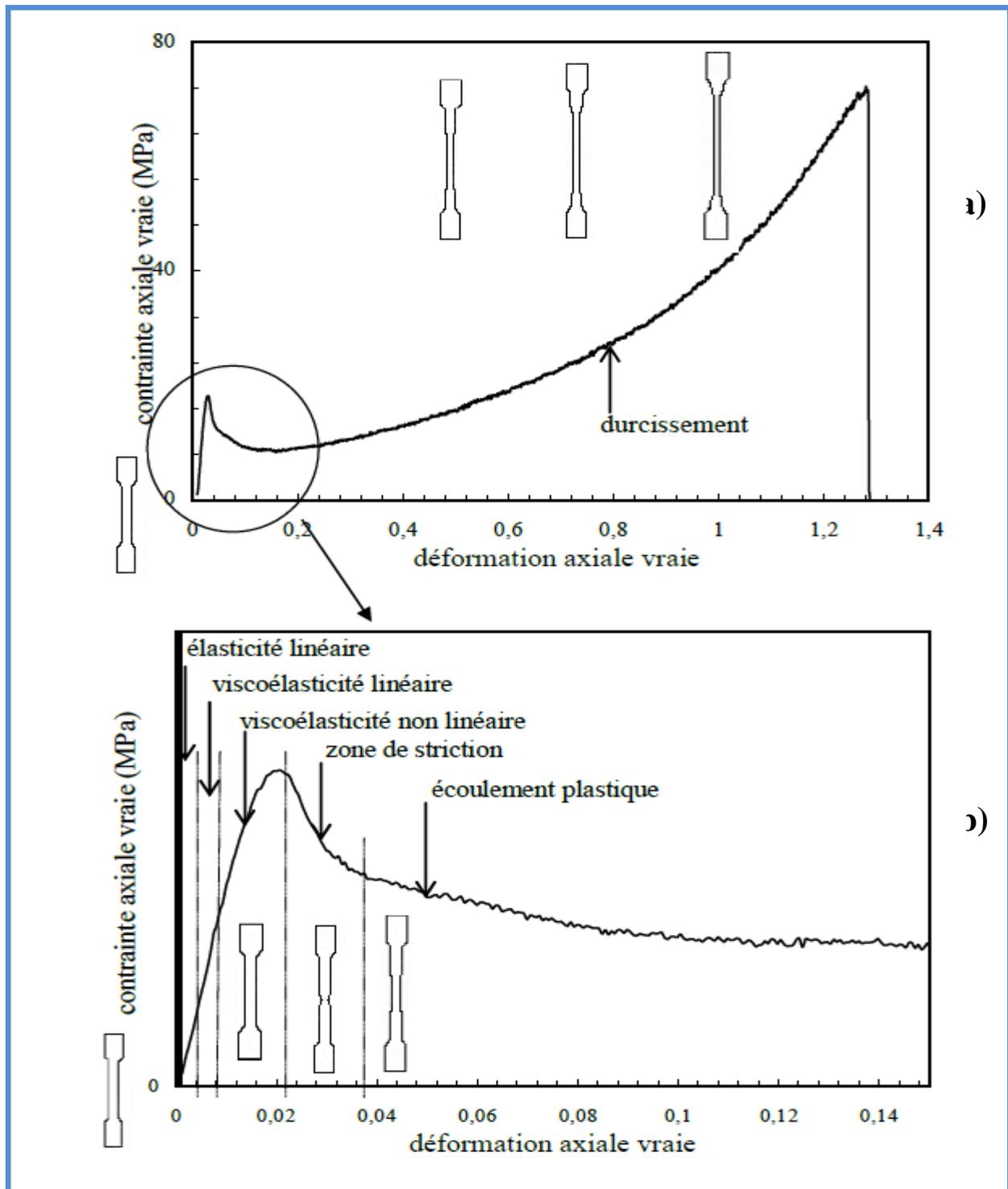


Figure I.18 : Courbe contrainte-déformation (essai de traction monotone) d'un polymère thermoplastique représentatif (PLA) avec mise en évidence des différents domaines identifiables [32].

L'effet de la vitesse de déformation sur le comportement mécanique des polymères, une conséquence de leur dépendance au temps, est aussi important que la température, l'augmentation de la vitesse de déformation ayant le même effet que la diminution de la température.

I.8. Propriétés thermiques et électriques

En tant que matériaux organiques, les polymères et les plastiques ont, à quelques exceptions près, une stabilité thermique bien plus faible que celle des métaux, surtout au contact de l'oxygène. Le tétrafluoréthylène, qui fait exception parmi les polymères communs, possède une stabilité thermique très élevée, car il n'a que des liaisons C-C et C-F, toutes deux très stables. Lorsqu'ils sont chauffés à des températures de plus en plus élevées, les matériaux thermoplastiques passent lentement de l'état solide plus ou moins rigide à l'état de liquide très visqueux. Même si sous l'effet de la chaleur les matériaux thermodurcissables ne perdent pas leur rigidité de façon appréciable, un chauffage trop intense ou prolongé provoque un durcissement excessif, une contraction, une carbonisation ou une désintégration. Les coefficients de dilatation thermique des plastiques (de 4 à 20 x 10⁻⁵/°C; de 2 à 11 x 10⁻⁵/°F) sont beaucoup plus élevés que ceux des métaux ordinaires (de 1.0 à 2.5 x 10⁻⁵/°C; de 0.6 à 1.4 x 10⁻⁵/°F). En général, les polymères et les plastiques dérivés sont de bons isolants électriques; certains excellents même, comme le polytétrafluoréthylène.

I.8.1. Résistance au feu

Les plastiques se comportent différemment sous l'action du feu: certains s'enflamment, d'autres brûlent rapidement ou lentement, et d'autres sont auto-extinguibles. La nature des polymères et des substances comme les charges, les matériaux de renforcement, les plastifiants ou les adjuvants ignifugeants, déterminent le degré d'inflammabilité.

Les polymères halogénés, tel que le PVC ou le PVC chloruré, sont naturellement ignifuges; lors qu'ils sont chauffés, ils libèrent des gaz halogènes qui interrompent la réaction d'oxydation en chaîne par radicaux libres. Cependant, si l'on ajoute des plastifiants, le PVC devient inflammable. La résistance au feu des plastiques peut être améliorée par l'adjonction d'adjuvants appropriés [33] ou par l'emploi de polymères naturellement ignifugeants.

Les produits de combustion de la plupart des plastiques sont semblables à ceux du papier, du bois et des tissus, car leurs composants chimiques sont semblables. Cependant, la nature des produits de combustion ne dépend pas que des composants chimiques du matériau, mais aussi des conditions de la combustion. Par exemple, s'il y a suffisamment d'air, les produits principaux de la combustion de la plupart des plastiques, des tissus et du bois, sont le bioxyde de carbone (non dangereux) et l'eau. S'il n'y a pas assez d'air, il y a dégagement de grandes quantités de monoxyde de carbone (toxique) et de fumée. De plus, les plastiques ignifugeants produisent une fumée épaisse qu'on ne peut pas chasser facilement par ventilation. Si ces matières renferment à l'état combiné, du chlore, du fluor, de l'azote et du soufre (ou leurs dérivés), la fumée contiendra aussi tous ces éléments ou leurs dérivés.

I.8. 2. Apparence

Plusieurs polymères sont naturellement transparents, d'autres translucides, quelques-uns opaques. Il en est de même pour les plastiques dérivés, qui selon la nature des constituants, offrent tout un éventail de propriétés optiques. Les polymères amorphes rigides exempts de charges et autres impuretés sont isotropes à la lumière visible; leur forte transparence se rapproche de celle du verre, surtout lorsqu'ils sont fabriqués de façon à éviter l'orientation des molécules et l'écoulement. Le poly (méthacrylate de méthyle) est un exemple typique d'un tel polymère.

Les mélanges de plastiques résistant au choc, et les plastiques à base de polymères cristallins sont habituellement formés à partir de phases solides de densités différentes: ils ont ainsi une apparence allant du translucide à opaque. Par exemple, dans le cas de certains produits en polyéthylène épais, la matière cristalline a une densité bien plus forte (environ 1.01) que les parties amorphes (de 0.84 à 0.85), ce qui rend le produit opaque. L'adjonction en quantité appropriée de certains pigments ou de certaines charges peut aussi rendre translucides ou opaques les polymères et les plastiques [33].

I.9. Le Polyéthylène

Le polyéthylène (sigle générique PE), un polymère semi cristallin obtenue par polymérisation de l'éthylène. Simples et peu chers à fabriquer, les PE constituent la matière plastique la plus commune, représentant avec 100 millions de tonnes, environ un tiers de l'ensemble des plastiques produits en 2018 [6] et la moitié des emballages, et concerne un nombre incalculable d'industries, de segments et d'applications. Le PE permet d'emballer les produits alimentaires de façon économique tout en prolongeant leur durée de vie, de transporter et de distribuer des produits chimiques en toute sécurité, d'acheminer l'eau potable auprès des populations, de protéger les carrosseries des voitures neuves contre les rayures, et pléthore d'autres applications utiles de la vie quotidienne.

Le PE a fait l'objet de nombreux travaux et est souvent considéré comme un matériau modèle pour l'étude du comportement mécanique vu sa structure semi cristallin (amorphe et cristalline au même temps). Le développement d'une loi de comportement efficace passe par la compréhension et la modélisation des phénomènes microstructuraux.

Le polyéthylène qui appartient à la famille des polyoléfines est un important polymère de synthèse de la pétrochimie avec le polypropylène (PP), le PVC et le polystyrène (PS). Sa température de transition vitreuse est très basse (voisine de $-110\text{ }^{\circ}\text{C}$) et son point de fusion peut selon les grades atteindre $140\text{ }^{\circ}\text{C}$, mais sa résistance mécanique fléchit nettement dès $75\text{ }^{\circ}\text{C}$ à $90\text{ }^{\circ}\text{C}$. Contrairement au polypropylène, la température d'utilisation ne peut excéder le point d'ébullition de l'eau. Sa nature paraffinique explique sa grande inertie chimique. Il existe différents types de polyéthylènes dont les homopolymères à basse densité (LDPE) et à haute densité (HDPE), et des copolymères (LLDPE, plastomères, par exemple).

Sa combustion dégage différents gaz (plus de 200, potentiellement, dont certains sont toxiques : furanes, acétaldéhyde, hydrocarbures insaturés ou aromatique (benzène), acide acétique, mais aussi monoxyde d'azote, monoxyde de carbone et CO_2 , considérés comme des polluants atmosphériques [34, 35].

Cette partie présente un bilan des connaissances sur le polyéthylène, et l'état de l'art technologique concernant différents points d'intérêt de nos recherches. Compte tenu de l'application qui nous intéresse en PEHD, nous examinerons dans un premier temps les modalités de synthèse et de mise en œuvre. Où, les différentes structures et formations cristallines, ainsi que la cristallisation des matériaux semi-cristallins sont discutées. Les

propriétés mécaniques seront traitées, plus spécifiquement en ce qui concerne la notion de molécules de liaison.

I.10. Classification des polyéthylènes :

Les polyéthylènes sont classés en fonction de leur densité qui dépend du nombre et de la longueur des ramifications présentes sur les chaînes moléculaires.

PE-BD, polyéthylène basse densité (*LDPE, low-density polyethylene*)

PE-BDL, polyéthylène à basse densité linéaire (*LLDPE, linear low-density polyethylene*)

PE-HD, polyéthylène haute densité (*HDPE, high-density polyethylene*)

PE-UHPM, polyéthylène à masse molaire élevée (*UHMWPE, ultra-high-molecular-weight polyethylene*)

PE-R, polyéthylène réticulé (*PEX, cross-linked polyethylene*)

PE-RHD, polyéthylène réticulé à haute densité (*HDXLPE, high density cross-linked polyethylene*)

PE-MD, polyéthylène à moyenne densité (*MDPE, medium density polyethylene*)

PE-TBD, polyéthylène à très basse densité (*VLDPE, very low density polyethylene*)

Selon le procédé de polymérisation, dont nous parlerons dans le paragraphe suivant, les polyéthylènes peuvent être dits de "basse densité" (PEBD), de "haute densité" (PEHD), linéaires (PEL) ou à haut poids moléculaire PE-UHPM, polyéthylène de masse molaire très élevée (UHMWPE).

I.11. Synthèse et procédés de Polymérisation

Le polyéthylène est issu de la polymérisation du monomère éthylène seul pour former un homopolymère, ou en présence d'un comonomère de type 1-alcène pour former un copolymère. Les deux voies essentielles pour fabriquer des polyéthylènes hauts densité sont des réactions de polymérisation catalysées par des systèmes à base d'oxyde de chrome ou des composés organométalliques de type Ziegler-Natta. La polymérisation effectuée en suspension continue, utilise un procédé de catalyse à basse pression. Depuis quelques années est apparue une voie de synthèse catalytique à base d'espèces dites métallocènes, permettant d'accéder à des PE plus homogènes. [9, 36]

I.12. Procédés de polymérisation :

-Le procédé Standard Oil :(procédé Zletz), basé sur l'emploi d'un catalyseur à l'oxyde de molybdène, est maintenant, à notre connaissance, totalement abandonné.

-Le procédé Phillips : est basé sur l'emploi d'un catalyseur à l'oxyde de chrome hexavalent (CrO₃) sur un support de silice et/ou d'alumine.

Le premier procédé Phillips consistait en une polymérisation en solution dans le cyclohexane. Il a été largement supplanté par des procédés beaucoup plus économiques en énergie, dans lequel la réaction s'effectue en suspension dans un hydrocarbure liquide, généralement l'isobutane. La température du milieu, qui est de l'ordre de 100 C°, règle la masse molaire du polymère, la pression devant être suffisante (≈ 3 MPa) pour que le milieu reste liquide [4,36].

-Le procédé Ziegler : est fondé sur l'emploi d'un catalyseur à base de tétrachlorure de titane associé à un composé organométallique : un chlorure d'alkyl-aluminium. Les premières unités de polymérisation en solution ont peu à peu laissé la place à d'autres fonctionnant en suspension dans un hydrocarbure du type hexane. Les températures de réaction sont généralement légèrement inférieures à 100 C° et la pression est de quelques méga-pascals. Le degré de copolymérisation dépend des proportions relatives d'éthylène et de comonomère dans le milieu réactionnel. La masse molaire est contrôlée par un agent de transfert qui est l'hydrogène [4,37].

-Les récents procédés en phase gazeuse et à lit fluidisé : basés sur des catalyseurs Phillips ou Ziegler, sont les plus intéressants car, d'une part, ils ne nécessitent plus l'emploi de grandes quantités de solvant et, d'autre part, la capacité des réacteurs est beaucoup plus importante. En outre, ils permettent d'obtenir dans le même réacteur les autres polyéthylènes linéaires moyenne densité et basse densité.

Le procédé Unipol d'Union Carbide repose sur un catalyseur au chrome et la capacité des réacteurs atteint 200 kT par an.

La taille des installations de polymérisation en phase gazeuse en lit fluidisé est limitée par l'évacuation de la chaleur de réaction [4].

L'amélioration des techniques d'échange thermique (*procédé supercondensé, procédé haute productivité*) [37] va permettre d'augmenter encore la taille des installations avec des investissements limités.

Le tableau I.1, rassemble quelques synthèses de certains types de polyéthylène commercialement connus

<i>Nom</i>	<i>Sigle en français</i>	<i>Sigle en anglais</i>	<i>Abréviation selon la norme EN ISO 1043-1</i>	<i>Synthèse</i>
Polyéthylène à très basse densité	PE-TBD	VLDPE, <i>very low density polyethylene</i>	PE-VLD	Catalyse de Ziegler-Natta à basse pression (< 10 bar) et catalyse métallocènes (mPE-TBD)
Polyéthylène à basse densité linéaire	PE-BDL	LLDPE, <i>linear low-density polyethylene</i>	PE-LLD	Copolymérisation avec des oléfines par catalyse de Ziegler-Natta à basse pression (< 10 bar)
Polyéthylène basse densité	PE-BD	LDPE, <i>low-density polyethylene</i>	PE-LD	Polymérisation radicalaire sous très haute pression
Polyéthylène moyenne densité	PE-MD	MDPE, <i>medium-density polyethylene</i>	PE-MD	Catalyseur Phillips
Polyéthylène haute densité	PE-HD	HDPE, <i>high-density polyethylene</i>	PE-HD	Catalyse de Ziegler-Natta et catalyse métallocène (mPE-HD)

Tableau I.1 : Synthèses de certains types de polyéthylène.

I.13. Le Polyéthylène Haute Densité

Le polyéthylène haute densité est obtenu par des procédés de polymérisation de l'éthylène à basse pression, seul ou avec des comonomères. Les premières unités de production datent du milieu des années cinquante. La première fut construite en 1955 par la société Phillips au Texas. Ce fut ensuite Hoechst qui démarra la première unité selon le procédé Ziegler en 1956 [4]. Dans les années soixante, des améliorations furent apportées au procédé Ziegler par l'utilisation de catalyseurs superactifs permettant de supprimer la coûteuse opération d'élimination des résidus catalytiques.

Les développements les plus récents proviennent des procédés de polymérisation en phase gazeuse (en 1964) ; Union Carbide a définitivement amélioré le procédé en phase gazeuse et l'industrialisé dans les années quatre-vingt et, aujourd'hui, de nombreux licenciés utilisent cette technologie [4].

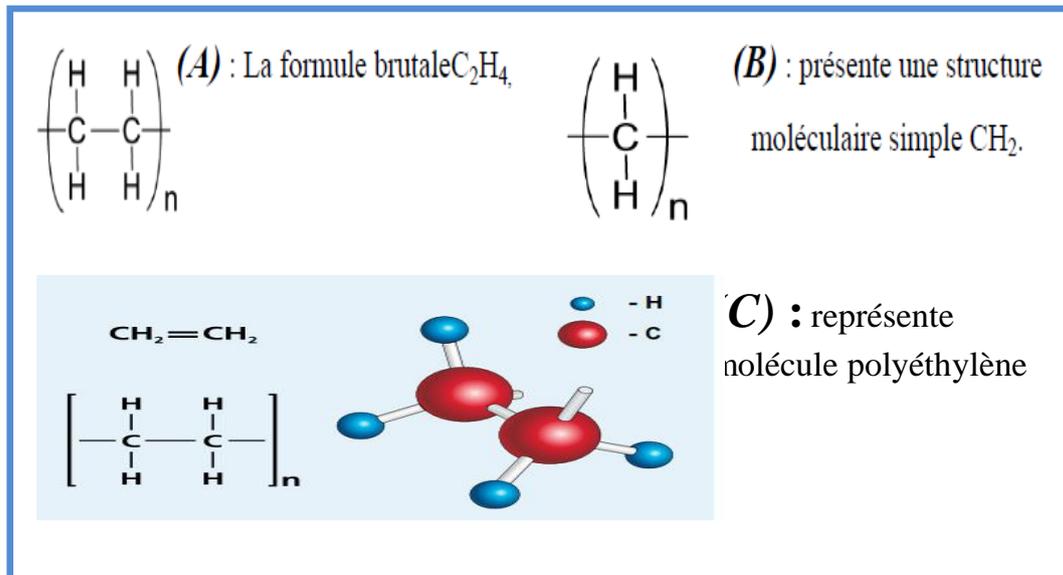


Figure I.19 : L'architecture d'un monomère de PEHD [4].

I.14. Présentations commerciales de PEHD :

Le PEHD est habituellement présenté sous forme de granulés cylindriques ou lenticulaires de quelques millimètres (figure I.19). Ces granulés sont incolores et translucides à l'état naturel. Certaines applications nécessitent l'utilisation de compounds colorés dans la masse, qui sont livrés ainsi par certains producteurs. En sortie du réacteur de polymérisation, le PEHD se présente sous forme de poudre (fluff). Il peut être commercialisé sous cette forme pour certaines applications. Certains produits de masse molaire élevée ne sont commercialisés que sous cette forme. D'autres applications telles que le roto-moulage nécessitent l'emploi de poudre issue de granulés broyés finement.

Le PEHD est généralement conditionné dans des sacs de 25 kg palettisés. Il peut également être livré en vrac (dans des citernes) ou en demi-vm (dans des caisses en carton ou des conteneurs souples) [4].



Figure I.20: Matière première de production de polyéthylène [38].

I.15. Mise en œuvre

Les matériaux utilisés dans cette étude actuelle sont constitués de tuyaux en polyéthylène haute densité, qui ont été produits par un procédé d'extrusion.

L'extrusion est une technique de fabrication continue (figure I.21) de feuilles, de plaques, de tubes et de profilés. La matière plastique est introduite, sous forme de poudre ou de granulés (figure I.20), dans un cylindre chauffé. A l'intérieur de celui-ci tourne une vis sans fin assurant le transport et l'homogénéisation de la masse fondue. Cette masse plastique est ensuite pressée à travers une matrice d'extrusion ou une filière, qui donne la forme finale à la section de l'extrudât. Le produit extrudé est refroidi puis coupé en longueur [13].

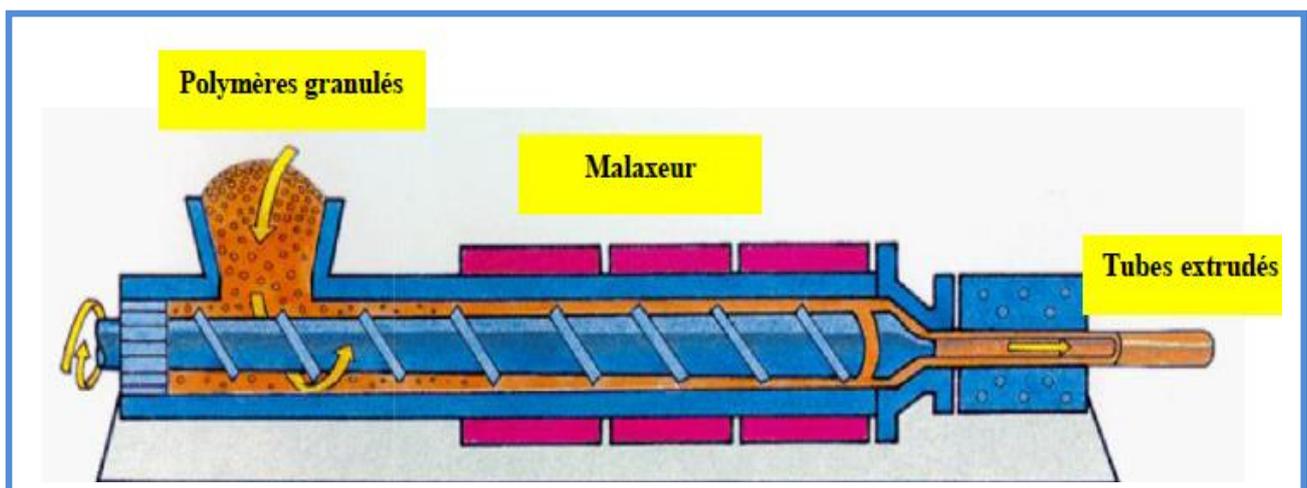


Figure I.21: Représentation d'une machine d'extrusion des tubes [13].

Des autres techniques pour la fabrication (figure I.22) comme l'injection et le calandrage.

L'injection est une technique de production (figure I.22-a) de pièces détachées en plastique. Comme pour l'extrusion, la matière plastique est fondue et homogénéisée dans un cylindre chauffé. La vis est de plus utilisée comme piston pour injecter la masse fondue dans un moule fermé. Après refroidissement, ce moule est ouvert et la pièce plastique en est ôtée [33,38].

Le PEHD peut être transformé par d'autres techniques :

- Extrusion de films par technique "Chill – Roll";
- Production de fils et de fibres à partir de film extrudé – soufflés (fibrillation) ;
- Production de fils par filage.

La température d'extrusion de 200° (entrée) à 240°C (filière) [14].

Une autre technique pour la fabrication (figure I.22-b) des feuilles est le calandrage. Dans cette technique, la matière préchauffée passe entre plusieurs calandres, c'est-à-dire de grands rouleaux métalliques qui forcent la masse plastique à prendre la forme d'une feuille de l'épaisseur voulue. Cette technique est proche du laminage de la tôle. Les feuilles peuvent recevoir en même temps un relief, quand la dernière calandre est gravée.

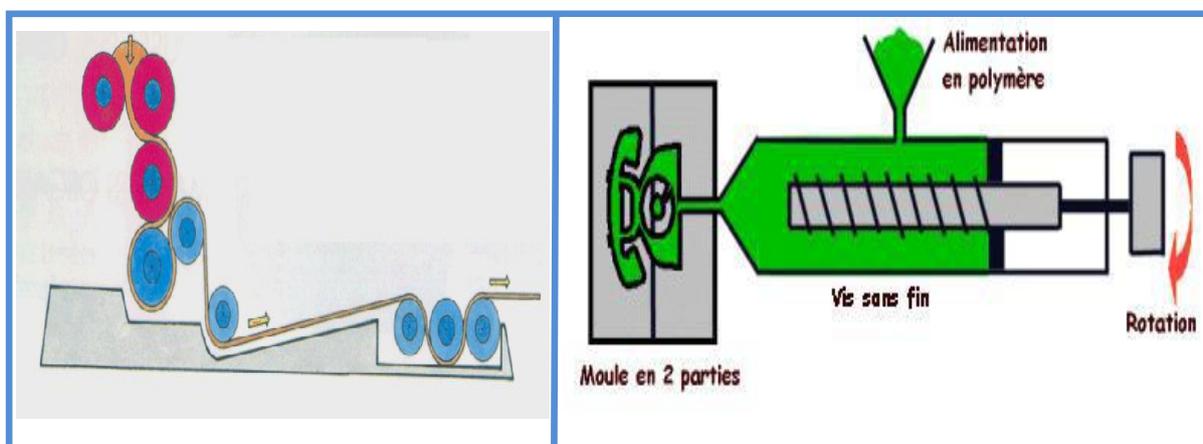


Figure I.22 : Techniques pour la fabrication: (a)-procédé de calandrage ; (b)- presse de l'injection [33]

I.16. Cristallisation de PE

La description d'un système semi-cristallin comme le polyéthylène passe par la considération de l'organisation à différents niveau d'échelles [38]:

- l'échelle de quelques Angström correspond à l'arrangement conformationnel des chaînes dans la phase amorphe et dans la phase cristalline,

- l'échelle de quelques dizaines de nanomètres correspond à l'empilement régulier de lamelles cristallines et de couches amorphes,
- l'échelle du micron correspond à l'arrangement des lamelles cristallines et amorphes qui s'organisent en superstructure sphérolitique par suite de la croissance cristalline radiale à partir du centre de nucléation (figure I.23-c).

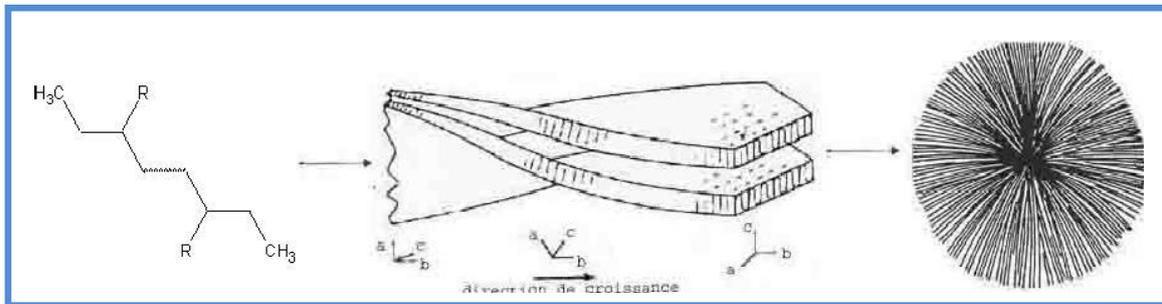


Figure I.23 : Différentes échelles d'organisation d'un polymère semi-cristallin [9]:
 (a) conformation de chaîne, (b) lamelles cristallines, (c) sphérolite.

La cristallisation des polymères se décompose en deux étapes [9]: la germination et la croissance. L'étape de germination consiste à former les premiers nucléi ou les germes cristallins ; elle est donc favorisée par une forte surfusion qui stabilise les germes du fait de la diminution de l'agitation thermique. L'étape de croissance quant à elle permet le développement des cristaux à partir des germes formés ; cette étape sera d'autant plus favorisée que la surfusion sera faible par suite de la chute de viscosité qui facilite le transport des macromolécules de la phase fondue vers la surface de croissance des cristaux.

I.16.1. Mécanismes de cristallisation

I.16.1.1. Germination

Des fluctuations de densité d'origine thermique dans le fondu peuvent conduire à la formation de zones, appelées germes, où l'organisation des molécules est celle du cristal, causant une variation d'enthalpie libre du système. Néanmoins, même pour des températures inférieures à T_{f0} où la phase solide est la plus stable [9], la création d'un germe n'est pas systématique. En réalité il existe une taille critique au-dessous de laquelle le germe cristallin est stable. Ce phénomène résulte de l'équilibre entre les contributions volumique et surfacique de l'enthalpie libre [4].

Il existe plusieurs types de germination, mais dans le cas de polymères elle est principalement hétérogène, c'est-à-dire que le cristal croît à partir de la surface d'un corps étranger (germination secondaire ou tertiaire). En effet cela permet de réduire l'énergie libre de surface du germe (terme surfacique défavorable à la création d'interface solide / liquide) et donc sa taille critique. Les germes sont alors formés par l'accolement de segments de chaînes sous forme de blocs parallélépipédiques sur le substrat [9], comme le montre la Figure I.24.

Le dépôt successif des blocs élémentaires sur le substrat permet au germe d'atteindre sa taille critique et de perdurer.

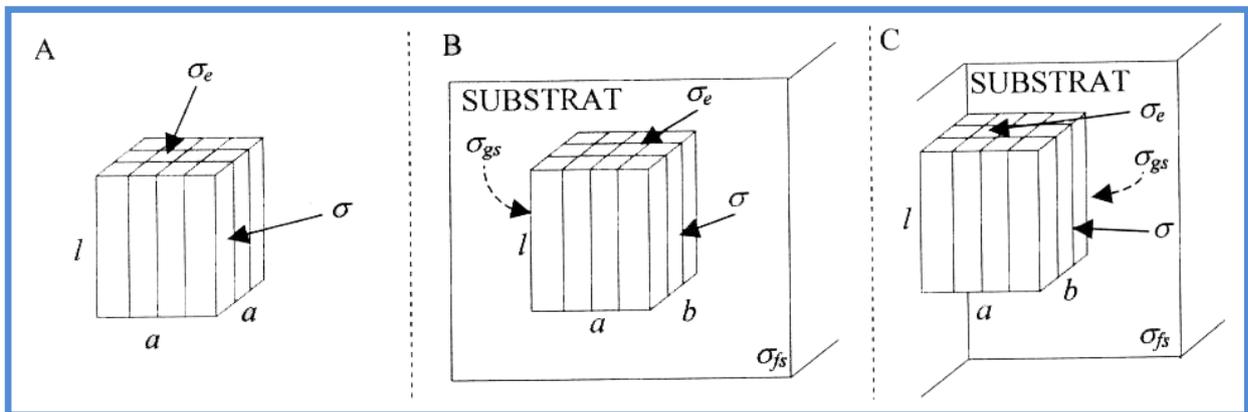


Figure I.24 : Schéma de la germination dans le PE [9] :

(A) germination primaire, (B) germination secondaire, (C) germination tertiaire

I.16.1.2. Croissance

Une fois le germe formé, la croissance s'effectue par dépôt successif de blocs sur les surfaces latérales du germe initial [40], qui constituent les surfaces de croissance du cristal. Il résulte que l'épaisseur initiale du germe est sensiblement conservée en régime de cristallisation isotherme, et définit l'épaisseur cristalline [41,42,43,44].

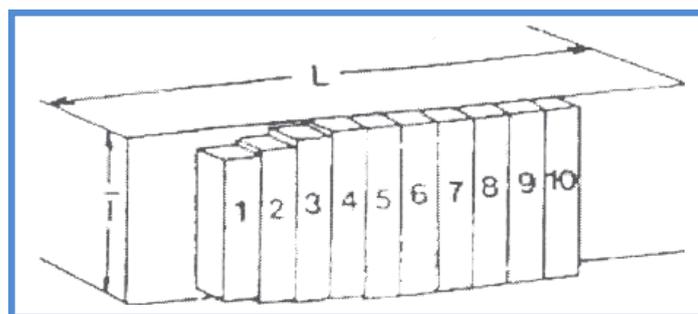


Figure I.26 : Schéma du mécanisme de croissance cristalline [9]

Si on note i et g comme étant respectivement la vitesse de dépôt des germes secondaires et la vitesse de déposition des germes tertiaires (remplissage d'une couche), la vitesse de croissance des lamelles cristallines G peut s'exprimer à partir de ces deux paramètres, en fonction du régime de croissance. On distingue trois régimes de croissance en fonction de la domination de l'une de ces deux vitesses [9,42,43] (Figure I.27).

- Pour de faibles surfusions, la germination est difficile. Il s'agit du Régime I dit de mononucléation. Dans ce cas, le remplissage est beaucoup plus rapide que la création d'un germe secondaire. Ainsi, la vitesse de croissance G est limitée par la vitesse de dépôt des germes secondaires : $G \propto i$.

- Pour des températures intermédiaires, Régime II, les deux vitesses sont voisines. Le remplissage d'une couche a lieu en même temps que la création des couches. La vitesse de croissance s'écrit donc : $G \propto (ig)^{1/2}$.

- Pour de fortes surfusions, Régime III, la vitesse de dépôt des germes secondaires est très élevée et le remplissage d'une couche devient lent. Dans ce cas, la vitesse de croissance cristalline s'écrit à nouveau comme $G \propto i$ [39].

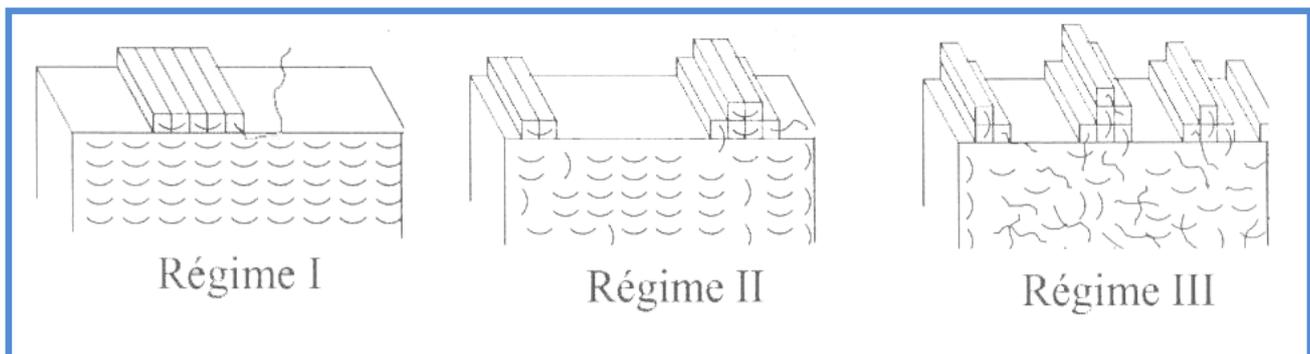


Figure I.27 : Régimes de croissance cristalline [43]

Il faut noter que la vitesse de croissance cristalline peut aussi être gouvernée par la diffusion des chaînes macromoléculaires jusqu'au front cristallin. La vitesse de cristallisation globale dans la théorie de Lauritzen-Hoffman tient compte de ces deux facteurs indépendants et est exprimée comme le produit de la vitesse diffusion des chaînes (faible au voisinage de la température de transition vitreuse) et de la vitesse de croissance G (faible à hautes températures s'approchant à la température de fusion).

La Figure I.27 montre l'organisation en surface des lamelles cristallines telle qu'envisagée par la théorie en question. L'organisation des chaînes macromoléculaires se fait

par repliements plus ou moins réguliers lors du dépôt de chaque « stem » cristallin. On peut alors noter que le repliement de chaîne à la surface des lamelles cristallines est dépendant du régime de cristallisation, et que dans le cas du régime III, ce repliement se fait de manière largement aléatoire [43].

I.17. Influence des paramètres moléculaires sur la cristallisation de PE

Mis à part les conditions thermiques, la cristallisation dépend de l'architecture moléculaire du polyéthylène. L'augmentation de la masse molaire est un facteur de ralentissement à la diffusion des macromolécules dans le fondu par le biais de l'augmentation de la viscosité (effet d'enchevêtrement). La masse molaire peut aussi jouer sur le régime de cristallisation, étant donné que la vitesse de remplissage de la surface de croissance du cristal g est beaucoup plus dépendante de la reptation que la vitesse de germination secondaire i . Les chaînes longues auront tendance à favoriser la nucléation du fait de leur mobilité réduite.

La présence de branchements longs accélère la cinétique globale de cristallisation pour les mêmes raisons que la masse molaire. Ce phénomène s'explique très bien dans le cadre du modèle de reptation proposé par de Gennes [44] car les branchements longs constituent des points de friction important pour le glissement des chaînes qui favorisent la germination.

Les motifs comonomères comportant plus de 2 carbones sont rejetés de la phase cristalline à plus de 95%, entraînant avec eux une partie des séquences éthyléniques potentiellement cristallisables de la chaîne principale. L'éjection des comonomères dans la phase amorphe perturbe alors le mécanisme de repliement de la chaîne. L'idée que la présence de défauts structuraux tels que les branchements puisse générer des cristaux de type micelle frangé au lieu des lamelles à chaîne repliée est de nos jours pratiquement abandonnée, à l'exception des systèmes à très fort taux de comonomère et très faible cristallinité. De façon générale, quand la concentration en comonomère augmente, les lamelles deviennent plus courtes et peuvent éventuellement se dégrader en petites cristallites, ou permettre le développement d'une zone interfaciale. Dans le cas de copolymères de l'éthylène avec l'héxène, où le motif latéral butyle est exclu de la lamelle, l'épaisseur cristalline est gouvernée par la longueur des séquences éthyléniques cristallisables. La cristallisation débute par la sélection des chaînes ayant les séquences libres de tout comonomère les plus longues [9]. Ainsi, les copolymères issus de catalyse induisant une distribution uniforme des comonomères auront une distribution étroite de la longue période

inter- cristalline. En revanche, les copolymères de type ZN bimodaux auront une distribution large et asymétrique de la longue période du fait de l'hétérogénéité de distribution des comonomères. Nous verrons ainsi que le rôle du comonomère est très important car il influence la densité de molécules de liaison, par l'intermédiaire du taux de cristallinité et de la longue période [9,43].

I.18. Comportement mécanique du polyéthylène

Les propriétés des matériaux polymères sont beaucoup plus sensibles que celles des métaux aux influences extérieures, telles que la température, la durée, l'intensité et le type de chargement, les radiations UV et les agents chimiques. Le comportement mécanique des polymères solides diffère du modèle élastique à cause de l'existence d'une viscosité interne.

La viscosité est le phénomène de déformation au cours du temps, sous le même niveau de chargement et d'environnement (cette déformation est appelée déformation différée).

Le comportement mécanique des matériaux est caractérisé par le type et l'amplitude de leur réponse aux forces extérieures appliquées et aux déformations qui en résultent. Dans le cas des polymères, ces réponses dépendent fortement de la température, mais aussi de la vitesse et de l'intensité du chargement [2].

Pour le polyéthylène, trois types de comportements sont distingués, qui sont toutefois connexes et peuvent se superposer [5] :

- *déformation élastique instantanée* (réversibilité spontanée), La déformation purement élastique est observée, dans le cas des plastiques, quand ces derniers sont soumis à de très faibles niveaux de charges. Elle se produit spontanément lors de l'application de la charge, plus précisément elle augmente instantanément jusqu'à une valeur constante, elle diminue immédiatement à partir de la suppression de la charge, jusqu'à s'annuler. Elle est donc totalement réversible. Ce type de déformation purement élastique est à l'échelle du matériau, dû à la variation des distances atomiques et à la distorsion des angles de valence.

- *déformation viscoélastique dépendant du temps ou déformation de relaxation* (réversibilité en fonction du temps) ; La déformation viscoélastique ou de relaxation est une combinaison entre un comportement élastique et un comportement visqueux. La déformation augmente sous l'effet d'une charge jusqu'à atteindre une asymptote ; elle diminue à partir de la suppression de la charge d'abord rapidement, puis de plus en plus lentement, et finit par s'annuler complètement. Elle est donc réversible.

- *déformation viscoplastique dépendant du temps* (irréversibilité), la déformation visqueuse, contrairement à la déformation purement élastique, est irréversible et dépend du temps. L'état d'origine n'est pas retrouvé après la suppression de la charge. La déformation retardée résulte du mouvement des segments macromoléculaires et de leur glissement les uns par rapport aux autres pour atteindre une nouvelle position d'équilibre correspondant aux contraintes mises en jeu.

En règle générale, ce comportement mécanique peut être représenté par un modèle à 4 paramètres, construit à partir de la combinaison en série et en parallèle de ressorts et d'amortisseurs. Un ressort de module d'élasticité E_0 et un amortisseur de viscosité η_0 , combinés en série, constituent les éléments de base de la première partie de ce modèle viscoélastique. Le modèle entier correspond à la combinaison séquentielle de cette première partie avec l'assemblage, en parallèle, d'un ressort et d'un amortisseur, respectivement caractérisés par E_{rel} et h_{rel} . Le module d'élasticité, usuellement déterminé à partir des normes, correspond approximativement à la valeur de E_0 , étant donné qu'il est mesuré aux très faibles contraintes et dans un intervalle de temps relativement court (inférieur à une minute). Dans le cas d'une charge constante σ_0 , les comportements mécaniques élastique, visqueux et viscoélastique sont respectivement définis par les équations suivantes [2]:

$$\varepsilon_0 = \frac{\sigma_0}{E_0} \quad (\text{Élastique}) \quad (\text{I.4})$$

$$\varepsilon_v(t) = \frac{t\sigma_0}{\eta_0} \quad (\text{visqueux}) \quad (\text{I.5})$$

$$\varepsilon_{rel}(t) = \frac{1}{E_{rel}} \left(1 - e^{-\frac{t}{\tau}}\right) \cdot \sigma_0 \quad (\text{viscoélastique}) \quad (\text{I.6})$$

Avec : $\tau = \frac{\eta_{rel}}{E_{rel}}$

Le temps de fluage est le temps pour lequel $\varepsilon_{rel} = 0,632 \frac{\sigma_0}{E_{rel}}$ [5], lorsque $t = \tau$ dans l'équation I.6

La déformation totale qui est la somme des trois types de déformations des équations (I.4, I.5 et I.6), s'écrit sous la forme [2]: $\varepsilon_{tot} = \left[\frac{1}{E_0} + \frac{t}{\eta_0} + \frac{1}{E_{rel}} \left(1 - e^{-\frac{t}{\tau}}\right) \right] \cdot \sigma_0$ (1.7)

Il est également commun de définir le quotient, dépendant du temps, de la contrainte et de la déformation, soit $\frac{\sigma_0}{\varepsilon_{tot}(t)}$, il s'agit du module de fluage $E_f(t)$: $E_f(t) = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0 + \varepsilon_v(t) + \varepsilon_{rel}(t)}$ (1.8)

Le module de fluage diminue avec le temps étant donné que ε_v et ε_{rel} augmentent en fonction du temps.

Une des caractéristiques les plus remarquables des thermoplastiques semi-cristallins est leur faculté à subir une grande déformation plastique avant la rupture à température ambiante [2]. Ce phénomène provient en partie du fait que leur température de transition vitreuse (-100°C pour le PE) est située bien au dessous de la température ambiante [45] contrairement aux polymères vitreux pour lesquels la déformation est localisée dans les bandes de cisaillement fines. Pour les polymères semi-cristallins, la déformation plastique intervient de façon macroscopique et non homogène dans les tests de traction uniaxiale. Ce phénomène de déformation plastique appelé striction ou instabilité plastique a été largement étudié dans les recherches de Peterlin [46] et dans la publication de Ward [47].

La Figure I.18-b montre l'allure typique de la courbe contrainte-déformation nominale en traction uniaxiale et l'évolution du profil de l'éprouvette tandis que celle-ci est étirée à vitesse d'allongement constante. A partir de cette courbe, les différents types de déformation comme suit [2] :

- De 0 à A, il s'agit de la déformation élastique réversible du matériau due à la phase amorphe, du fait que le module de cette phase est beaucoup plus faible que celui de la phase cristalline. La courbe, initialement linéaire, fait apparaître un certain non linéarité juste avant le point A, par suite des effets élastoplastiques.
- Au point A, débute la striction qui correspond à une déformation hétérogène du matériau qui s'amorce sur un défaut au niveau de l'éprouvette. Des défauts structuraux dans les polymères peuvent tous conduire à une distribution non uniforme de la contrainte. Le phénomène de striction débute au seuil d'écoulement, lorsque l'éprouvette est soumise à une vitesse de déformation constante [2, 48].
- De A à B, la striction se forme jusqu'à stabilisation ;
- De B à C, la striction se propage le long de l'échantillon jusqu'au taux naturel de déformation ;
- Au delà de C, la déformation redevient homogène grâce à un durcissement structural lié à l'orientation des chaînes macromoléculaires dans le sens de l'étirement et l'augmentation de la fraction fibrillaire du matériau [2].

I.19. Conclusion

Les polymères représentent une branche de la chimie à part entière car avec des molécules dont la chimie est proche, on obtient des polymères aux propriétés physico-chimiques et mécaniques très différentes. Les uns sont des thermoplastiques solubles ou non dans l'eau, les autres des thermodurs insolubles et infusibles. Il existe de nombreuses familles de thermoplastiques classées selon leurs structures chimiques. L'avantage des thermoplastiques est de pouvoir les ramollir par chauffage et durcir par refroidissement, ils peuvent être mis en forme par injection, extrusion ou formage par moule à l'état ramolli. Ce processus est réversible, il peut être répéter un grand nombre de fois sans modification de la structure moléculaire et des propriétés des polymères. Le choix d'un thermoplastique pour une utilisation donnée dépend étroitement de deux facteurs, la température de transition vitreuse et la température de fusion.

La connaissance des mécanismes de la mécanique et la physico-chimie des matériaux polymères, dans la première partie du chapitre 1 de manière simple et schématique, permet aux praticiens et chercheurs de connaître et choisir les meilleurs matériaux à adapter à chaque situation de recherche.

L'un des objectifs de cette partie était de montrer la diversité du monde des polymères. Dans cette diversité, tous les aspects n'ont pas la même importance. Ainsi, Le chercheur doit être conscient que :

-Les matériaux polymères sont utiles principalement en raison de leurs propriétés mécaniques. Par rapport aux métaux, les polymères et les plastiques ont un faible module d'élasticité et leur rapport résistance/poids est plus élevé. Les objets et structures en plastique ont des degrés de résistance au choc très variables, allant de très fragile à très tenace.

-Le comportement des polymères à la déformation diffère de celui des métaux de construction en ce qu'il n'est pas seulement fonction de l'ordre de grandeur de la contrainte, mais également de la durée d'application.

L'un des polymères les plus importants à étudier est le polyéthylène. C'est la plus simple des polyoléfines, ces polymères constitués uniquement de carbone et d'hydrogène, et polymérisés par une double liaison. En raison de sa structure simple, il a servi de polymère modèle dans de nombreux laboratoires. De plus, la grande importance commerciale du

polyéthylène en tant que plastique cristallin a rendu les résultats immédiatement utilisables. Il a été étudié dans la deuxième partie du même chapitre et il en a été extrait ce qui suit :

Le polyéthylène est un matériau semi-cristallin. Cela signifie que, lorsque la matière à l'état fondu est refroidie en-dessous d'une certaine température (appelée température de cristallisation), une partie des macromolécules constituant le polymère s'organise en une structure régulière périodique : c'est la structure cristalline. Une autre partie de la matière ne s'organise pas lors de la solidification : c'est le domaine amorphe. A l'état solide, dans un matériau semi-cristallin le domaine ordonné cristallin coexiste avec le domaine désordonné amorphe [49].

La cristallisation est une transition thermodynamique du premier ordre. Elle peut donc être associée à une température de transition qui traduit l'équilibre entre le cristal et le liquide et à une enthalpie de transition qui traduit le caractère exothermique de la cristallisation [49-52].

Le comportement de la matière et la formation des soudures dans les plaques de PEHD sont étroitement liés à la température générée par la rotation de l'outil de soudage qui conduit à la cristallisation du joint de soudure, et cela ne peut être confirmé que par des expériences scientifiques sur les propriétés du PEHD avec le développement du taux de cristallisation après le processus de FSW. Ainsi, nous aborderons le soudage des plaques de polyéthylène retirées des tuyaux PEHD de distribution de gaz dans le troisième chapitre après une vue d'ensemble du procédé FSW dans le deuxième chapitre

*Chapitre II**Le soudage par Friction-Malaxage***II.1. Introduction**

Le procédé de soudage par friction malaxage (FSW) a montré ces dernières années son aptitude de réaliser des assemblages de bonne qualité, ce qui a amplifié la recherche et son développement. Ce procédé est breveté depuis 1991 par l'équipe d'institut du soudage TWI (*The Welding Institut*) en Grande Bretagne [53]. Cette nouvelle technique d'assemblage trouve son application progressive et innovateur qui a de nombreuses applications dans différentes branches de l'industrie, notamment les structures aéronautiques, automobiles et aussi bien dans les domaines de la construction navale et ferroviaire. Le procédé FSW présente par rapport aux procédés de soudage par fusion (conventionnels), beaucoup d'avantages qui lui font une technologie potentiellement attirante. Ce procédé utilise un outil mécanique spécifique non consommable. Cet outil produit de l'énergie thermique par son frottement avec les bouts des pièces à souder, grâce à la pression et sa rotation. De plus, ce procédé de soudage présente d'importants avantages en matière écologique: il n'y a aucune émission de fumées, ou rayonnements électromagnétiques. Aucun métal d'apport ou gaz de protection ne sont utilisés.

Le procédé de soudage FSW est bien adapté aux alliages d'aluminium d'épaisseur moyenne. Pour développer les conditions d'application du procédé à ces matériaux synthétiques, de nombreuses recherches scientifiques ont été menées. D'autres procédés de soudage par fusion sont confrontés à des limitations techniques et impliquent des procédures d'exécution plus contraignantes, permettant de distinguer le procédé FSW par sa simplicité. L'application du procédé de soudage FSW à d'autres matériaux soudables connus tels que les polymères, fait actuellement l'objet d'études de recherche. Pour le polyéthylène, la principale difficulté réside dans la sélection et la détermination des paramètres de soudage ainsi que la géométrie de l'outil qui diffère des outils utilisés pour le soudage des alliages d'aluminium et d'acier en termes de forme et du matériau de l'outil.

Dans ce chapitre, nous fournissons une description assez détaillée du procédé de soudage par friction-malaxage (FSW) et nous décrivons un type de soudage FSW, le soudage BT-FSW qui est une nouvelle technologie de soudage des polymères, qui permet de souder des plaques de polyéthylène. Ces plaques étaient auparavant soudées par des procédés de soudage FSW traditionnels par certains chercheurs. Les différents paramètres, mis en jeu dans le procédé FSW, sont rappelés dans ce chapitre. Nous présentons également quelques travaux de recherche menés lors des expérimentations scientifiques de certains polymères en étudiant l'évolution thermique et mécanique du matériau lors du soudage et nous mettons en lumière les difficultés rencontrées par les auteurs de ces travaux.

II.2. Principe du soudage par friction-malaxage

Le soudage par friction-malaxage (*Friction Stir Welding*) est un procédé de soudage à l'état solide qui consiste à assembler deux pièces à l'état pâteux grâce à un outil en rotation [53]. Cet outil comportant un épaulement et une tige coaxiale appelée "pion", d'une longueur à peine inférieure à l'épaisseur de la plaque, tourne à vitesse constante sur la ligne de contact entre deux plaques, en butée ou qui se chevauchent, ce qui provoque un ramollissement du matériau [54]. Le côté de la soudure de l'outil rotatif qui se déplace dans la même direction que la direction de déplacement, est communément appelé côté avançant (*Advancing Side*) de la soudure. L'autre côté, où la rotation de l'outil opposée à la direction de déplacement, est connu comme côté reculant de la soudure (*Retreating Side*) [4,53,55]. Les Figures II.1 et II.2, respectivement, montrent le schéma de procédure du soudage FSW et la procédure de FSW.

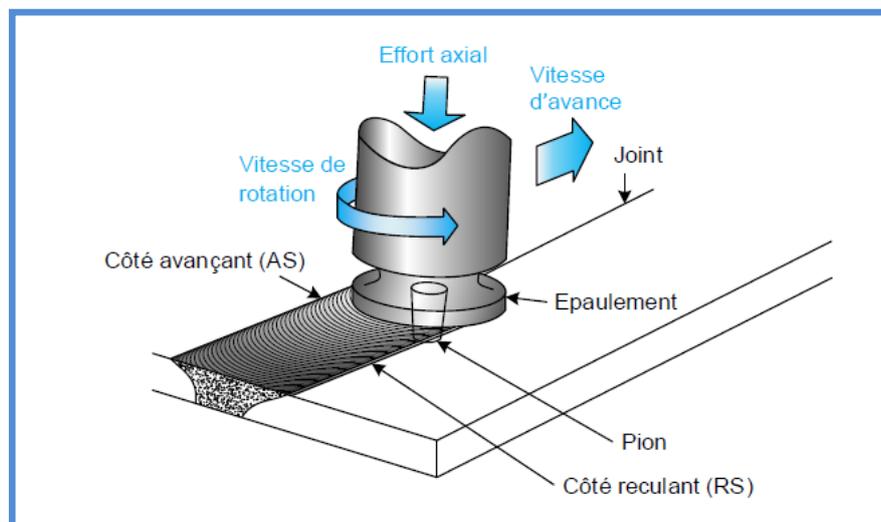


Figure II.1 : Schéma de principe du procédé de soudage par friction malaxage [56].

La figure II.1 illustre le procédé de soudage par friction malaxage où le côté avancé (AS) et le côté rétracté (RS) sont représentés. Un échauffement de la matière au voisinage de l'outil, provenant d'une part du frottement de l'outil et d'autre part de la dissipation de la chaleur induite par les grandes déformations engendrées par le malaxage, l'amène à un état pâteux, sans fusion, où il est possible de la malaxer et la mélanger. Ce procédé implique des couplages physiques importants, surtout entre la mécanique, la thermique et la métallurgie [57].

La chaleur de friction est générée, d'abord, par le frottement entre le pion, qui plonge en premier dans la matière, et la pièce à souder puis par le frottement entre l'épaulement et la pièce à souder qui rajoute de la chaleur [58]. La chaleur de friction provoque une zone ramollie du matériau autour de l'outil sans atteindre la température de fusion [58,59], nous discutons en détail de la génération de chaleur pendant le soudage dans le paragraphe suivant. Le soudage par friction peut être apparenté à un processus d'extrusion contraint sous l'action de l'outil [53,60]. Si les paramètres de soudage sont bien choisis, la matière ramollie ne flue pas car elle est limitée par l'épaulement de l'outil. Le matériau extrudé est déposé pour former un joint en phase solide derrière l'outil. Le processus est par définition asymétrique, comme la plupart de la matière déformée est extrudée jusqu'au côté reculant de l'outil. Il génère des déformations importantes à de hautes vitesses, qui sont toutes deux sensiblement plus élevées que constaté dans d'autres processus de travail des métaux à l'état solide (extrusion, laminage, forgeage, etc.) [54,59].

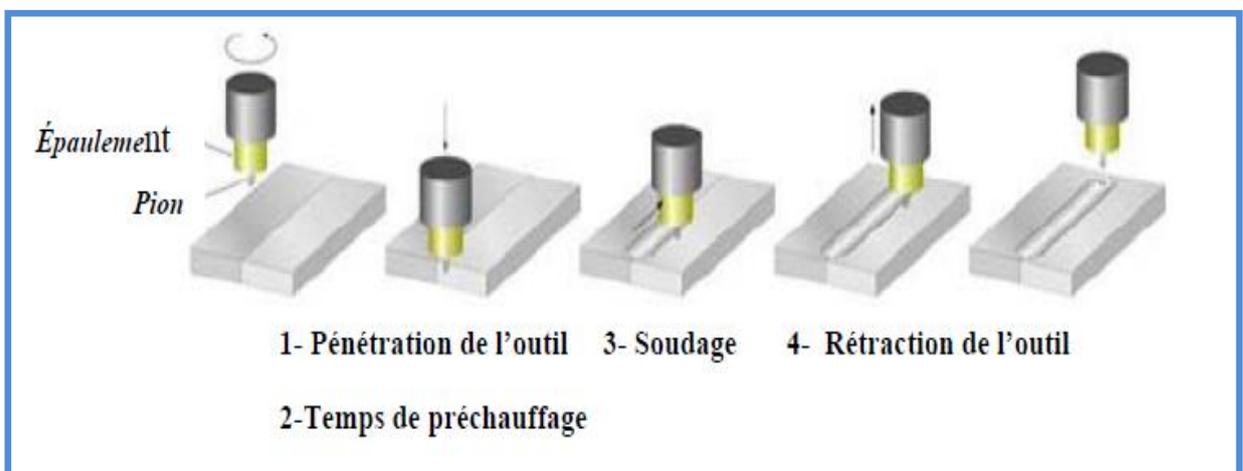


Figure II.2: Procédure de soudage par friction malaxage [4].

II.3. Génération de chaleur au cours du soudage

La génération de chaleur est une donnée très importante en FSW. Sa présence permet en effet au procédé de fonctionner, car elle permet d'attendrir la matière pour la malaxer correctement, mais il faut aussi garder à l'esprit que son intensité influe fortement sur les caractéristiques microstructurales des soudures [57]. La chaleur est générée de deux façons, soit par frottement de l'épaulement et du pion de l'outil sur les tôles de matériau de base, soit par la dissipation énergétique induite par les grandes déformations engendrées par le malaxage. La répartition de la contribution des frottements et de la dissipation suite aux grandes déformations dans la génération de chaleur partage encore la communauté scientifique, notamment à cause du fait qu'il est difficile d'observer expérimentalement cette valeur. La plupart du temps, la chaleur générée est plus importante à proximité de l'épaulement, c'est-à-dire dans la partie haute du joint, car sa vitesse tangentielle plus élevée que celle du pion engendre des frottements et des déformations de la matière plus importants [61,62]. La chaleur générée se dissipe principalement par conduction dans le reste des matériaux soudés, dans l'outil, et dans l'enclume (Figure II.3). L'enclume joue d'ailleurs un rôle prépondérant dans le refroidissement des tôles et le choix de ses caractéristiques est donc très important dans la dissipation de la chaleur [57,61]. Une partie de la chaleur se dissipe aussi par convection dans l'air environnant l'outil et les matériaux soudés, mais dans des proportions plus faibles [56,57,61].

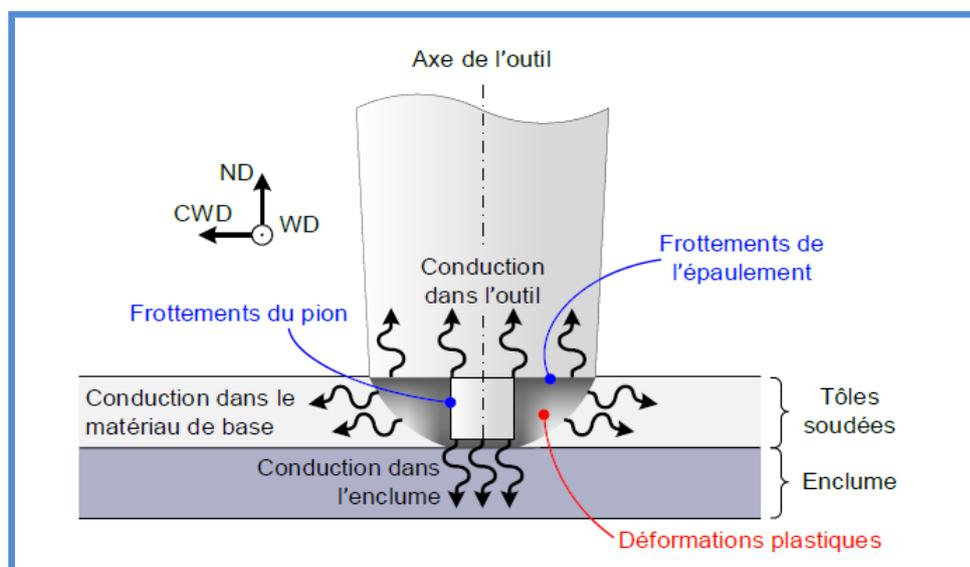


Figure II.3 : Schématisation de la génération de chaleur au cours du FSW [57].

La chaleur générée par le procédé engendre généralement des températures maximales dans les soudures de l'ordre de 60 à 90 % du point de fusion de l'alliage [61,63]. Dans certains cas, les températures peuvent fortement s'approcher du point de fusion, comme dans le cas du soudage de l'alliage d'aluminium 5083 où une température supérieure à 550 °C est atteinte, soit plus de 96 % du point de fusion de l'alliage [53].

II.4. Sources de chaleur en FSW

En FSW, les sources de chaleurs peuvent être classées en deux types [4,64], sources volumiques et sources surfaciques, Les sources de chaleurs volumiques sont le résultat des déformations plastiques donc lies aux lois de comportement des matériaux à souder [65].

$$\frac{Q}{V} = f \bar{\sigma} \dot{\bar{\epsilon}} \quad (\text{II.1})$$

Avec f est un facteur, entre 0.9 et 1, représentant le pourcentage d'énergie transformé en chaleur, $\bar{\sigma}$ est la contrainte équivalente et $\dot{\bar{\epsilon}}$ est le taux de déformation équivalente. Cette source est généralement introduite dans les modèles couples thermo-mécaniquement [4].

Des sources de chaleurs surfaciques causées par le frottement outil/matière. Ces sources peuvent être identifiées par différentes manières. Il existe trois sources de chaleur générées par le procédé FSW : la zone de contact entre l'épaulement et la matière, la zone de contact entre le pion et la matière. Dans ces travaux *Khandkar et al* [66], les flux surfaciques sont calculés à partir de la puissance fournie à l'outil au cours du soudage, ce flux est réparti linéairement selon le rayon de l'outil :

$$q(r) = \frac{P_{av} r}{\frac{2}{3} \pi r^3 + 2 \pi r_{\text{épaulement}}^3 + 2 \pi r_{\text{pion}}^2 H} \quad (\text{II.2})$$

Avec P_{av} représente la puissance moyenne fournie à l'outil. $r_{\text{épaulement}}$, et r_{pion} sont respectivement le rayon de l'épaulement, le rayon du pion et H son hauteur.

La modélisation de *Schmidt et al* [66] se base sur la génération de chaleur par ces trois ressources. La quantité de chaleur a été présentée sous trois formes et en tenant compte de la géométrie de l'outil utilisé (figure II.4).

La quantité de chaleur apportée par chacune des surfaces est obtenue en intégrant sur la surface de frottement de l'outil avec les pièces à souder. La quantité de chaleur surfacique est calculée à partir de la chaleur dissipée par frottement selon la formule suivante [64,67,68]:

$$dq = \omega dM = \omega r dF = \omega r \tau_{contact} dA \quad (II.3)$$

Avec ω représente la vitesse angulaire en rad/s , $\tau_{contact}$ est la contrainte de cisaillement en N/m^2 et A est l'aire de la surface de contact. D'où la quantité de chaleur totale :

$$q_{total} = q_1 + q_2 + q_3 \quad (II.4)$$

$$q_{total} = \frac{2}{3} \pi \tau_{contact} \omega \left(\left(r_{\text{épaulement}}^3 - r_{\text{pion}}^3 (1 + \tan \alpha) \right) + r_{\text{pion}}^3 + 3 r_{\text{pion}}^3 H \right) \quad (II.5)$$

Dans les modèles numériques couplés thermo-mécaniquement, [64,69] utilisent généralement l'expression de la source de chaleur surfacique sous la forme suivante:

$$q = \tau V_g \quad (II.6)$$

V_g : étant la vitesse de glissement entre la matière et l'outil, et τ représente la contrainte tangentielle.

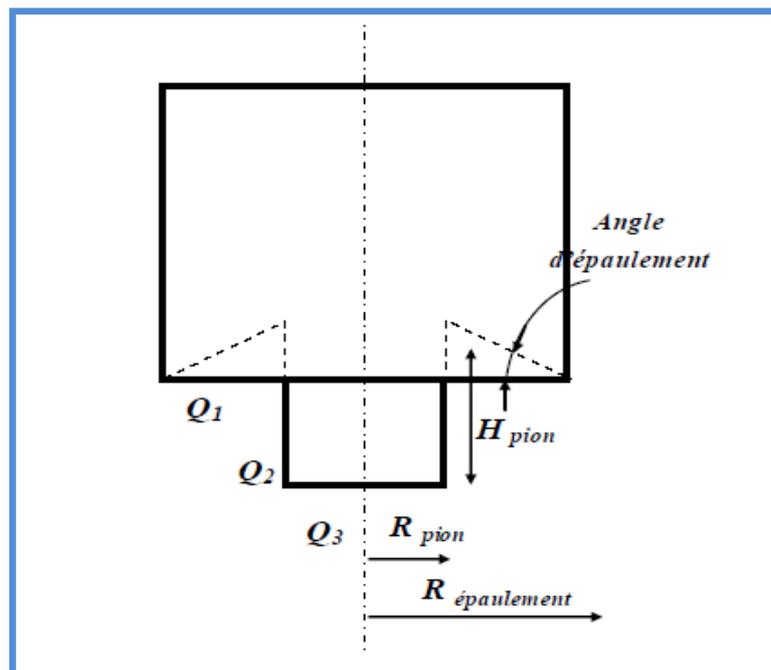


Figure II.4: Répartition des flux thermiques dans l'outil [4].

II.5. Les paramètres du procédé FSW

Le principe du soudage consiste à assembler deux tôles qui sont bridées soit bord à bord, soit à une faible distance l'une de l'autre. L'outil est composé d'un épaulement et d'un pion. Il existe différentes géométries de pion (cylindrique, conique, fileté) dont les principales caractéristiques sont représentées à la figure II.5 [70].

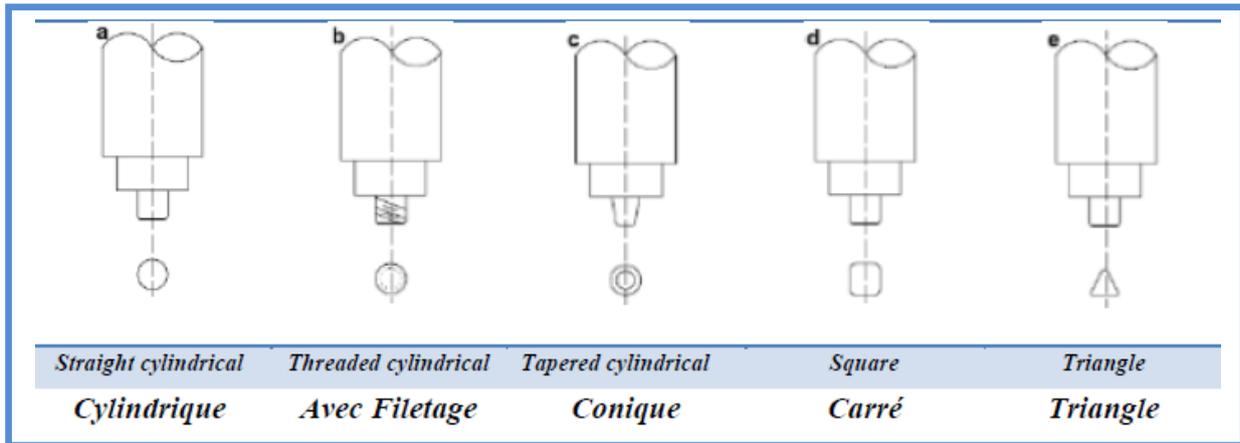


Figure II. 5 : Présentation des différentes géométries possibles des pions [71].

Toute opération de FSW est définie par plusieurs paramètres. Bien qu'il en existe un nombre important qui varie en fonction des configurations de soudage, des paramètres de soudage principaux, ayant une influence majeure sur les caractéristiques et le comportement de la soudure [57], peuvent être distingués pour le soudage bout-à-bout. Ces paramètres sont présentés sur la figure II.6 et sont dissociables en trois catégories :

Les paramètres de l'outil (figure II.6-a),

Les paramètres des tôles soudées et de l'enclume (figure II.6-b),

Les paramètres de la machine (figure II.6-b) [72].

Les paramètres de l'outil (Figure II.6-a) sont principalement le diamètre, la forme et les motifs en surface de son pion et de son épaulement. Il est effectivement possible d'avoir des outils à l'épaulement légèrement concave et/ou avec des motifs en surface souvent périodiques ou de révolution. Il en va de même pour le pion qui peut présenter une forme conique, carrée ou triangle, et également des motifs en surface tels que des méplats périodiques ou des vis [57].

L'outil FSW a une forme enveloppe relativement simple. Il est schématisé sur la figure II.5. Il est généralement constitué d'un acier très résistant, de façon à supporter les efforts lors du soudage. Les dimensions de l'outil varient suivant l'application que l'on en fait mais, selon la plupart de la littérature [53-72], la hauteur du pion est comprise entre 5 et 8 mm, le rayon de l'épaulement est compris entre 8 et 13 mm et celui du pion entre 3 et 6 mm (il existe classiquement un rapport entre ces deux rayons). La hauteur du pion est légèrement inférieure à l'épaisseur des plaques, afin de permettre un brassage de la matière sur toute l'épaisseur du joint [73].

L'outil de soudage FSW assure trois fonctions principales [74]:

- 1-Chauffer les pièces par frottement et par déformation plastique,
- 2-Malaxer les matériaux pour former le joint,
- 3-Contenir le flux de matière sous l'épaulement et autour du pion.

Pour assurer ces fonctions l'outil doit être non consommable. L'épaulement a pour rôle d'amener de la chaleur par frottement et de confiner la matière malaxée sous l'outil [74].

Le pion, lui, a pour fonction de malaxer le matériau. Toutefois, c'est l'action combinée de ces deux éléments qui assure l'apport de chaleur et le flux de matière nécessaire à la formation du joint. Les formes du pion et de l'épaulement ainsi que la présence de filets, de gorges, de rainures, et conditionnent le flux de matière et la génération de température [53], l'ensemble influence la microstructure du cordon formé. C'est pourquoi, la géométrie de l'outil a fait l'objet de différents développements.

Le but de tous ces paramètres est généralement d'assurer le meilleur malaxage possible de la matière permettant d'obtenir les meilleures propriétés mécaniques ou chimiques pour l'assemblage soudé. Le matériau du pion est également un paramètre important car il joue un rôle important dans le pompage de la chaleur du procédé [75,76].

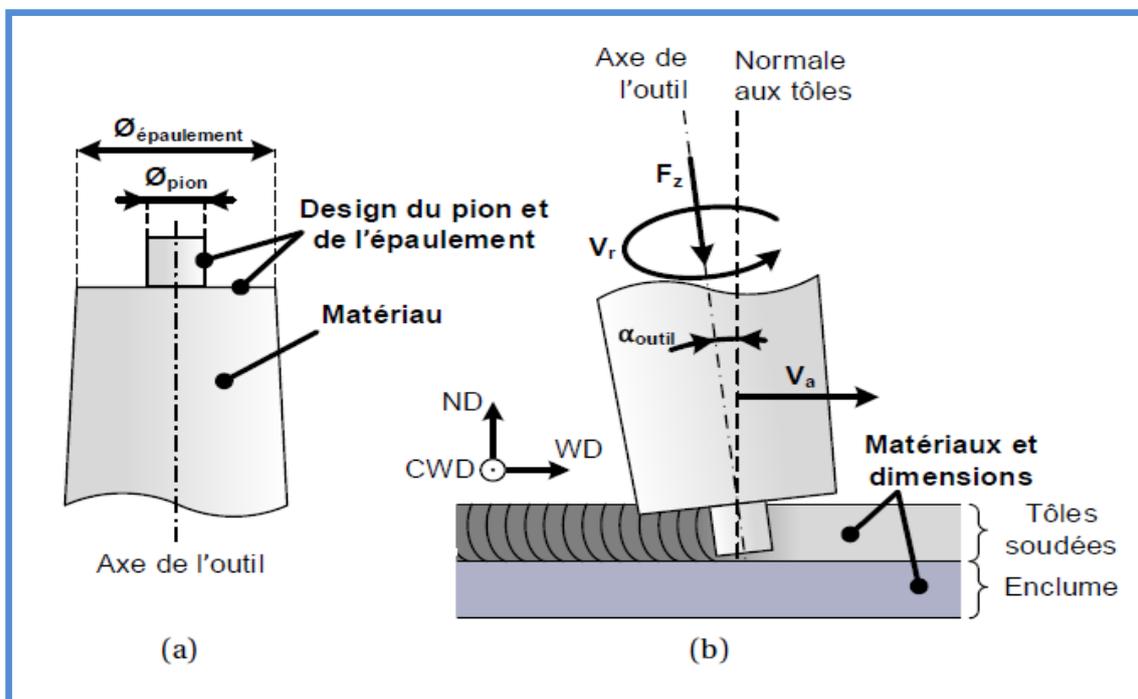


Figure II.6 : Principaux paramètres process pour le FSW [57]

(a) paramètres de l'outil, (b) paramètres des tôles soudées et de l'enclume, et paramètres machine.

Les outils peuvent être classés dans trois catégories [77]:

Classe A : l'outil à pion fixe (figure II.7-a), comme son nom l'indique, l'épaulement et le pion sont fixes l'un par rapport à l'autre.

Classe B : l'outil à pion ajustable (figure II.7-b). Contrairement à l'outil à pion fixe, cet outil possède un pion de longueur variable. L'intérêt est de pouvoir rentrer le pion progressivement dans l'épaulement en fin de soudage et d'obtenir ainsi des soudures sans trou en fin de cordon. Il permet également de souder des pièces avec une profondeur de pénétration variable. Ces deux technologies d'outil nécessitent l'utilisation d'une enclume à l'envers des pièces pour reprendre l'effort axial F_z appliqué par l'outil sur la surface des pièces [4,77].

Classe C : l'outil à double épaulement (figure II.7-c), est composé de deux épaulements reliés par un pion dont la longueur peut être ajustée au cours du soudage. Les deux épaulements viennent pincer les pièces à souder, afin de contenir la matière malaxée et apportent de la chaleur par frottement de manière symétrique [78]. Le cordon obtenu est symétrique par rapport à la demi-épaisseur des pièces, limitant ainsi leur déformation. Cet outil est avantageux lorsqu'il est impossible de mettre une enclume à l'envers des pièces. De plus, à épaisseur identique, les efforts de soudage sont plus faibles que ceux nécessaires pour les deux autres technologies d'outil. Une pénétration totale est toujours assurée avec cet outil.

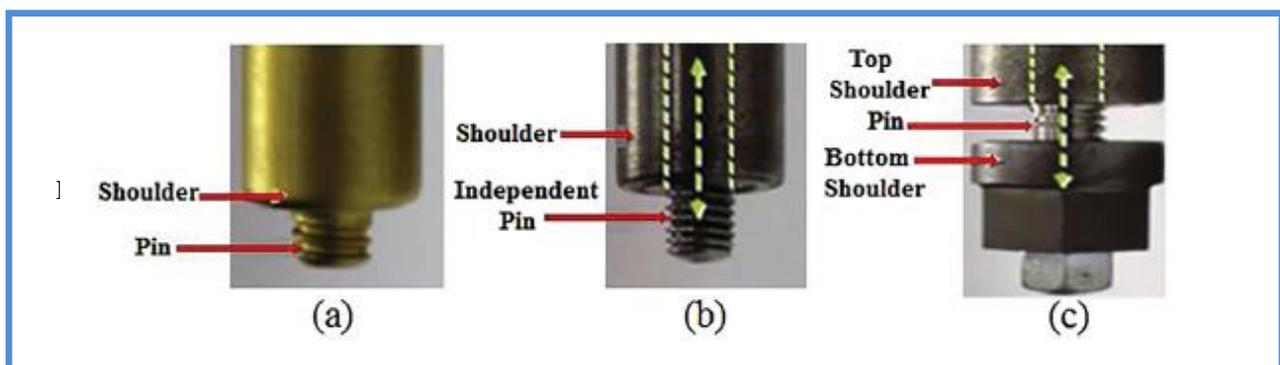


Figure II.7 : Les outils FSW [79]

(a) outil à pion fixe, (b) outil à pion ajustable, (c) outil de type bobine.

Plusieurs conceptions d'outil ont été développées et brevetées par TWI comme l'outil MX *Triflute* TM comportant des reliefs sous forme de nervures hélicoïdales dans le but d'augmenter l'effet de malaxage du métal qui donne un meilleur écoulement de matière [4,64,80].

Dans les études expérimentales de Elangovan et al [71] sur l'alliage d'aluminium AA2219, ont montre que le profil de pion jouait un rôle important sur la qualité de la soudure. Ils ont utilise cinq formes (Figure II.5) différentes de pion. Les profils avec des facettes plates (carrées, rectangulaires) sont associes à une excentricité ce qui permet la circulation du flux de matière autour du pion. L'analyse macrostructurale des joints de soudure montre l'absence des défauts dans le noyau dans le cas du profil carre, ce qui met en évidence l'importance de la forme de l'outil. Des essais de dureté ont montré qu'avec le profil carré, on obtenait la dureté plus élevée dans le noyau. Ceci est corrélé avec l'analyse de la microstructure ou la taille moyenne du grain plus fine avec le profil carré [64].

Dans le cadre d'une étude portant sur l'influence de la géométrie de l'épaule sur la microstructure et la tenue mécanique du joint d'aluminium 6082 T6 obtenues par FSW, Scialpi et al. [81] ont obtenu des meilleures qualités de surface de la soudure avec un outil qui comporte à la fois une cavité et un filet au niveau de l'épaule.

Pour les tôles soudées et pour l'enclume, généralement présente, les principaux paramètres sont leurs dimensions et leurs matériaux. Par conséquent, pour le soudage dissimilaire, le choix du positionnement côté AS ou RS des matériaux des deux tôles à souder est un paramètre à lui seul. Le matériau des tôles soudées a un fort effet sur le mélange des matériaux et la génération de chaleur, tandis que leurs dimensions ont des effets sur la dissipation de cette chaleur et sur toutes les caractéristiques qui en découlent [75,81]. Les paramètres machines sont composés de la vitesse d'avance V_a ($mm.min^{-1}$) et de rotation V_r ($tr.min^{-1}$) de l'outil, de sa force axiale F_z (N) imposée et de son tilt α_{outil} ($^\circ$) (angle d'inclinaison de l'outil) [57]. La combinaison de la vitesse de rotation et d'avance ainsi que la force axiale modulent fortement la génération de chaleur du procédé ainsi que la qualité des soudures. En outre, la vitesse d'avance détermine directement le temps nécessaire pour réaliser l'opération de soudage, et il s'agira, d'un point de vue industriel, de la minimiser. On note que si la machine de soudage n'est pas à contrôle de force, on imposera une profondeur de plongée d (mm) à l'outil à la place d'une force axiale. Cependant, cette manière de procéder ne permet pas d'assurer une force constante en cas de trajectoire légèrement irrégulière de l'outil ou en cas de défaut de planéité de la surface des tôles, et le contrôle de force est donc préféré [57]. Le tilt de l'outil permet, quant à lui, d'assurer la qualité du mélange tout en utilisant une force axiale relativement basse [75,81]. Des

paramètres, tels que la position des brides, leurs matériaux, ainsi que la force qu'elles appliquent aux tôles, peuvent influencer les caractéristiques de la soudure [81].

Le soudage par friction malaxage est un procédé très sensible à ces paramètres qui vont directement influencer le type de soudure obtenue, que ce soit au niveau de ses propriétés mécaniques, chimiques, métallurgiques ou macro et microstructurale. L'évolution de trois de ces paramètres, qui sont la vitesse d'avance et de rotation et la force axiale de l'outil, semble cependant avoir une influence particulièrement forte sur les caractéristiques de la soudure [57]. La dimension et le matériau des tôles soudées sont également des paramètres jouant un grand rôle, mais ils sont généralement imposés, comme c'est le cas dans les travaux de cette thèse pour le soudage de plaques de polyéthylène à partir de conduites de gaz aux dimensions décrites au chapitre trois.

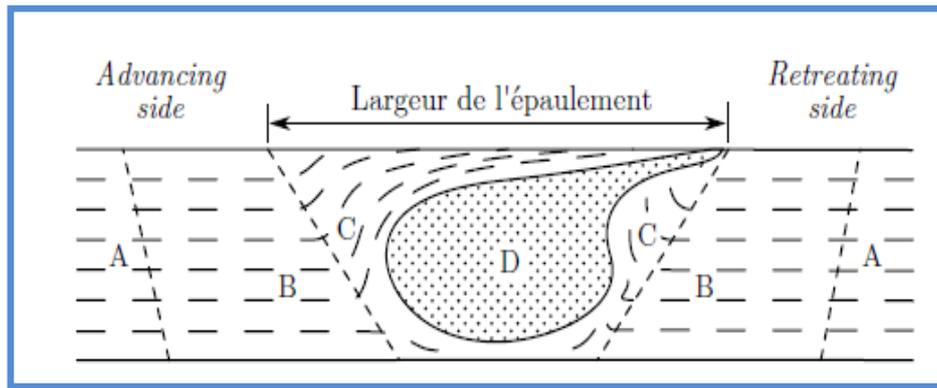
Un grand nombre d'études se sont attelées à déterminer dans quelle intensité les vitesses de l'outil ainsi que sa force axiale influencent les différentes caractéristiques et le comportement des soudures obtenues. Les conclusions utiles de ces études ont été prises en considération lors de la réalisation des travaux expérimentaux de cette thèse dans le chapitre suivant, afin d'obtenir les meilleures propriétés mécaniques.

II.6. Caractéristiques d'un joint soudé

II.6.1. Microstructure

L'étude de la microstructure d'un joint soudé a fait l'objet d'un très grand nombre de publications [82-85]. L'examen macrographique d'une section transverse d'un joint soudé, permet de mettre en évidence le caractère hétérogène du joint. La figure II .8 illustre les trois zones caractéristiques d'un joint soudé : la zone affectée thermiquement, la zone affectée thermo-mécaniquement et le noyau soudé. Le procédé FSW étant dissymétrique de part et d'autre de l'axe de soudage, le joint ne présente pas exactement la même morphologie à l'*advancing side* (côté avançant) et au *retreating side* (côté reculant) [86].

Les propriétés spécifiques du joint soudé FSW s'expliquent par sa microstructure très différente de celle d'une soudure à l'arc (MIG ou TIG), du seul fait qu'il n'y a pas de phénomènes de fusion-solidification. La figure II.9 illustre une coupe d'un joint soudé par FSW en L'analyse de la microstructure en termes de taille et d'orientation des grains permettent de distinguer différentes zones le long du joint soudé. [87,88]



- A : Métal de base (MB)
 B : Zone affectée thermiquement (ZAT)
 C : Zone affectée thermo-mécaniquement (ZATM), déformée plastiquement, avec recristallisation partielle par endroits
 D : Noyau soudé (NS), recristallisé dynamiquement

Figure II.8 : Définitions des zones microstructurales d'un joint soudé FSW [89].

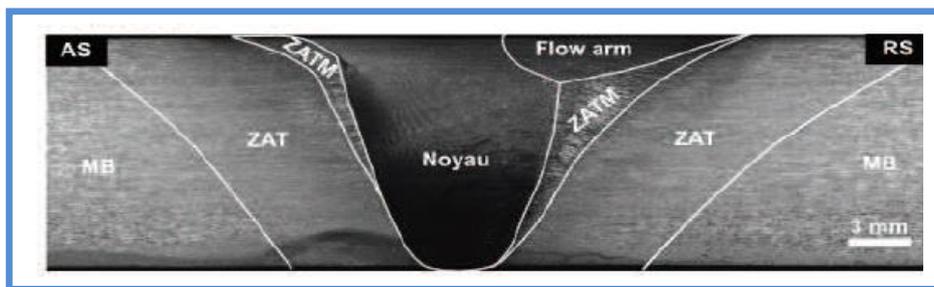


Figure II.9 : Coupe transversale d'un joint soudé FSW 7449-T79 [87] Révélant la macrostructure et les différentes zones caractéristiques.

La communauté FSW est unanimement d'accord sur le nombre et la dénomination des zones macroscopiques constituant le joint soudé par FSW néanmoins, il y a des auteurs qui considèrent les gradients des tailles de grains et de l'état de précipitation présent à l'intérieur même de chaque zone pour en distinguer des sous-zones à microstructure plus homogène. En général, on distingue quatre zones différentes (figure II.8) le long d'une soudure FSW [86] :

Métal de Base (MB), 'A' sur la figure II.8 : c'est la zone qui n'est pas affectée par le procédé. L'apport de chaleur fourni par le frottement de l'outil et la déformation plastique n'engendre pas de modifications structurales de la matière dans cette zone : les caractéristiques mécaniques et métallurgiques d'origine sont conservées [90].

Zone Affectée Thermiquement (ZAT), 'B' sur la figure II.8 : dans cette zone, le matériau est soumis à un cycle thermique mais n'est pas déformé plastiquement.

Généralement, la microstructure reste similaire à celle du matériau de base. En revanche, la ZAT est le siège de modifications importantes de l'état de précipitation du matériau ; on observe en particulier un grossissement des précipités mais également l'apparition de zones dénuées de précipités [86].

La Zone Affectée Thermo-Mécaniquement (ZATM), 'C' sur la Figure II.8 : présente de chaque côté du noyau, cette zone subit des déformations modérées et une élévation de température importante. Cependant, les températures atteintes sont moindres que celles obtenues dans le noyau et ne permettent pas une recristallisation dynamique de la matière [53,61]. Les grains présents dans la ZATM, bien qu'ils soient altérés, sont donc les mêmes que ceux présents initialement dans le matériau de base [85]. Les déformations engendrées sur les grains de cette zone, consistant en une rotation et un allongement. Les températures atteintes sont importantes et affectent l'état de précipitation du matériau [57,61].

Noyau soudé: C'est la zone qui se trouve au milieu du joint soudé. Cette zone a subi des intenses déformations plastiques et un fort réchauffement thermique dû au passage du pion. Cela a comme résultat une microstructure composée de grains recristallisés dynamiquement et de faible taille. Dans le cas particulier des alliages d'aluminium 2024, cette taille varie typiquement entre 2 μm et 3,9 μm [90-92]. Des microstructures plus fines peuvent être obtenues en traitant thermiquement les plaques. Selon les expériences de [93], un refroidissement préalable à -30°C peut faire diminuer la taille des grains jusqu'au 0,8 μm en moyenne.

II.6.2. Écoulements de matière

La microstructure si particulière d'un joint soudé par FSW est fortement liée aux écoulements de matière au cours du soudage [86]. La compréhension du trajet de la matière lors du soudage FSW n'est pas encore parfaite ni complète. Le mouvement de matière dépend notamment fortement de la géométrie de l'outil. Différents auteurs présentent des résultats en utilisant différentes techniques de marqueurs pour des soudures d'alliages d'aluminium [94]:

- Utilisation de particules (billes d'acier),
- Utilisation de feuillard,
- Utilisation d'un fil,
- Soudage hétérogène.

La cinématique d'écoulements de matière au cours du soudage est peu ou mal connue car très complexe à étudier. À ce jour, la méthode d'insertion de marqueurs constitue un des seuls moyens de caractérisation de ces écoulements. Elle consiste à insérer un ou plusieurs marqueurs de composition diverse (cuivre, aluminium, titane, acier...) dans le matériau et à utiliser ces marqueurs comme traceurs. Le matériau doit idéalement posséder des caractéristiques semblables à celles du matériau de base, en particulier en ce qui concerne sa capacité à se déformer et ses caractéristiques thermiques. Ces marqueurs peuvent être continus. Deux techniques d'investigation permettent après soudure d'exploiter la distribution des traceurs dans la soudure [86]:

-les coupes métallographiques, longitudinales ou transverses, permettent après attaque chimique de révéler la répartition des marqueurs dans le plan de coupe,

-les méthodes de radiographie ou de tomographie permettent d'évaluer la densité du marqueur dans les différentes zones du joint.

Un certain nombre de tentatives expérimentales de visualisation des écoulements de matière ont été publiées dans la littérature [94-99]. Le premier chronologiquement, Colligan [100] a utilisé des billes d'acier de faible diamètre pour mettre en évidence deux types de comportements. À proximité immédiate de l'épaulement, les écoulements sont chaotiques et le matériau est poussé vers la racine du joint sous l'effet de l'épaulement. Plus loin de l'épaulement, la distribution des billes à l'arrière de l'outil est linéaire, avec un léger décalage vertical. Les résultats de ces travaux sont illustrés à la figure II.10.

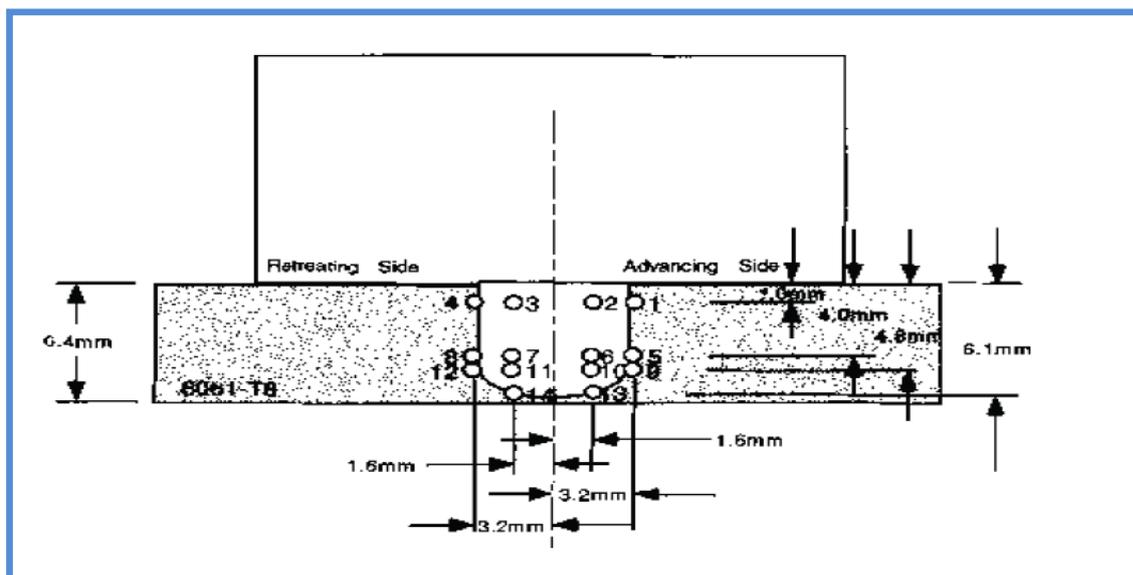


Figure II.10 : Répartition des billes dans l'étude de Colligan [100]

Seidel et al. [101] ont utilisé un marqueur lors du soudage par FSW de deux plaques d'un alliage Al-Cu-Li 2195. Cette étude a montré que le flux de matière est à la fois dû à la rotation du pion ainsi qu'au déplacement de l'outil. Cependant, le flux de matière reste complexe. Guerra et al. [102] décrivent de manière plus précise le phénomène. Ainsi, le côté où le pion pénètre dans la matière (*Advancing side*) subit une plus grande déformation que le côté *Retreating* (coté où le pion chasse la matière derrière lui). Enfin, le vortex généré est principalement dû au filet présent sur le pion. Le flux de matière généré par l'ensemble épaulement/ pion est donc aussi très fortement lié à la géométrie du pion utilisé lors du soudage [103]. Schneider et al. [104] proposent donc de décomposer le flux de matière complexe suivant quatre principaux types de mouvement simple (Figure II.11).

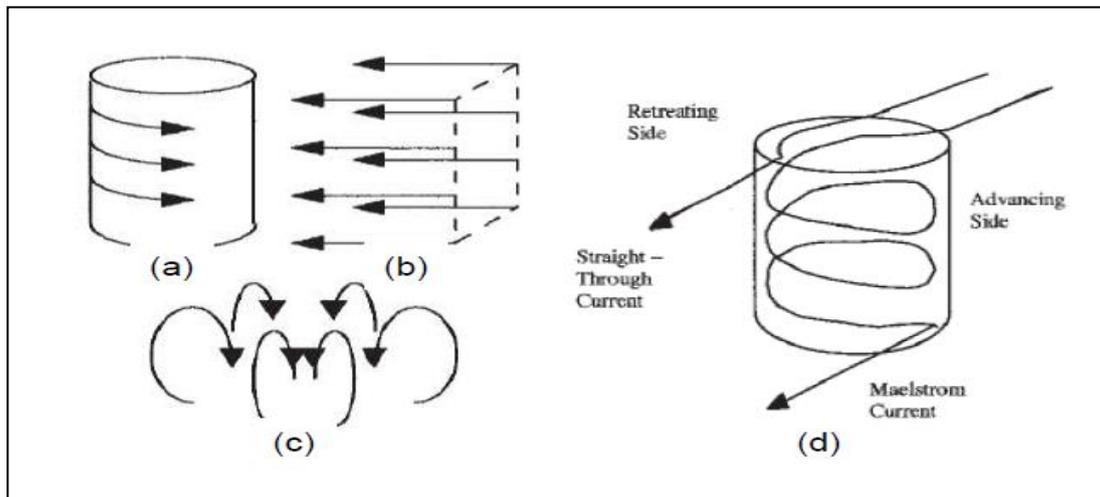


Figure II.11: Différents types de malaxage rencontrés [94] : (a) *Rotation pure* (b) *Translation uniforme* (c) *Vortex* (d) *Maelstrom*.

II.7. FSW Bobbin Tool

Les limites du FSW sont liées à la qualité de l'outil et aux techniques de fixation des pièces à assembler. Certaines de ces difficultés sont en passe d'être résolues par le développement d'une nouvelle génération d'outils nommés *bobbin tools* (figure II.7-c) ou *self reacting tools* permettant de réduire les efforts de fixation [104] du fait d'une accessibilité envers réduite des pièces. Ces outils présentent un double épaulement permettant de pincer les pièces à assembler et dispensent ainsi d'un outillage de support. Le pré-assemblage des pièces par encastrement ou pointage permet également de se dispenser d'enclume. Il est à noter que l'inconvénient du creux laissé en fin de cordon par les outils de

première génération est totalement écarté par les améliorations apportées à l'élaboration des outils actuels.

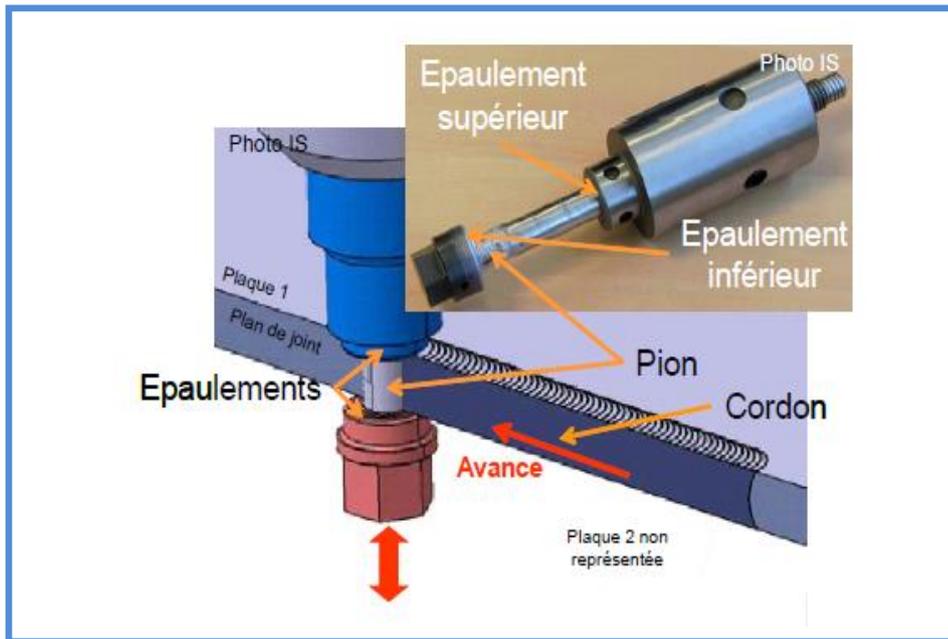


Figure II.12: Les Outils Bobbin Tool (Self Reacting Tool) [106]

II.7.1. Principe général

Le soudage par friction-malaxage d'outil à deux épaulements (BT-FSW ou bien FSW Bobbin Tool) est une variante du FSW conventionnel (évolution du FSW conventionnel), également appelé FSW à réaction automatique ou FSW autoportant dans certaines publications [107-109]. Le principe BT-FSW, illustré sur la figure II.13, repose sur l'utilisation d'un outil de soudage avancé de type bobine.

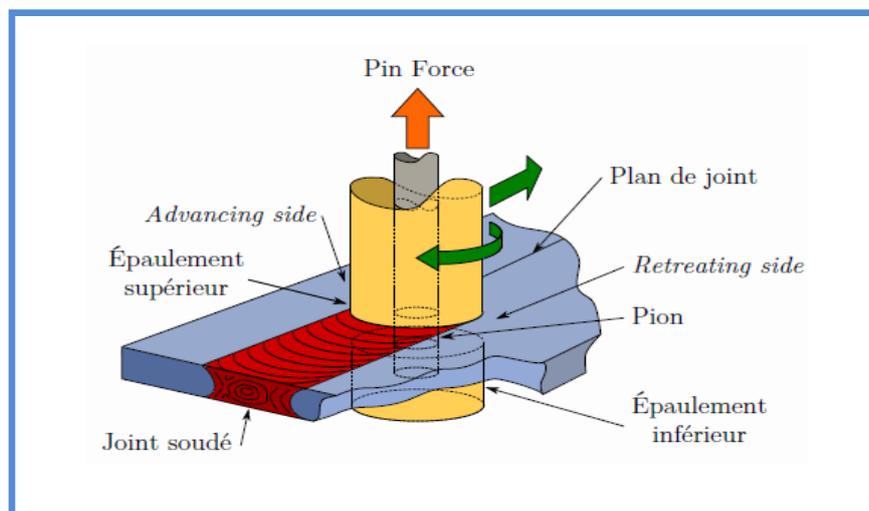


Figure II.13 : Présentation du BT-FSW [86].

L'outil BT-FSW est constitué de deux parties (figure II.13), un épaulement supérieur alésé et un épaulement inférieur fixé au pion pouvant coulisser à l'intérieur de l'épaulement supérieur. Les deux épaulements tournent à la même vitesse de rotation et sont pilotés indépendamment suivant l'axe vertical, permettant ainsi d'appliquer l'effort de soudage par pincement.

Un outil BT-FSW peut être piloté en effort ou en position suivant les cas de soudage. En effort, l'épaulement inférieur est piloté de telle sorte que l'effort de pincement de la tôle est maintenu à une consigne spécifiée par l'utilisateur. L'ensemble épaulement inférieur et épaulement supérieur est généralement piloté à un effort résultant nul. En position, les deux épaulements sont pilotés indépendamment à une altitude spécifiée par l'utilisateur [86].

L'outil à deux épaulements permet de pincer les deux pièces à souder (figure II.14), l'apport de chaleur s'effectue par frottement sur les deux faces des pièces. Le défaut dû à la pénétration de l'outil ordinaire est éliminé [4].

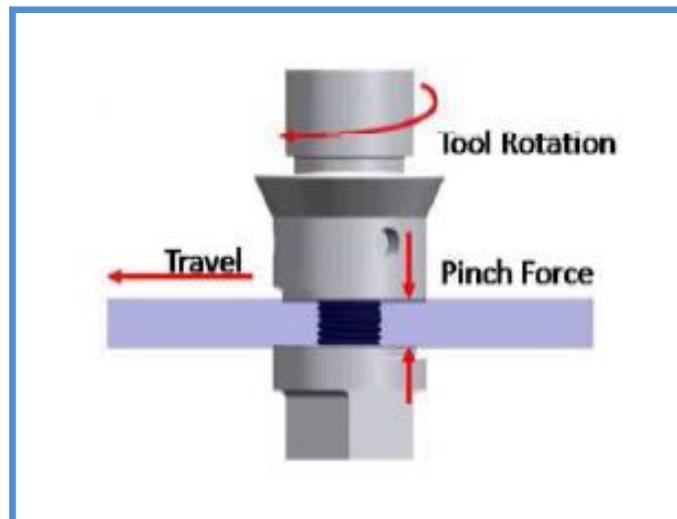


Figure II. 14 : Configuration de l'outil à double épaulement [4].

Pour plonger l'outil dans les pièces, il faut percer au préalable un trou pour insérer le pion. Une fois que le pion et l'épaulement supérieur sont en place, l'épaulement inférieur est vissé sur le pion [64].

Cette technologie permet de souder les pièces d'épaisseur importante [4,64]. Elle donne un aspect symétrique de propagation de la température (figure II.15).



Figure II. 15 : Symétrie du cordon FSW de 9mm d'épaisseur de nuance AA2195-T87 obtenu par un outil à double épaulement (bobbin tool) [64].

II.7.2. Conception et classification des outils double épaulements (FSW Bobbin Tool)

Le principe de fonctionnement de BT-FSW fait que l'outil de bobine, en particulier sa partie broche (pion), résiste à un état de contrainte plus complexe que l'outil dans le FSW conventionnel (C-FSW), ce qui pose un grand défi en ce qui concerne la conception de l'outil de bobine et la sélection des matériaux. Les caractéristiques de conception de l'outil bobine comprennent sa forme, sa taille et ses caractéristiques sur les surfaces d'épaulement et de pion. Ces caractéristiques affectent directement le flux de matière et la génération de chaleur pendant le soudage et ont donc une influence importante sur la qualité de la formation de la soudure. Selon les études disponibles [110-117], divers types d'outils de bobine tels que le type à écart fixe (*fixed-gap type*) [110], le type à écart réglable (*adjustable gap type*) [111], le type à double rotation (*dual-rotation type*) [112] et le type à épaulement stationnaire (*stationary shoulder type*) [113] ont été développés.

II.7.2.1. Outil BT-FSW à écart fixe (*Fixed Gap Bobbin Tool*)

L'outil de bobine à écart fixe, à une distance fixe entre les épaulements supérieur et inférieur tout au long du processus de soudage FSW et ne peut donc être utilisé que pour une seule épaisseur de joints. Selon le mouvement de l'axe z, ce type d'outil peut être en outre classé en type de bobine fixe et en type de bobine flottante, comme illustré sur les (figure II.16-b), Contrairement à la bobine fixe, la bobine flottante peut se déplacer librement de haut en bas dans un manchon pour trouver la meilleure position pour équilibrer les forces agissant sur les deux épaulements pendant le soudage, ce qui simplifie le contrôle du processus et réduit considérablement l'exigence d'une grande précision de positionnement de la machine en améliorant la tolérance

à la variation d'épaisseur de la pièce et à l'alignement composant-machine. Figure II.17 montre un outil de canette flottante sans broches, qui est un cas spécial de l'outil de bobine flottante. De toute évidence, le BT-FSW utilisant cette conception d'outil peut encore améliorer la tolérance à la variation de l'épaisseur de la pièce.

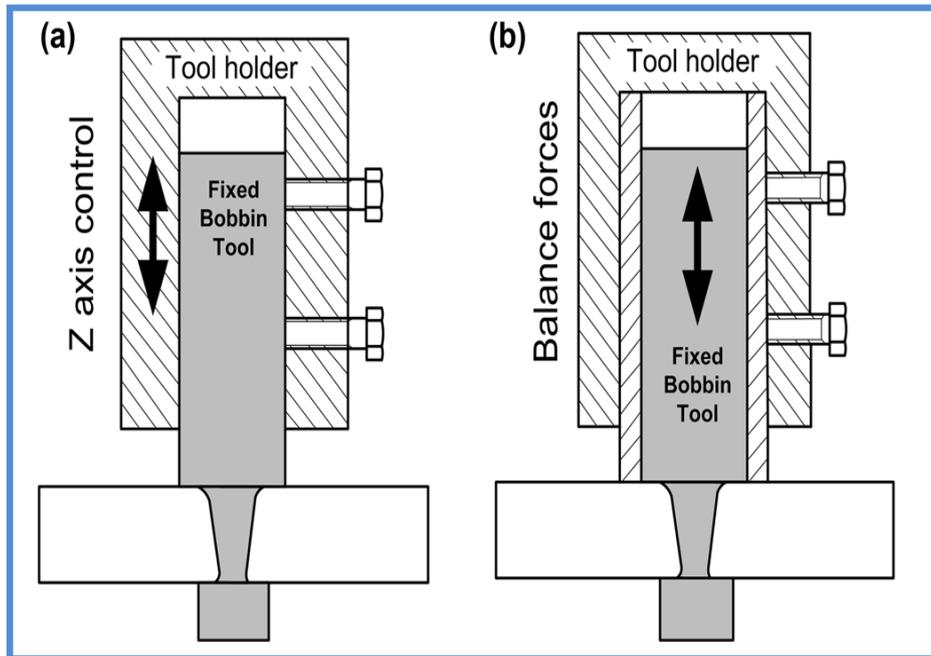


Figure II.16: Outils BT-FSW à écart fixe [110]: a) Fixed bobbin; b) Floating bobbin

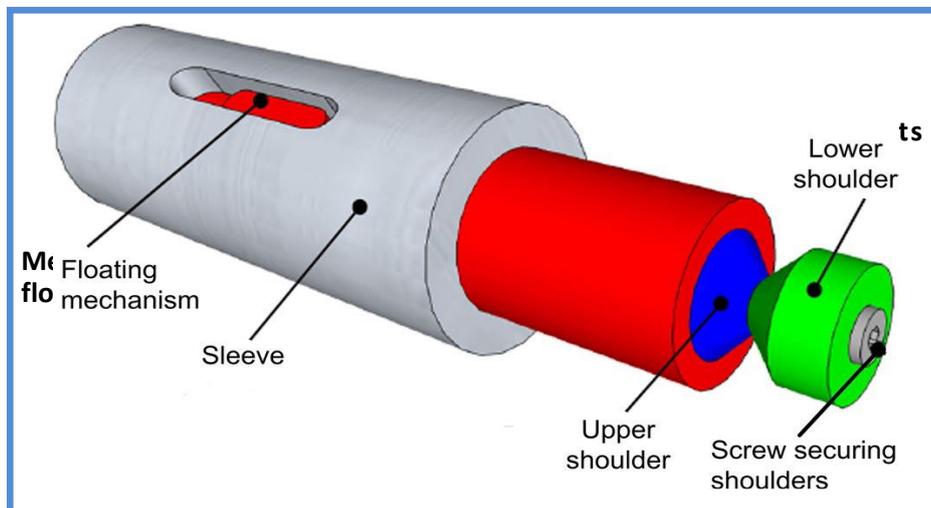


Figure II.17: Outil BT-FSW de type Floating-bobbin tool [114]

II.7.2.2. Outil BT-FSW à écart réglable (Adjustable Gap Bobbin Tool)

Pour l'outil à écart réglable (également appelé écart adaptatif), l'écart entre les épaulements supérieur et inférieur peut être ajusté en temps réel par le contrôle de la position

ou de la force pendant le soudage, Ce qui s'adapte à la variation de l'épaisseur de la pièce causée par la dilatation thermique et réduit ainsi le risque de rupture d'outil et d'instabilité du processus. De plus, l'outil à écartement réglable peut être utilisé pour souder des sections d'épaisseur inégale.

La figure II.18 montre un outil de bobine à écart réglable développé par R. Carter et K. Lawless du MSFC (*Marshall SpaceFlight Center*) [115]. Cette conception d'outil permet une rotation limitée de l'épaulement inférieur autour des axes du cardan pour s'adapter aux variations locales de la pente de la surface arrière de la pièce. Il a été utilisé pour fabriquer des composants d'avions par Airbus à Brême, en Allemagne et Eclipse à Albuquerque, aux États-Unis. Cependant, très peu de détails sont rapportés sur cette technique en raison de son système de contrôle complexe. À ce jour, de nombreuses études sur le BT-FSW à écart réglable de tôles de plus de 4 mm d'épaisseur ont été rapportées, mais peu de rapports sur le BT-FSW à écart réglable de tôles minces, en particulier en dessous de 2 mm d'épaisseur, car il est encore difficile de assurer la stabilité du processus pendant le soudage. Par conséquent, afin d'obtenir le soudage stable des tôles minces, il est nécessaire d'optimiser davantage les stratégies de contrôle du système BT-FSW [115].

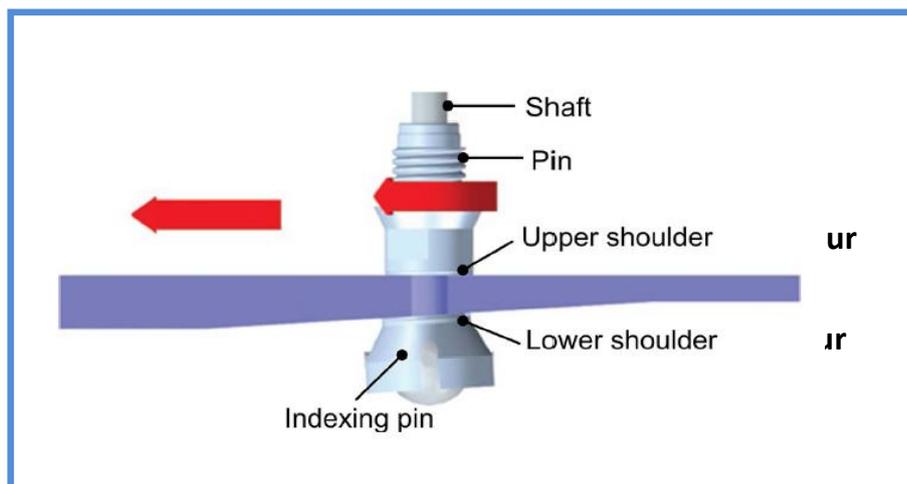
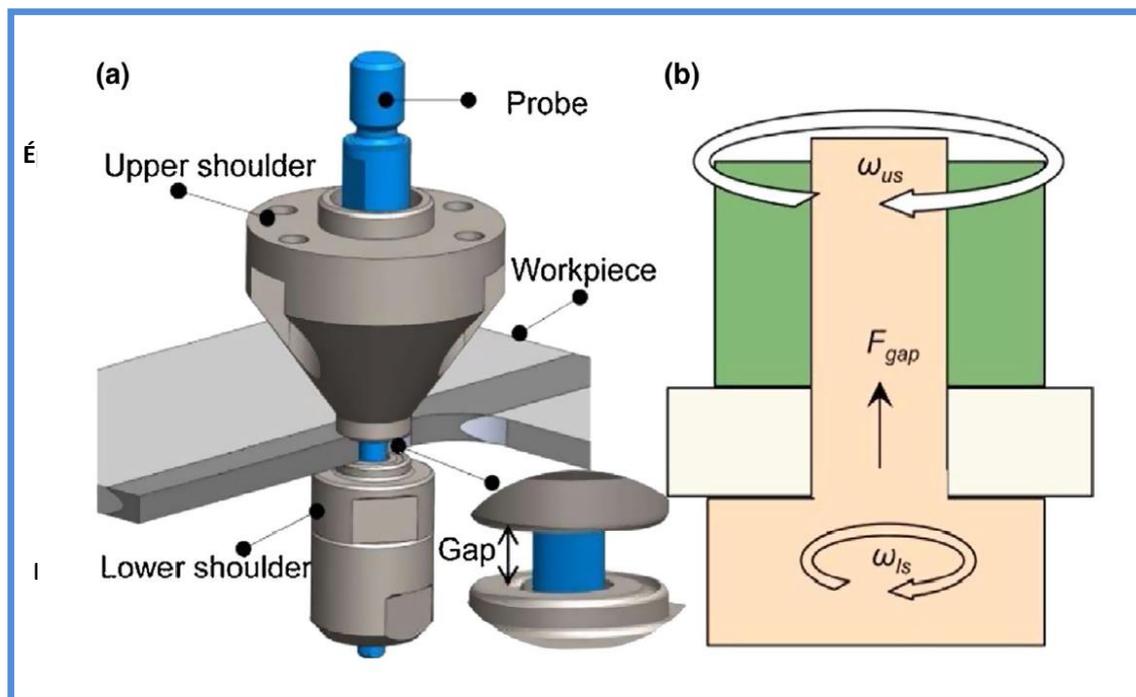


Figure II.18 : Outil BT-FSW à écart adaptatif [115]

II.7.2.3. Outils BT-FSW à double rotation (*Dual-Rotation Bobbin Tool*)

L'outil BT-FSW à double rotation (*DBT*) a un différentiel de vitesse de rotation et /où de direction des épaulements supérieures et inférieures pendant le soudage. Pour éviter les défauts vides et étendre la fenêtre des paramètres de processus des joints BT-FSW sans défaut, Wang et al. [112] ont développé un outil de bobine à double rotation illustré à la figure II.19, dont l'épaulement supérieur (*US*) et l'épaulement inférieur (*LS*) ont des vitesses de rotation différentes avec même sens de rotation.

le BT-FSW à double rotation comparé au BT-FSW conventionne, produit une structure de couche superposée et une force déséquilibrée entre l'épaulement supérieur (*US*) et l'épaulement inférieur (*LS*) pendant le soudage, ce qui rend le flux de matériau plus adéquat dans le sens de l'épaisseur des joints soudés et évite ainsi efficacement la formation des défauts.



II.19 : Outil *BT-FSW* à double rotation [112]:a) Détails, b) schéma de *DBT-FSW*

La figure II.20 montre un outil BT-FSW à contre-rotation développé par Nunes [112], dont les épaulements supérieur et inférieur ont la même vitesse de rotation avec des sens inverses. La rotation inverse des deux épaulements rend la direction

du couple agissant sur la broche et la pièce opposée. La plupart des couples se compensent et le couple net (*net torque*) est considérablement réduit, ce qui réduit considérablement le risque de fracture de l'outil et réduit également les exigences de rigidité pour les dispositifs de serrage [117]. De plus, certains chercheurs [118-123] ont mené des recherches similaires sur BT-FSW avec différentes vitesses et différentes directions de rotation des deux épaulements.

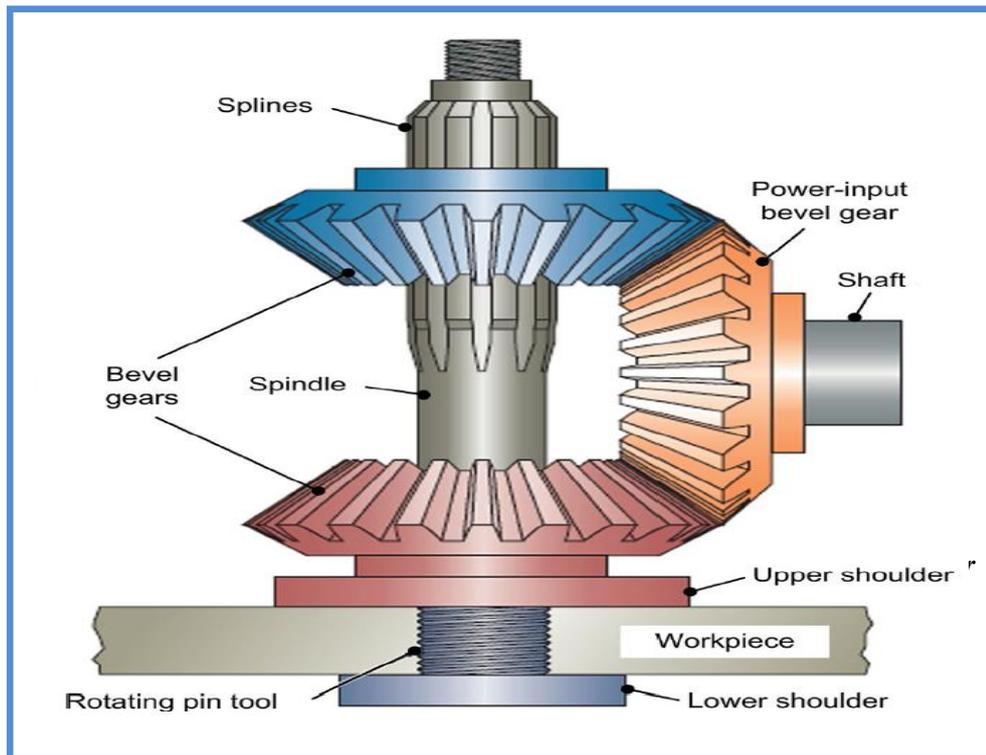


Figure II.20: Outil BT-FSW type: Counter-Rotating [116]

II.7.2.4. Outil BT-FSW à épaulement stationnaire

D. Santos et Hilgert [120,122] du centre de recherche Helmholtz-Gistacht ont proposé le concept d'outil de BT-FSW à épaulement stationnaire. Plus précisément, les épaulements supérieur et inférieur du BT-FSW restent immobiles tout au long du processus de soudage. Bien que la réalisation d'un BT-FSW à épaulement entièrement stationnaire présente des défis remarquables en termes de conception d'outil de bobine et de sélection de matériaux, l'utilisation d'un outil à épaulement partiellement stationnaire a confirmé le concept. TWI a développé un outil FSW de bobine avec un épaulement supérieur fixe [117], comme illustré à la figure II.21.

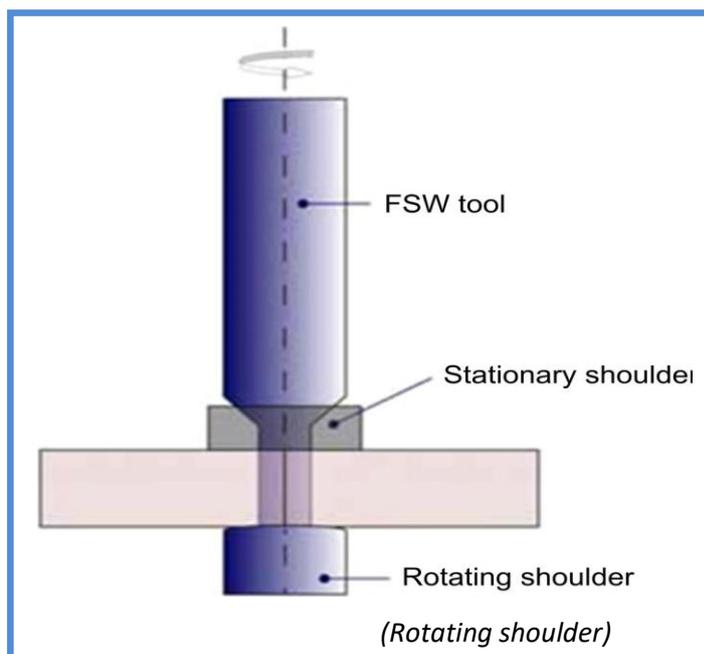


Figure II.21: Outil BT-FSW à épaulement semi-stationnaire [124]

L'épaulement supérieur stationnaire offre une finition de surface lisse et réduit l'apport de chaleur de soudage. Son principal avantage est une stabilité accrue lorsque la soudure est réalisée par un robot [124].

Semblable à l'épaulement stationnaire, l'épaulement supérieur du BT-FSW glisse sur un matériau relativement froid pendant le soudage et, par conséquent, le risque que l'outil s'enfonce dans le matériau plastifié est considérablement réduit. L'épaulement agit comme un amortisseur pour le processus, ce qui le rend beaucoup plus stable, en particulier lors du démarrage de la soudure [117].

La rupture de l'outil et l'instabilité du processus, en particulier dans le soudage de tôles minces, sont deux problèmes principaux dans BT-FSW. Ces deux problèmes peuvent être plus ou moins atténués en sélectionnant le bon type d'outils de bobine dans différentes conditions d'application. Les caractéristiques de conception des outils de bobine contrôlent directement la génération de chaleur, le flux de matière et ont donc un effet important sur la durée de vie de l'outil et la stabilité du processus. Cependant, peu d'études ont été rapportées pour améliorer la durée de vie de l'outil et la stabilité du processus en optimisant les caractéristiques de conception des outils BT-FSW. A ce jour, la conception et l'optimisation des

outils reposent principalement sur l'expérience et les essais, ce qui est coûteux et chronophage.

L'outil à double rotation et l'outil à épaulement stationnaire peuvent mieux utiliser les épaulements pour réguler le flux de matériau et l'apport de chaleur de soudage [117] par rapport au BT-FSW à écart fixe et au BT-FSW à écart réglable.

II.7.3. Différences entre BT-FSW et FSW conventionnel

Le soudage BT-FSW est une variante du FSW conventionnel et est également appelé FSW à réaction automatique ou FSW autoportant dans certaines publications [86,117], Comparé à l'outil FSW conventionnel composé d'une seule épaulement et d'un pion, l'outil de BT a une épaulement supplémentaire attachée à la pointe de pion, connue sous le nom d'épaulement inférieure, comme le montre les figures II.15-II.21 . L'épaulement inférieur remplace une enclume de support rigide utilisée dans les FSW conventionnels qui a démontré une aptitude particulière pour le soudage d'alliages d'aluminium [53-56,60]. Le soudage par friction-malaxage de l'outil BT, élimine toutes les limitations du C-FSW en utilisant une configuration à deux 'épaulements [87]. Le processus est effectué avec les deux épaulements en contact avec la surface de la pièce et permet une force axiale équilibrée et un gradient de température uniforme dans le sens de l'épaisseur de la soudure [125]. De plus, la caractéristique à deux épaulements lui permet de joindre les profilés d'extrusion creux et d'élargir considérablement ses applications [110,122,125,126]. L'utilisation d'un outil BT dans le soudage par friction-malaxage a l'avantage de donner à la zone traitée de la pièce à usiner une section transversale quelque peu rectangulaire, par opposition à la zone triangulaire généralement trouvée lors de l'utilisation de conceptions d'outils de soudage par friction-malaxage conventionnels [127].

En plus de ce qui précède, les configurations dissemblables d'outillage de bridage sont à l'origine de comportements thermiques fondamentalement différents entre les deux procédés. L'outillage de FSW conventionnel est particulièrement propice aux échanges de chaleur, en particulier au niveau de la racine du joint soudé où le contact est intime entre coupon et barre support. La chaleur générée par l'épaulement est aussitôt évacuée dans la barre support. À l'inverse, en BT-FSW,

l'évacuation de la chaleur n'est possible qu'à l'arrière de l'outil et latéralement dans l'outillage. La section de la tôle agit à la manière d'un goulet d'étranglement. Les géométries des outils de FSW conventionnel et BT-FSW sont à l'origine de cinématiques différentes. La racine d'un joint soudé par FSW conventionnel n'est pas déformée contrairement au BT-FSW où la soudure est complètement malaxée [86].

II.7.4. Avantages du BT-FSW

BT-FSW, présente des avantages importants par rapport au soudage FSW conventionnel, comme aucun arc, aucune fumée ni éclaboussure, aucun défaut de solidification, une faible distorsion et des contraintes résiduelles, d'excellentes propriétés mécaniques et a donc été largement utilisé dans les industries aérospatiale, ferroviaire, automobile et maritime [78,128]. En raison de la force d'appui généralement élevée appliquée pendant le soudage, le processus FSW est généralement exécuté comme un processus entièrement mécanisé. Une plaque d'appui rigide sous la pièce est indispensable pour réagir à la force d'appui élevée et empêcher la déformation de la pièce, ce qui limite directement l'application de FSW dans les structures courbes et grandes (par exemple, réservoirs de carburant de fusée) et les profils fermés (par exemple, extrusions creuses) où il est difficile ou impossible d'obtenir une plaque d'appui [117].

L'avantage important du BT-FSW est le caractère symétrique de l'outil. La chaleur est générée par les deux épaulements, de part et d'autre de la tôle à souder, permettant ainsi de souder des pièces de plus forte épaisseur, jusqu'à 30 mm. Un joint soudé est parfaitement symétrique par rapport à la mi-épaisseur [86]. Un autre avantage en faveur du BT-FSW, l'outil effectue une traversée complète, écartant tout risque de défaut de racine rencontré en FSW conventionnel.

Malgré les nombreux avantages du BT-FSW mentionnés dans ce chapitre, cette alternative au FSW reste classée et non appliquée dans les industries. Peu d'organisations développent la technologie BT-FSW et une quantité limitée d'informations est publiée sur ce sujet. Bien qu'il existe peu de publications sur le soudage du polyéthylène à l'outil BT-FSW, il est très rare d'obtenir des informations et face aux recherches envisagées, de nombreuses questions se posent sur le choix des paramètres de soudage optimaux pour souder ces tôles, les conceptions des outillages de soudage et les machines et outillages à utiliser lors des

recherches expérimentales. Différentes variables permettent de jouer sur le procédé et la qualité de l'assemblage produit. Mais trois paramètres principaux régissent le procédé et permettent l'obtention d'un cordon de qualité : la vitesse de rotation de l'outil (exprimée en tr/min), la vitesse d'avance ou vitesse de soudage (en mm/min) et l'effort normal (généralement en kN) exercé par l'épaulement de l'outil sur les plaques. Il était donc nécessaire de revoir certaines des publications consacrées le soudage des polymères à l'aide de l'outil traditionnel dans la section suivante.

Les paramètres de soudage ont une relation directe avec la microstructure du matériau et donc la qualité de la soudure. Pendant le FSW, la pièce subit un chauffage intense qui entraîne des changements microstructuraux et la formation de différentes zones. Dans les métaux FSW, quatre zones différentes : le noyau de soudure (WN), la zone affectée thermo-mécaniquement (TMAZ), la zone affectée thermiquement (HAZ) et le matériau de base (BM) sont observées [129]. Cependant, dans le cas des polymères, HAZ n'est pas toujours présent. De plus, la microstructure observée dans la zone soudée est différente des métaux. Kiss et al. [130] ont étudié la morphologie des cordons de soudure de plaques de PP soudées par friction-malaxage, les résultats du microscope optique ont montré une structure sphéroïdique au centre et au matériau de base. La structure au centre était similaire à celle du matériau de base.

II.8. Progrès de la recherche sur FSW des polymères

Le FSW des polymères est très complexe en raison des différences physiques et rhéologiques présentes dans chaque polymère. De plus, la vitesse de transit dans les conditions soudables des matériaux plastiques est plus faible par rapport aux matériaux métalliques, tels que les alliages d'aluminium [131]. L'obtention de paramètres de processus optimaux devient plus difficile lorsqu'il s'agit de soudage des polymères qui ont une faible viscosité à l'état fondu comme le nylon-6. La vitesse de rotation est le paramètre de processus majeur dans le processus FSW qui varie pour chaque type de matériau en fonction de leurs propriétés physiques [132]. Une vitesse de rotation plus élevée entraîne la dégradation du polymère, tandis qu'une vitesse de rotation plus faible donne un mauvais mélange, produisant ainsi des vides dans la zone d'agitation. Par conséquent, la nécessité d'étudier les paramètres optimaux pour chaque polymère est vitale.

D'autre part, la pression sur le matériau recuit ou semi-fondu est également une considération importante pour obtenir une résistance de soudure maximale car cela peut entraîner la formation de bavures et éventuellement une mauvaise finition de surface. Un exemple d'expulsion de matière plastifiée comme le montre le polycarbonate (PC) illustré sur la figure II.22. De plus, un flux de matériau excessif peut provoquer une défaillance du tunnel, ce qui finira par réduire la qualité du soudage. Le mélange uniforme du matériau pendant le processus d'agitation est directement lié à la qualité de la soudure. D'autre part, la régularité de l'écoulement ou du mélange des matériaux dépend de la géométrie de la forme du pion [133]. Par conséquent, le profil de pion optimal pour un mélange uniforme doit également être évalué pour étendre la portée du FSW sur les polymères.

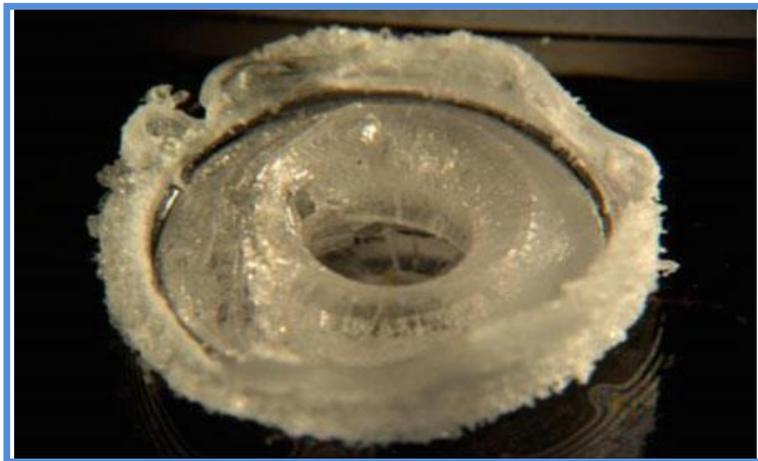


Figure II.22 : *Expulsion de matière plastifiée lors de FSW de polycarbonate (PC) [131]*

Dans les expériences menées par Inaniwa [131], le soudage à l'état solide des plastiques a été effectué en utilisant le procédé FSW conventionnel. L'efficacité maximale combinée du PEHD, du PVC et du PA6 était d'environ 70 %, 45 % et 35 %, respectivement. Des espaces sont largement formés du côté R.S dans le joint PA6 et PVC, mais peu dans le joint HDPE. La quantité de vides augmentait avec l'intensité de la révolution. La zone d'agitation a montré une valeur de dureté inférieure par rapport au matériau de base dans tous les matériaux utilisés. La différence de résistance des joints a montré la même tendance avec une rigidité différente dans la zone de l'étrier par rapport aux matériaux utilisés. Il a été considéré que la résistance de l'assemblage dépend à la fois de la détérioration de la propriété mécanique et des vides formés au niveau de la zone de soudure.

Des recherches antérieures ont effectivement conduit au développement du FSW en tant que processus d'assemblage viable pour les matériaux polymères, Cependant, certaines modifications et davantage de recherches sont nécessaires pour son utilisation complète dans diverses industries Dans ce contexte, le FSW conventionnel a été utilisé avec succès dans certains plastiques après son application réussie à l'aluminium et à d'autres métaux. Étant donné que l'outil joue un rôle important dans cette technologie, Les principaux objectifs de la plupart des études étaient de développer et de concevoir une géométrie outil capable de générer de la chaleur, d'améliorer le flux de matière et de contrôler la résistance des soudures. Le tableau II.1 résume les principaux résultats des recherches sur le soudage de certains polymères par chaque technique FSW. Sur la base de ces études en comparant les résultats de l'essai de dureté plus fin et de l'essai de traction, étant donné que plus de chaleur est générée lors du soudage par friction-malaxage en raison des différentes formes d'épaulements, notre analyse est renforcée par une revue de la littérature sur l'idée que le FSW avec outil de bobine offre une meilleure soudures HDPE de qualité par rapport au FSW avec un outil traditionnel. Dans l'étude présentée par Vijendra et Sharma [134] sur le soudage du polyéthylène moyenne densité (MDPE) avec la technique "i-FSW" où ils ont utilisé un outil conventionnel en le chauffant pendant le processus à 450 et 550 C°, l'efficacité du joint était 104,3% et 98,7% successivement . Les résultats de cette étude démontrent que la technologie i-FSW peut prédire efficacement l'allongement, la résistance à la flexion maximale et la rigidité accrue du joint soudé. Cela affecte les caractéristiques structurelles et la stabilité de la soudure en service si nécessaire. Le MDPE est soumis à un changement à chaud lors du soudage et à une surchauffe de l'outil, ce qui augmente la cristallisation de ce polymère. Par conséquent, il est nécessaire à l'avenir d'étudier une comparaison empirique entre les deux technologies et l'effet des deux outils sur les propriétés mécaniques des plaques de PEHD. Notre étude [135] qui a comparé l'effet de l'outil de la technique FSW conventionnel avec l'outil de la technologie BT-FSW pour le soudage des plaques PEHD a inclus leur effet sur les propriétés de traction et de dureté, où le premier outil a donné des résultats remarquables.

Auteurs	les techniques FSW	Matériaux de base		Les résultats les plus importants des études
		plaques	Épaisseur	
Vijendra and Sharma [134]	FSW Conventional Heated Tool (i-FSW)	Medium density polyethylene (MDPE),	5 mm	En chauffant l'outil à 450 et 550 °C, le rendement du joint était de 104,3 % et 98,7 % respectivement.
Saeedy and Givi [136]	FSW Conventional Tool	Medium density polyethylene (MDPE),	8 mm	Une efficacité conjointe maximale de 74,7 %.
Inaniwa et al [131]	FSW Conventional Tool	High-density polyethylene (HDPE)	5 mm	Une efficacité conjointe maximale d'environ 70%
Mishra et al [137]	FSW with Conventional Tool	High-density polyethylene (HDPE)	6 mm	Une efficacité conjointe de 44%
Arici et al [138]	FSW Conventional Tool (Double-side pass)	Medium density polyethylene (MDPE),	5 mm	L'efficacité maximale des joints de la technique était d'environ 87% de la résistance à la traction du matériau de base
Moreno et al [139]	FSW Stationary Shoulder Tool	Medium density polyethylene (MDPE),	8.5 mm	Une efficacité conjointe maximale de 91 % a été atteinte
Mostafapour and Azarsa [140]	FSW Tool of Heated Stationary Shoulder	Medium density polyethylene (MDPE),	10 mm	Des efficacités de joint supérieures à 90 % ont été obtenues avec des températures d'outil de 110 °C
Pirizadeh et al [141]	FSW Self-Reacting Tool	Acrylonitrile butadiene styrene (ABS)	5 mm	Résistance relative à la traction de 60,6 % pour pion convexe et 45,6 % pour pion simple.
K. Hachellaf et al [142]	FSW Conventional Tool	High-density polyethylene (HDPE)	4 mm	Une efficacité maximale de la soudure de 14,94%
Lounis et al [143]	(FSSW) Friction Stir Spot Welding.	High-density polyethylene (HDPE)	4 mm	Une charge de rupture maximale de 3790N.

Tableau II.1 : Comparaison de quelques résultats publiés lors d'études FSW des polymères [135].

II.9. Caractéristique mécanique d'un joint FSW

L'élévation temporelle de la température, ainsi que les déformations plastiques des matériaux au cours de l'opération FSW provoque des transformations dans la structure du joint soudé. Durant le soudage par friction-malaxage, la matière ne passe pas par une phase liquide [144]. Les faibles températures atteintes lors du FSW limitent la chute des propriétés

mécaniques du joint par rapport à celles du matériau de base [145], donc le métal ne parvient pas au point de fusion ce qui permet d'obtenir des modifications moins importantes comparées à celle induites lors du soudage selon basés sur la fusion de la matière. La Macrographie d'un joint de soudure obtenu par soudage FSW comporte quatre zones différentes [82,145] comme la présente les figures II.8 et II.9.

Les propriétés mécaniques globales des joints soudés par FSW sont dictées par les propriétés des zones constituant, par contre celles de la zone soudée par fusion sont relativement mauvaises que celles des soudures par FSW, en soudage par FSW les propriétés sont relativement peu diminuées par rapport au métal de base [146]. L'augmentation des vitesses de soudage permet d'augmenter la dureté du noyau et d'améliorer les propriétés mécaniques. Les propriétés du joint soudé dépendent d'une manière générale de l'état initial du matériau, du cycle thermomécanique subit et de son comportement face au traitement thermomécanique. La pratique la plus couramment utilisée est la caractérisation de la microstructure dans le différentes zone du joint afin d'obtenir un profil dans l'ensemble de ce dernier et d'établir où se trouvent les zones les plus faibles.

Des essais de traction sont aussi effectués, la résistance du joint soudé soumis à une contrainte cyclique doit être déterminée à l'aide d'essais de fatigue, permettant d'établir la courbe d'endurance du joint. De tels essais sont accompagnés d'une analyse fractographique, qui vise à évaluer quelques caractéristiques critiques pour la durée de vie du joint soudé. [145].

II.10. Microdureté d'un joint FSW

De manière générale, les propriétés métallurgiques des différentes zones du joint varient en fonction de l'apport de chaleur déterminé par les paramètres de soudage, cette variation est mise en évidence par les mesures de micro-dureté. L'évaluation de la micro-dureté le long du joint soudé a un intérêt particulier. En plus des informations que l'on peut en déduire sur les hétérogénéités de la microstructure le long de la soudure ; La micro-dureté est considérée comme un marqueur direct des propriétés mécaniques. Il existe une corrélation entre le profil de micro-dureté et le profil de ces propriétés le long des joints FSW [147]. Le profil de micro-dureté à travers la soudure change de forme selon l'alliage et l'état initial.

En général, après revue de la littérature [55,57,59,78-80,84-86,89,94,100,147], les caractéristiques générales de la dureté du joint FSW pour les alliages d'aluminium à souder, le profil de rigidité à travers les joints soudés FSW est en forme de W, comme le montre l'illustration II.23.

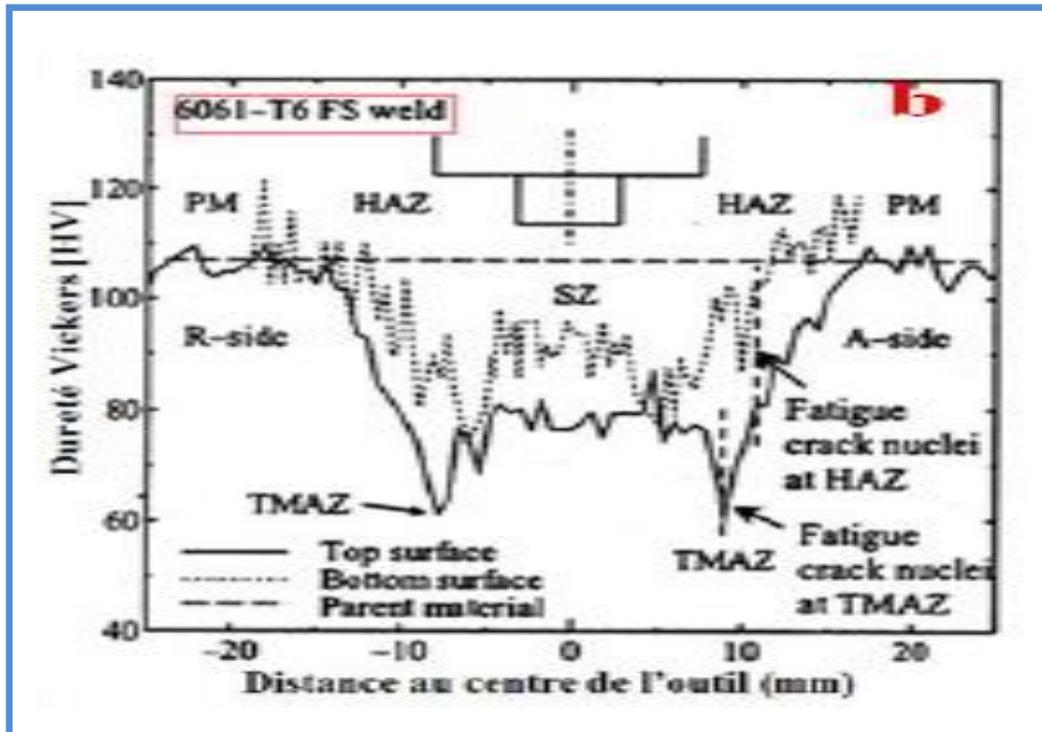


Figure II. 23 : Profil de micro-dureté pour alliages d'aluminium 60601 T6 [84]

Dans l'étude de Svensson et al [148] sur la microstructure et les propriétés mécaniques des alliages d'aluminium soudés par FSW il a été conclu que la dureté est minimale dans la zone soudée, elle chute de façon significative dans le noyau et dans la ZATM (Fig. II.23). Dans le noyau ce phénomène est dû à la structure recristallisée dans laquelle les grains ont une densité de dislocation faible, et aux dissolutions des précipités durcissant.

Des tests de micro dureté dans l'étude de Kaou et al [149] sur le soudage des plaques de polyéthylène (PEHD) révèlent la structure de la région soudée, le gain de dureté a été observé dans les sections prises à 20 mm, 45 mm et 90 mm de la position initiale de soudage. L'augmentation de la dureté était de 130%, 170% et 180%, respectivement pour les sections ci-dessus, dans ce cas ces valeurs déterminent le gain de dureté entre le matériau de base et les points hauts (figure II.24). La zone de soudure affectée était d'environ 30 mm. Il a également été observé dans cette région que la dureté maximale se situe au niveau du noyau

de soudure, une diminution de la dureté a été observée à chaque écart par rapport à cette région (figure II.24). La perturbation de la dureté a été observée dans la Zone Affectée Thermo-Mécaniquement (ZATM) et la Zone Affectée Thermiquement (ZAT). En dehors des domaines mentionnés ci-dessus, des niveaux de dureté minimum sont atteints dans le matériau de base (MB). Pour tous les joints produits dans cette étude, les gains de dureté de la couche supérieure de PEHD sont inférieurs à ceux de la couche inférieure, ce qui doit être attribué à la dissipation thermique accrue à travers l'épaulement inférieur.

En analysant l'histoire thermique et les tests de dureté de cette étude [149] le long du parcours de soudage, à 20 mm, 45 mm et 90 mm de la position initiale de la soudure, la qualité des soudures particulières peut être contrôlée lors de cette division le long du parcours de soudage en ces points caractéristiques, ainsi on peut également conclure que la température est un paramètre essentiel pour le contrôle de la qualité du soudage. Grâce à cette étude, la mesure de la température a donné les meilleurs résultats en termes de répétition des mesures plusieurs fois. Cependant, la vitesse de rotation et la vitesse d'avance sont le couple représenté par la génération de chaleur, liée au nombre de tours par unité de longueur, et la conductivité thermique, liée au temps nécessaire à l'instrument pour parcourir la même unité de longueur, plus représentatif.

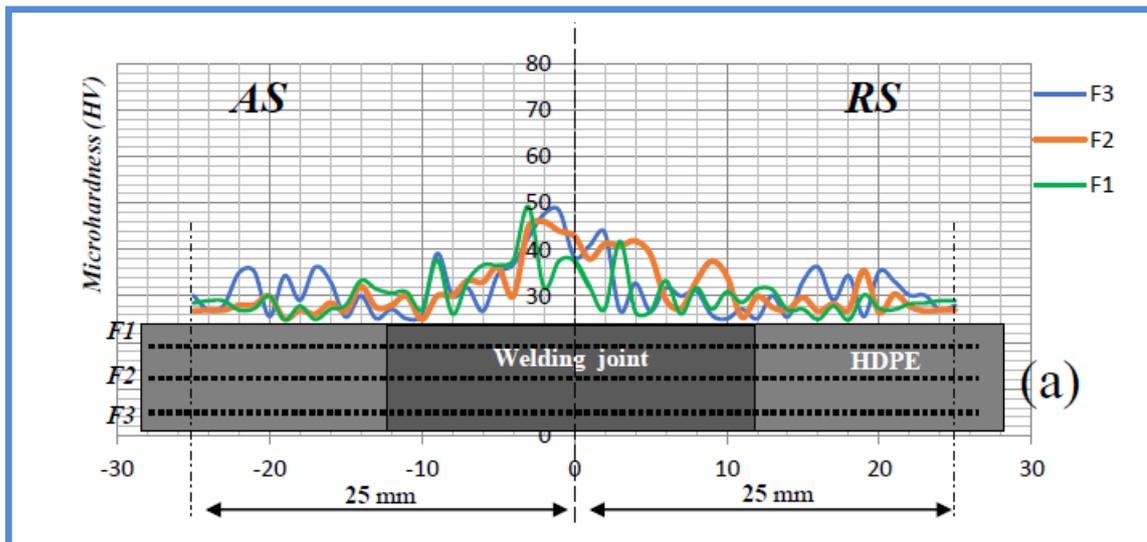


Figure II. 24 : Profil de micro-dureté pour des plaques PEHD

(À 20 mm de la position initiale de la soudure) [149]

La dureté et la résistance à la traction sont les principaux éléments qui caractérisent les propriétés mécaniques des soudures FSW. L'étude de Bouchouicha et al [150] a indiqué une relation empirique entre la dureté et la résistance à la traction du matériau. La mesure de dureté permet d'évaluer la résistance mécanique de différentes zones du joint soudé d'un point de vue qualitatif. La figure 16 montre un profil de micro-dureté typique de l'outil de bobine pour des feuilles de HDPE à dureté croissante, relativement symétrique autour de l'axe de soudure.

Cette revue de littérature [131-143, 149] rend compte de l'état de l'art sur la sensibilité des assemblages polymères soudés par différentes techniques FSW aux variations des paramètres de soudage. Bien qu'un grand nombre de configurations FSW aient été documentées sur le sujet, aucun élément bibliographique n'a été identifié pour une formation de joints soudés par BT-FSW pour les plaques de polyéthylène. Par conséquent, l'influence des paramètres de soudage sur les propriétés, la résistance mécanique et la micro-dureté de ces soudures est inconnue et n'a pas été abordé par les chercheurs, à l'exception de l'étude menée par Arici et al [138] sur le soudage des plaques de polyéthylène à densité moyenne (MDPE) à l'aide de la Technique FSW (*Double-side pass*), les deux côtés ont été soudés à l'aide de l'outil conventionnel où l'efficacité maximale des joints de la technique était d'environ 87% de la résistance à la traction du matériau de base. Dès lors, l'idée de souder des plaques de polyéthylène (HDPE) en passant l'outil une fois des deux faces était un problème et un dilemme de recherche.

Pour répondre à cette problématique, l'objectif principal de ce projet dédié au soudage du PEHD à l'aide de l'outil bobbin est de comprendre les mécanismes mis en jeu pour donner les propriétés finales des soudures PEHD. Le but est également de déterminer les conditions de soudage qui permettent d'obtenir les soudures optimales en termes de résistance mécanique tout en minimisant les distorsions utilisation l'outil susmentionné.

Pour atteindre ces objectifs, des recherches sont menées, basées sur des travaux expérimentaux et structurés dans le chapitre suivant. Ce chapitre analyse la revue de la littérature en général sur le soudage FSW et en particulier BT-FSW et la mesure dans laquelle les paramètres de soudage affectent les propriétés globales et microstructurales des soudures polymères ainsi qu'une revue biographique des différentes techniques FSW.

II.11. Conclusion

Le soudage est un procédé d'assemblage permanent. Il a pour objet d'assurer la continuité de la matière à assembler. L'opération peut être appliquée aux métaux ainsi qu'aux matières thermoplastiques. Le soudage permet d'obtenir une continuité de la nature des matériaux assemblés : matériau métallique, matière plastique, etc. De ce fait, Une mauvaise soudure est un problème auquel un humain doit faire face tant qu'il fabrique les structures. A l'heure actuelle, ce problème est considéré comme critique notamment avec le développement technologique de structures complexes utilisant des matériaux hétérogènes de nature différente. Cette situation est également difficile du fait des techniques d'assemblage ou de soudage qu'il faut inventer pour réduire les problèmes. Les progrès des connaissances en mécanique du soudage permettent aujourd'hui de mieux prévenir les risques de rupture grâce à des méthodes de calcul souvent conservatrices mais pas nécessairement améliorées.

Le procédé de soudage FSW est bien adapté aux alliages d'aluminium d'épaisseur moyenne. Pour développer les conditions d'application du procédé à ces matériaux synthétiques, de nombreuses recherches scientifiques ont été menées. D'autres procédés de soudage par fusion sont confrontés à des limitations techniques et impliquent des procédures d'exécution plus contraignantes, permettant de distinguer le procédé FSW par sa simplicité. L'application du procédé de soudage FSW à d'autres matériaux soudables connus tels que les polymères, fait actuellement l'objet d'études de recherche. Pour le polyéthylène, la principale difficulté réside dans le choix et la géométrie du matériau de l'outil, ainsi que des différentes variables et facteurs de soudage, ces différentes variables permettent de jouer sur le procédé et la qualité de l'assemblage produit. Mais trois paramètres principaux régissent le procédé et permettent l'obtention d'un cordon de qualité tel-que la vitesse de rotation de l'outil, la vitesse d'avance ou vitesse de soudage et l'effort normal exercé par l'épaulement de l'outil sur la plaque. En outre, il a été découvert que l'épaisseur de la pièce influence profondément les paramètres de soudage. En outre, les chercheurs ont rapporté différents paramètres d'assemblage pour différents niveaux d'épaisseur du même matériau [134].

FSW est généralement exécuté comme un processus entièrement mécanisé. Une plaque d'appui rigide sous la pièce est indispensable pour réagir à la force d'appui élevée et empêcher la déformation de la pièce, ce qui limite directement l'application de FSW dans les

structures courbes et grandes. Ces structures sont généralement soudées selon la technique FSW utilisant un outil à 'bobbin'. Cette nouvelle technologie, qui est symbolisée par BT-FSW, est une variante du FSW qui utilise un épaulement inférieur pour entrer en contact avec la surface inférieure de la pièce à usiner. Il n'y a pas besoin de barre d'appui car le BT-FSW permet moins de dureté pendant le processus de soudage, des profils fermés tels que des structures creuses et de forme complexe peuvent être assemblés.

Malgré un bon nombre de publications sur les techniques FSW, peu d'entre elles ont traité de la fabrication de l'outil ou de l'effet de la géométrie de celui-ci sur le processus et la majorité de ces dernières ont abouti à l'utilisation d'un outil conventionnel. D'autres formes de pions plus complexes ont été développées pour modifier le débit du métal mélangé autour et réduire les charges appliquées sur le pion. Par ailleurs, des études sont actuellement menées pour améliorer l'outil de soudage en augmentant sa résistance à l'usure pour souder des matériaux à point de fusion élevée (aciers, composites à matrice métallique ...). D'autres travaux montrent qu'un préchauffage en amont de l'outil diminue le gradient de température comparé au procédé classique FSW. Il est à remarquer que sur toutes les publications consultées la seule à avoir explicitement évoqué les problèmes de sécurité liés à l'outil de soudage et à la machine (fraiseuse) est celle de Buffa et al [69] qui ont montré que pendant le processus FSW le pion est soumis à de considérables forces capables de provoquer une rupture.

III.1.Introduction

Notre point de départ a été l'étude réalisée en 2013 lors des travaux expérimentaux d'un mémoire de maîtrise en génie mécanique pour un sujet de recherche sur l'influence de la géométrie de l'outil sur le soudage par friction malaxage (FSW) d'un PEHD (*Étude expérimentale*) [4] en collaboration avec les Professeurs E. Ould Chikh et H.M. Meddah. Les résultats de notre étude ont été présentés en courbes contrainte-déformation de chaque essai de groupe EpTS-FSW (éprouvettes soudées par FSW conventionnel) avec vitesses de déformation 0.01 s^{-1} , toutefois les interprétations des résultats font appel aux résultats obtenus de l'essai de traction d'Eprouvette TNS (éprouvettes non soudées). D'après ces expériences et ces essais, le soudage par FSW conventionnel du PEHD donne des résultats très satisfaisants, Ce travail constitue un véritable challenge du point de vue expérimental. A cet effet, nous avons développé la technique de soudage des thermoplastiques à l'aide de plusieurs outils lors de quelques travaux expérimentaux spontanés qui ont été un phare vers le travail recherché.

En ce qui concerne l'influence de la géométrie de l'outil sur le soudage FSW conventionnel dans l'étude précédente [4], Les outils T7 et T9 (figure III.1) sont composés d'un pion simple (T7) et d'un pion complexe (T9), et d'un épaulement de diamètre 20 mm, est mis en rotation entre 720 et 875 tr/min et à une vitesse d'avance entre 20 et 40 mm/min, sous un effort F défini (pénétration δ), sont appropriées pour obtenir une bonne qualité de soudage des matériaux thermoplastiques tels que le PEHD.

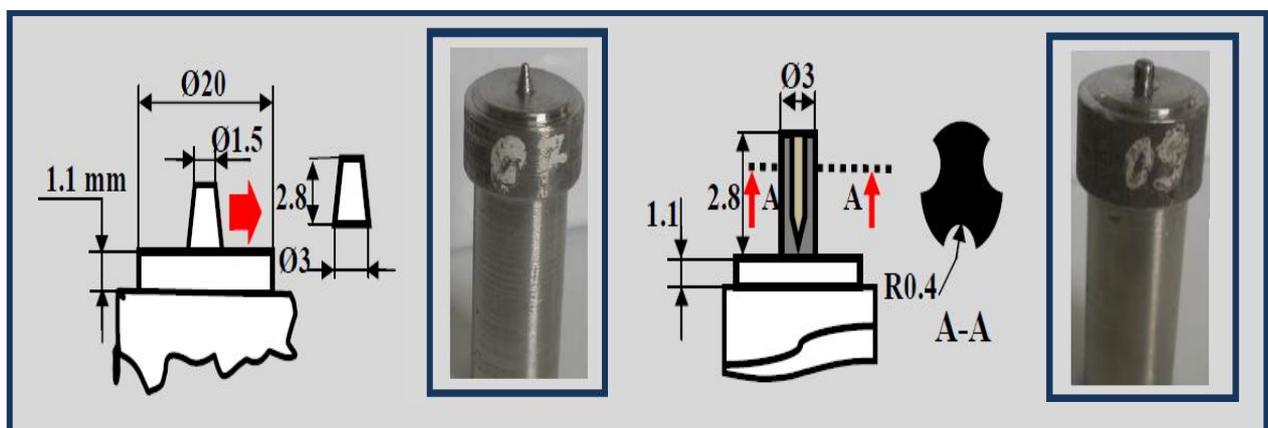


Figure III.1: Outil utilisé pour l'expérimentation [4].

Il faut noter que les outils T7 et T9 sont appropriés pour obtenir une soudure C-FSW (conventionnel) uniquement, sur les plaques prélevées à partir des tubes de PEHD de 4 mm d'épaisseurs.

Le deuxième pilier sur lequel nous nous sommes appuyés pour enrichir l'idée de soudage par FSW. Ce soudage appelé 'Bobbin Tool (BT-FSW)' pour des plaques qui ont été retirées et prélevées dans des tubes d'une épaisseur de 11,4 mm, en tenant compte de leurs caractéristiques spécifiques et générales, sont les études de recherche qui ont été traitées et étudiées de Ghabeche et al [151], à travers lesquels il a été conclu qu'il existe une nette différence entre les surfaces des parois des tubes externes et internes en termes de rugosité et de dureté. La surface extérieure est généralement plus rugueuse et plus rigide que la surface intérieure.

Pour la précision des propriétés mécaniques dans les recherches scientifiques en PEHD, nous avons examiné les précieuses études de Fadda et al [152] afin de mener approximativement la même expérience sur des éprouvettes prélevées à partir des tubes de PEHD de diamètre 125 mm destinées à la distribution de gaz naturel, les éprouvettes standards préparées selon ISO 6259-3 et découpés avec une fraiseuse, testées pour la détermination des propriétés de traction dans les directions longitudinales et transversales (figure III.2). Où nous avons observé que les propriétés mécaniques des couches internes sont les meilleures, indiquant une différence morphologique importante impartie par l'extrusion [153].



Figure III.2: *Éprouvettes PEHD pour les essais de traction uni-axiale : (a) éprouvette transversales, (b) longitudinales*

Les propriétés mécaniques mesurées dans l'étude de H. FADDA et al [152] sont globalement en concordance avec celles données par les fabricants de tubes HDPE, cependant une distribution est observée. A un niveau détaillé, sur la couche externe, la différence entre directions longitudinales et transversales (DL et DT) est claire surtout dans la partie déformation plastique. Il a été constaté l'absence de durcissement suffisant alors qu'un durcissement significatif est signalé à l'échelle macroscopique pour les éprouvettes longitudinales (DL) [152].

III.2. Objectifs et organisation du travail expérimental

Pour déterminer les paramètres de couple requis pour le soudage, tels que la vitesse de rotation et la vitesse de soudage BT-FSW (*Bobbin Tool Friction Stir Welding*), il est nécessaire d'effectuer plusieurs soudures et des tests mécaniques pour les distinguer aux tests de contrôles destructifs ou non destructifs.

Le travail de cette partie expérimentale a pour but de proposer une géométrie d'outil qui pourrait être utilisée comme un outil prédictif pour la mise au point des paramètres procès optimaux et pour obtenir une bonne soudure des polymères tel que PEHD avec la technique de soudage BT-FSW.

Pour mener à bien ce projet, différentes études complémentaires ont dû être menées. Des essais expérimentaux instrumentés de soudage par BT-FSW et par C-FSW (*FSW conventionnel*) des polymères (PEHD) ont été réalisés.

III.3. Matériau et équipements utilisés dans ce travail :

III.3.1. Matériaux étudiés

Le matériau utilisé dans cette étude est un tube en PEHD100 ayant un rapport de diamètre standard (Standard Diameter Ratio 'SDR') de 11. Le diamètre extérieur est de 125 mm, et son épaisseur est de 11,4 mm, et destiné à la distribution du gaz naturel avec la norme de référence EN1555-1 à 7. Il est extrudé, pigmenté en noir [154]. Il a été fourni par le groupe Chiali de Sidi Bel-Abbes. Il est conçu pour des réseaux à 4 bars (pression nominale) de service et peut supporter des pressions d'essai hydraulique de 6 et 10 bars effectives.

Il s'agit d'un PEHD de masse molaire est de l'ordre de 500 kg/mol. Les températures de transition vitreuse et de fusion sont respectivement de (-125°C et 135°C).

Les tableaux III.1et III.2 présentent la composition des résines utilisées et leurs caractéristiques physiques et mécaniques.

Désignation de la résine	Contrainte minimal requise (Minimum Required Stress) (MPa)	Contrainte utilisée dans les calculs Contrainte hydrostatique à long terme σ (MPa)
PE100	10	8
PE 80	8	6,3
PE 63	6,3	5
PE 40	4	3,2
PE 32	3,2	2,5

Tableau III.1 : Les Résines utilisées pour les tubes PEHD [155].

	Unité	PE32	PE80	PE100
Masse volumique (densité)	kg/m ³	932 à 936	949 à 956	956 à 961
Fluidité (MFI)	g/10mn	0.2 à 0.3	0.7 à 1	0.2 à 0.5
Resistance au seuil d'élasticité	MPa	17	≥15	≥19
Allongement a la rupture	%	>600	>600	>600
Module d'élasticité	MPa	-	800	1000
Température fragilité	⁰ C	-80	<-100	<-100
Dilatation linéaire	K ⁻¹	24.10 ⁴	24.10 ⁴	24.10 ⁴
Coefficient Rugosité hydraulique		0.01 à 0.05		
Resistance électrique	Ω/cm	≥10 ¹²	≥10 ¹²	≥10 ¹²

Tableau III.2 : Caractéristiques physiques et mécaniques des résines [156].

III.3.2 Préparation des plaques :

Les plaques (figure III.3) utilisées ont été directement extraites à partir du tube pour conserver l'histoire thermomécanique intrinsèque, en obéissant à une méthodologie de préparation reproductible et en minimisant les contraintes de contact durant l'opération automatique d'usinage.

Les plaques (figure III.4) de forme rectangulaire standards (80mm×180mm) avec la même épaisseur du tuyau, extraites directement du tube PEHD par une scie électrique à une vitesse de coupe suffisamment faible, découpées dans les deux directions, axiale (longitudinale (coupé le long de l'axe des tuyaux)) et radiale (transversale).

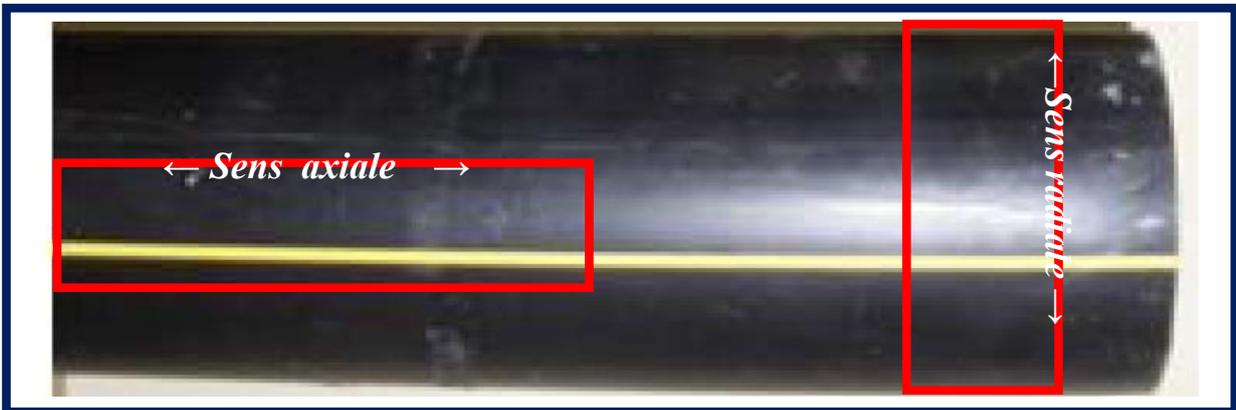


Figure III.3: Tube de PEHD 100 Ø125 GAZ

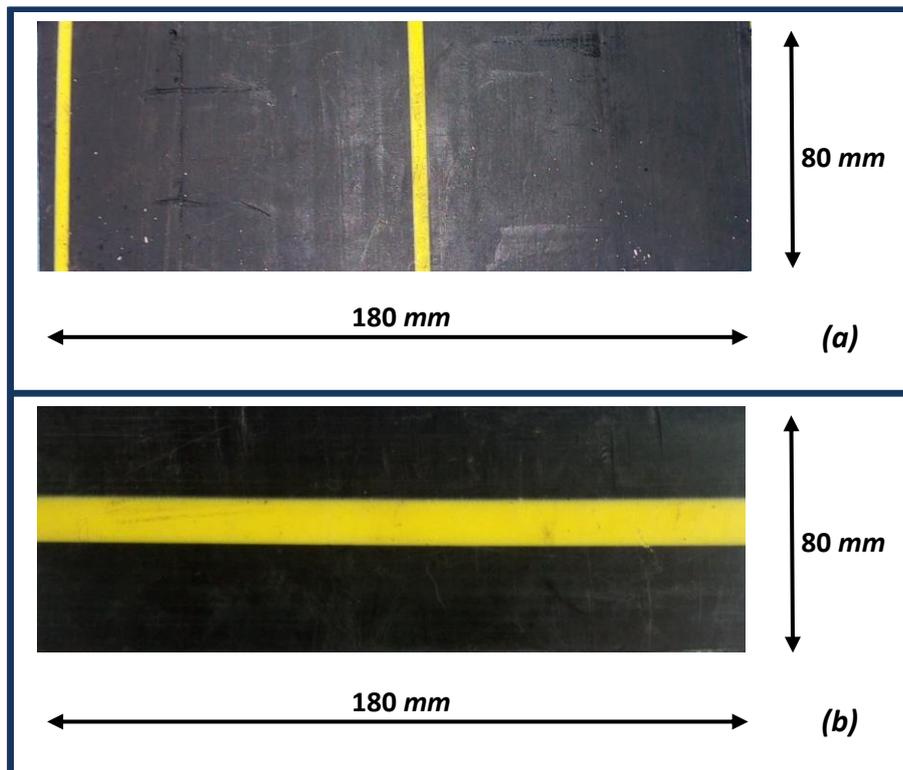


Figure III.4: des plaques découpées dans les deux directions :
a) radiale (transversale) et b) Axiale (longitudinales)

III.4. Moyens de soudage

Les essais de soudage ont été réalisés sur fraiseuse type EMCO (figure III.5.b), Cette machine semi-industrielle capable de réaliser des joints soudés aussi bien par BT-FSW que par C-FSW (*FSW conventionnel*).

EMCO a ses propres caractéristiques en tant que machine à 3 axes avec une direction de broche universelle, 1,4 KW de puissance, 2200-80 tr/min sont respectivement la vitesse de rotation maximale et minimale, jusqu'à 300 mm de longueur de soudage selon l'axe x et 200 mm le long de l'axe y, avec une course suivant z de 350 mm.

En soudage par friction malaxage (*FSW conventionnel*), on utilise classiquement une machine 2 axes 1/2. On retrouve couramment la configuration suivante qui est représentée sur la figure III.5.b [145]:

L'axe x, piloté en déplacement, qui permet un mouvement longitudinal de l'outil par rapport aux plaques PEHD (1 axe) ; il caractérise la direction de la vitesse d'avance.

L'axe y, piloté en position, qui permet de positionner l'outil par rapport à l'interface des deux plaques PEHD (1/2 axe) ;

L'axe z, piloté en déplacement ou en effort, perpendiculaire aux plaques PEHD, permettant de piloter les phases de pénétration et de retrait (1 axe). Cet axe comprend également la rotation de l'outil (axe de la broche) [64].

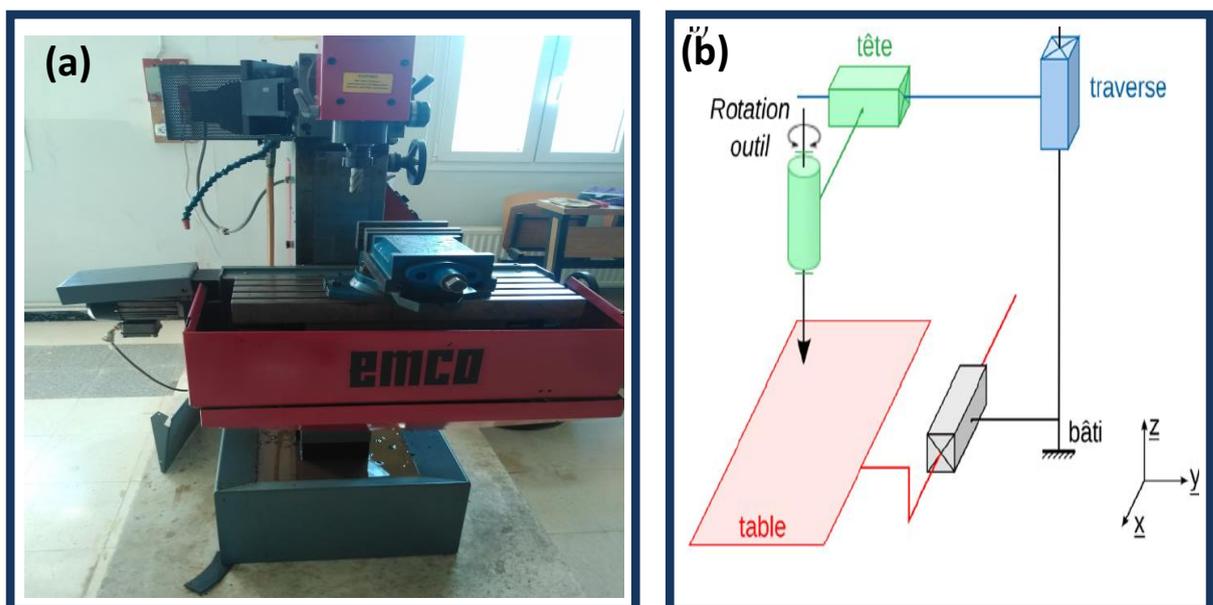


Figure III.5 : (a) : *Fraiseuse type EMCO (d'hall technologique de Génie Mécanique- Université de Mascara).* (b) : *Schéma cinématique, représentation des axes [145].*

Les trois axes sont pilotés en déplacement. Le dispositif se présente donc comme une tri-couche composées de 2 plaques, une plaque posée sur l'autre plaque, qui sont même repose sur une plaque support (*backing plate*). La figure III.6 montre la méthode de fixation des trois plaques ensemble. L'idéal est donc d'employer une clef dynamométrique pour s'assurer de la symétrie des contraintes de serrage.

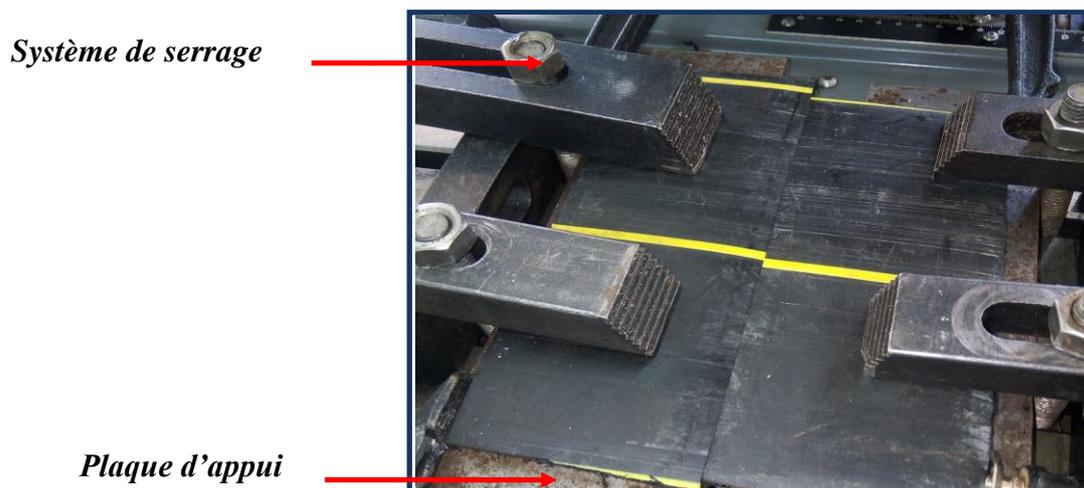


Figure III. 6: dispositif de bridage

L'outillage de bridage utilisé pour les essais de soudage Bobbin Tool pour les plaques PEHD de dimensions $180 \times 80 \times 11.4$ mm (11.4 mm épaisseur de tube) garantir un bridage latéral et verticale optimal à l'aide d'un système de brides mécaniques, cales crénelées et goujons. Illustré sur la figure III.7, il est constitué de deux plateaux en acier de dimensions $200 \times 100 \times 25$ mm montés sur la table de fraiseuse. Les coupons à souder sont bridés verticalement et même latéralement avec plateaux et la table à l'aide d'un système de brides mécaniques. L'écartement entre les plateaux est réglable ; néanmoins, la majorité des essais de soudage présentés dans ce mémoire ont été réalisés, sauf indication contraire, avec un écartement de 30 mm.

Les avantages de soudage BT-FSW (*Bobbin Tool Friction Stir Welding*) peuvent être résumés comme suit [105, 127]:

- Élimine les racines de soudure et les défauts de racine.
- Forces Z faibles sur le montage et la machine.
- Aucune barre de support requise.

- Faible distorsion due à un apport de chaleur uniforme
- Contrôle simple.
- Tolérance à la variation d'épaisseur.

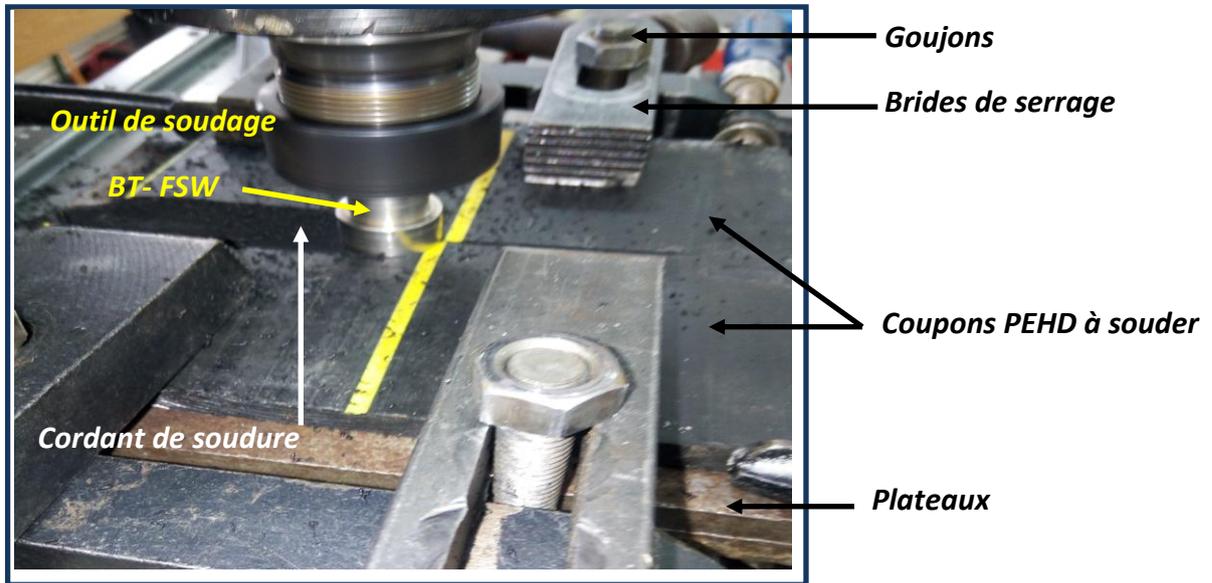


Figure III.7 : Outillage de bridage utilisé pour les essais Bobbin Tool -FSW.

III.5 Outils de soudage

On a fabriqué trois outils, deux outils (figure III.11 et III.12) pour le soudage BT-FSW (*Bobbin Tool*) et un outil simple (figure III.10) pour C-FSW (*FSW conventionnel*).

Généralement les matériaux utilisés pour la réalisation des outils de soudage sont principalement des aciers faiblement alliés de type aciers à outils ou superalliages. Ces matériaux présentent de très bonnes caractéristiques mécaniques à chaud [86].

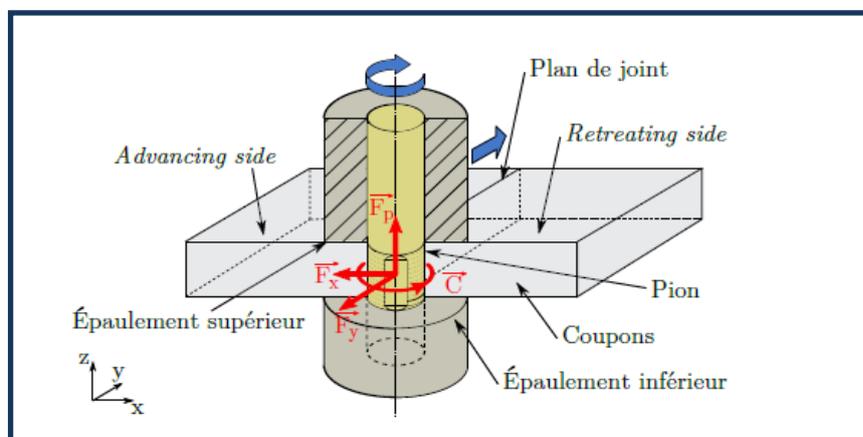


Figure III.8: Outil Bobbin Tool [86].

Les efforts rencontrés par l'outil sont mesurés au cours de l'essai. *La pin force*, notée F_p sur la figure III.8, correspond à l'effort de pincement entre les épaulements. L'effort F_x est l'effort transverse, exercé généralement du *retreating side* vers l'*advancing side*. L'effort F_y est l'effort parallèle à l'avance de l'outil

En soudage BT-FSW, l'outil à deux épaulements permet de pincer les deux pièces à souder (figure III.9), l'apport de chaleur s'effectue par frottement sur les deux faces des pièces. Le défaut de la pénétration de l'outil ordinaire est éliminée [4, 64].

Pour plonger l'outil dans les pièces, il faut percer au préalable un trou pour insérer le pion. Une fois que le pion et l'épaulement supérieur sont en place, l'épaulement inférieur est visse sur le pion.

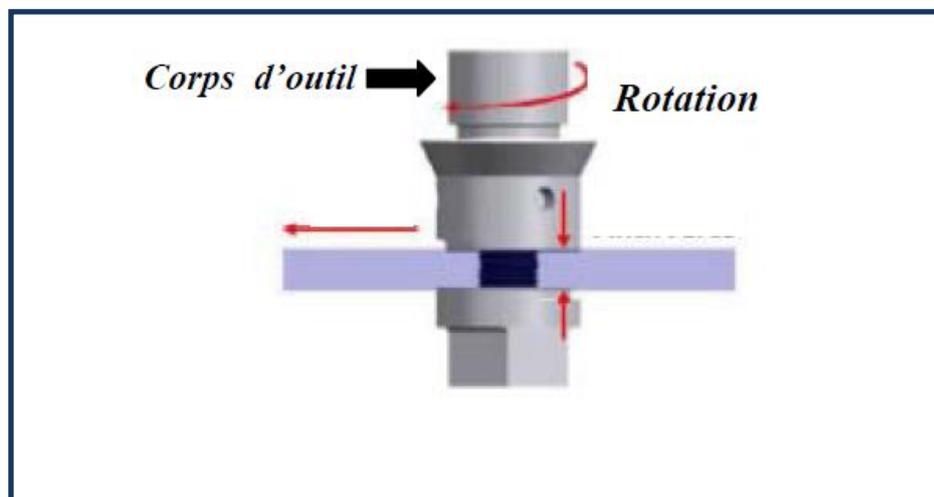


Figure III. 9: Configuration de l'outil a double épaulement [64].

Cette technologie permet de souder les pièces d'épaisseur importante. Elle donne un aspect symétrique de propagation de la température.

l'outil (T_C) utilisé pour le soudage C-FSW (*FSW conventionnel*) dans ce projet est non consommable. Il assure le malaxage de la matière avec l'assistance de la chaleur créée par le frottement outil/matière. Il est composé de deux parties (figure III.10), un épaulement qui frotte sur la surface des pièces à souder, et un pion assurant la fonction de malaxage [64].

Un outil (T_{CER}) de soudage BT-FSW (figure III.11), est composé d'un pion cylindrique pouvant coulisser dans l'épaulement inférieur et d'un épaulement supérieur fixé au pion, comme illustré sur la figure mentionné ci-dessus. Les deux épaulements tournent à la même vitesse de rotation, les deux épaulements sont munis d'une couronne interne et d'une couronne externe.

Le deuxième outil (T_{EF}) est simple, constitué d'un pion de diamètre 6 mm fixé aux deux épaulements munis d'une couronne interne et d'une couronne externe (figure III.12).

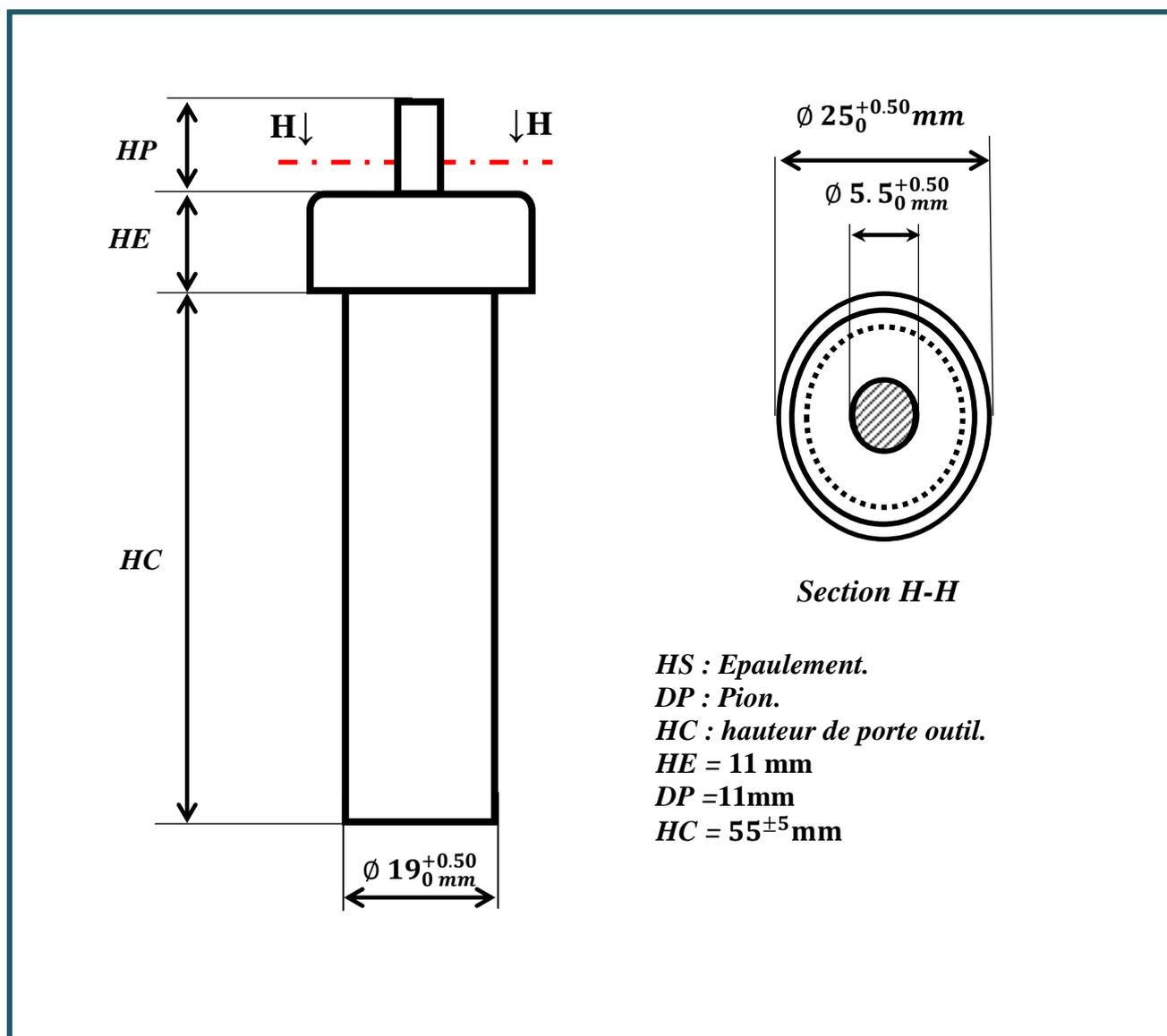


Figure III. 10: Schéma d'outil T_C pour C-FSW (FSW conventionnel).

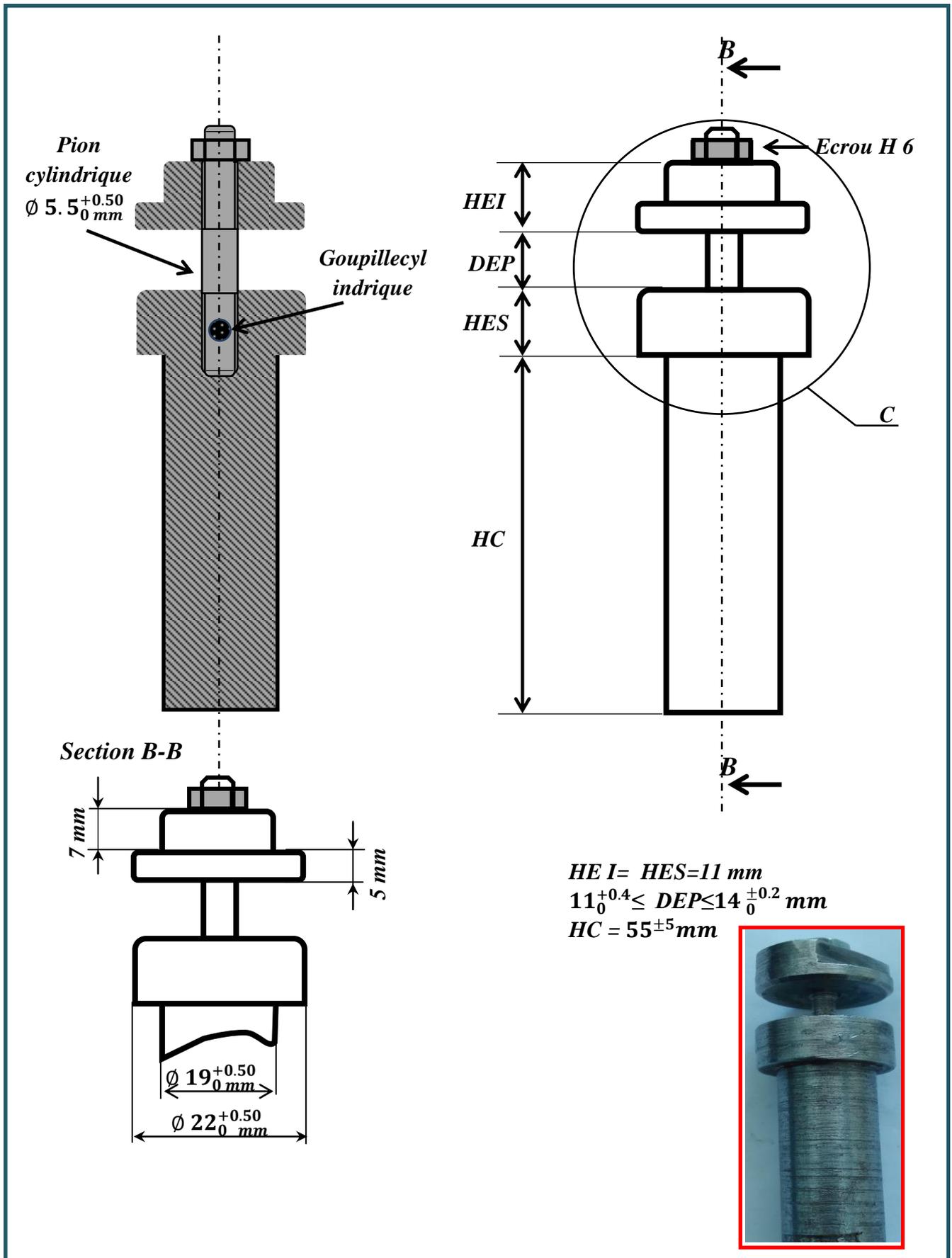
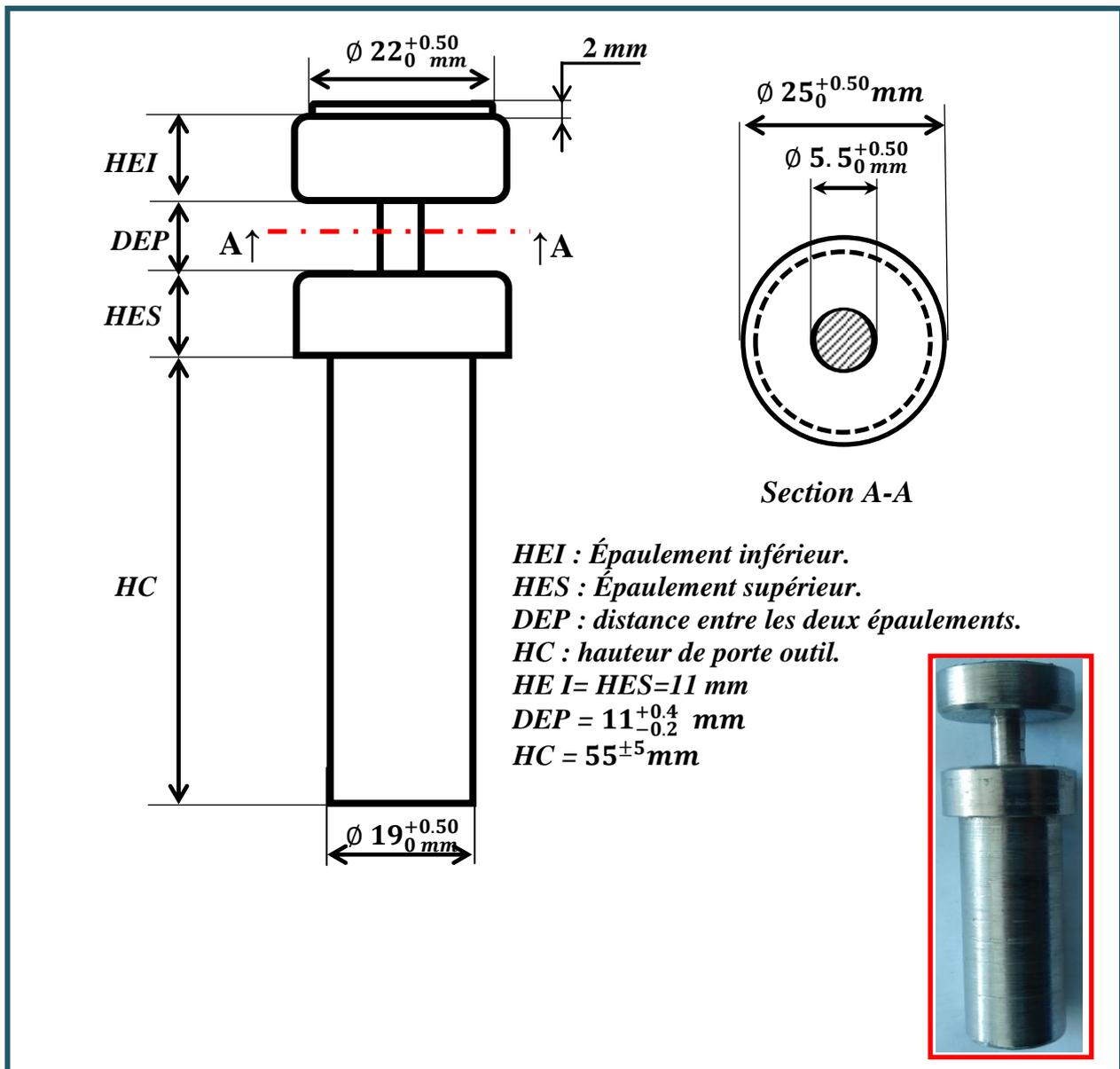


Figure III. 11: Schéma de l'outil Bobine à écart réglable (T_{CER}).

Figure III. 12: Outil de bobine à écartement fixe (T_{EF}).

III.6. Protocole de soudage

III.6.1.1. Expériences secondaires (complémentaires).

Ces expériences sont des critères en termes d'inclusion et d'extraction les paramètres de couple nécessaires au soudage C-FSW et BT-FSW (vitesse d'avance, vitesse de rotation), cette partie expérimentale a pour but de définir le domaine de soudabilité pour lesquels la soudabilité a été obtenue. Il est donc nécessaire de réaliser une multitude de soudures.

Initialement, nous avons mené les expériences directement sur les tuyaux, nous avons donc créé des fissures longitudinales (Figure III. 13) sur tuyaux. On a exécutés l'opération du

soudage (Figure III. 14) sur une fraiseuse universelle, en utilisant les deux types des outils de soudage T_{EF} et T_{CER} .

La fraiseuse universelle disponibles au Laboratoire Universitaire de Mascara a les mêmes caractéristiques que la machine EMCO, et a la possibilité supplémentaire de souder dans les trois directions de l'espace et aussi d'afficher les efforts suivant les trois axes; avec un effort vertical maximal $F_{Z_{max}} = 89\text{kN}$, jusqu'à 1m de longueur de soudure.

Nous avons fait varier la vitesse d'avance pour maintenir la vitesse de rotation constante et inversement. Nous avons réalisé pour 60 essais, les essais intéressants (tableau III.3) ont été appliqués au soudage des plaques PEHD pour obtenir une soudure acceptable selon les conditions de couples choisis (N et Va).



Figure III. 13: Image d'une fissure longitudinale (Tube PEHD 100 Ø125 GAZ).



Figure III. 14: Soudage BT-FSW d'une coupe longitudinale de tube PEHD 100 Ø125.

III.6.1.2 .Domaine de soudabilité et définition de la soudabilité

À l'issue des travaux secondaires, le ou les domaines de soudabilité peuvent être définis, de sorte que Le domaine de soudabilité contient tous les couples de paramètres vitesse de rotation et vitesse d'avance pour lesquels la soudabilité a été obtenue (essai 3et 6

du tableau III.3). À ce stade, il semble nécessaire de préciser la définition de la soudabilité dans le cas du BT-FSW. Le terme de soudabilité opératoire caractérise la possibilité de réaliser un assemblage continu. Nous aborderons au paragraphe III.2.3 les différents cas de non soudabilité opératoire rencontrés au cours de ces expériences secondaires. Lorsque la soudabilité opératoire a été établie et qu'aucun défaut n'a été détecté dans la soudure à l'aide des moyens de caractérisation tels que le contrôle visuelle, nous parlerons alors de soudabilité locale ou de soudabilité matériau. Sur la figure III. 15, Les principaux défauts de soudure observés ont été présentés.

	N (Tour.mn^{-1})	V_a (mm.mn^{-1})	V_a/N	Qualité de soudage (contrôle visuel)
<i>Essai 1</i>	1250	10	0.008	<i>Mauvaise soudure</i>
<i>Essai 2</i>	1250	15	0.012	<i>Mauvaise soudure</i>
<i>Essai 3</i>	1250	30	0.024	<i>Très bonne soudure</i>
<i>Essai 4</i>	1100	10	0.009	<i>Mauvaise soudure</i>
<i>Essai 5</i>	1100	15	0.013	<i>Mauvaise soudure</i>
<i>Essai 6</i>	1100	30	0.027	<i>Bonne soudure</i>

Tableau III.3 : Les paramètres N et V_a , qui influent sur la qualité de soudure



Figure III. 15: les principaux défauts de soudage observés.

D'après les observations mentionnés dans le tableau III.3, on définit initialement le domaine de soudabilité opératoire (DSO) pour le soudage des tubes PEHD (fissurées longitudinalement) comme suit : $1100 \text{ tour/min} \leq N \leq 1250 \text{ tour/min}$, $V_a \leq 30 \text{ mm/min}$

Par ces expériences secondaires, nous avons vérifié la possibilité de projeter un point du domaine de soudabilité sur d'autres configurations de soudage sur les plaques extraites dans les deux directions axiale et radiale.

III.6.1.3. Cas de non soudabilité

Deux principaux cas de non soudabilité ont été rencontrés au cours des essais secondaires :

- déplacement latéral des tuyaux pendant le soudage en raison d'une mauvaise fixation sur la table de la fraiseuse.
- Détachement de l'épaulement inférieur de l'outil T_{CER} , généralement observé pour des conditions de soudage dites froides.

III.6.2 Soudage des plaques PEHD :

Les plaques utilisées pour réaliser les assemblages soudés sont celles étudiées dans paragraphe III.3.2 de ce manuscrit c'est-à-dire des plaques découpées dans les deux directions (figure III.4) : radiale (a) et axiale (b). Les surfaces jointives à l'interface sont usinées et nettoyées avant le soudage, l'axe de révolution de l'outil est confondu avec ce plan de joint. Les plaques sont soudées par BT-FSW, sur une fraiseuse de type EMCO (figure III.5.b). La géométrie de l'outil utilise dans cette étude est présentée sur la Figure III. 12, selon un point de fonctionnement correspond à un cordon sans défaut selon l'exigence de la norme relative au BT-FSW.

Dans la présente étude, nous considérons qu'un point de fonctionnement est valide seulement si le cordon BT-FSW correspondant, ne présente aucun macro-défaut interne ou surfacique. Un point de fonctionnement robuste est situé au centre d'un domaine de soudabilité il est alors moins sensible aux variations des conditions opératoires. Ceci dépend toutefois de la taille du domaine de soudabilité.

Dans notre démarche, nous avons fait varier la vitesse d'avance pour une vitesse de rotation donnée et inversement pour obtenir quatre essais. L'essai de référence correspond à une vitesse d'avance $V_a=30\text{mm/min}$ et une vitesse de rotation $N =1250 \text{ tr/min}$. Ceci correspond à une avance par tour, $R=0,024 \text{ mm/tr}$. La vitesse de rotation a été diminuée pour

atteindre une valeur $N = 1100 \text{ tr/min}$ afin d'obtenir un essai dit "froid", d'avance par tour $R = 0,027 \text{ mm/tr}$. Afin d'obtenir l'essai dit "rapide", la vitesse de soudage a été augmentée : $V_a \geq 1250 \text{ mm/min}$. Cet essai correspond à un essai d'avance par tour $R \leq 0,024 \text{ mm/tr}$. Un quatrième essai a été mis en place afin de faire apparaître des très bons soudures en diminuant la vitesse de rotation et la vitesse d'avance pour atteindre les valeurs respectivement $N = 1100 \text{ tr/min}$, et $V_a = 26 \text{ mm/min}$. Ceci correspond à une avance par tour, $R = 0,023 \text{ mm/tr}$. Les paramètres opératoires utilisés sont répertoriés dans le tableau III.4.

Essai	N (Tour/mn)	V_a (mm/.mn)	V_a/N (Tr/mm)	Défauts de soudage (contrôle visuel)	Qualité de soudage (contrôle visuel)
T1	1250	30	0.024	Éraillures ou écailles	Mauvaise soudure
T2	1100	30	0.027	le défaut tunnel	Mauvaise soudure
T3	≥ 1250	30	≤ 0.024	brûlures	Mauvaise soudure
T4	1100	26	0.023	aucun défaut n'a été détecté	Très bonne soudure

Tableau III.4 : Les paramètres utilisés pendant le soudage par BT-FSW des plaques

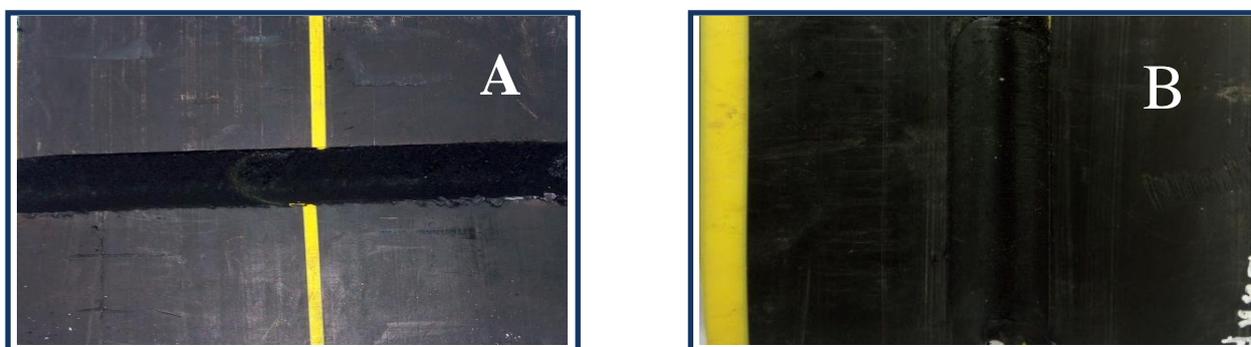


Figure III. 16: Images des plaques PEHD soudées par BT-FSW

(A) : radiales (transversales), (B) : Axiales (longitudinales)

III.7. Caractérisation mécanique

Les assemblages soudés peuvent être contrôlés par différentes techniques de CND (Contrôle Non Destructif) et par des essais destructifs (microstructure, essais de traction, essais de flexion, essais de pliage, filiations de micro dureté, examens macrographiques, analyses chimiques...) pour s'assurer de leur conformité [157]. Nous effectuons quelque type d'essais destructifs les plus couramment requis.

III.7.1. Chargement uni-axial : traction simple

L'essai de traction uni-axiale est un essai « simple » à mettre en œuvre. Il consiste à soumettre une éprouvette du matériau à étudier à une traction et à mesurer l'allongement correspondant à une force F appliquée. Sa simplicité ainsi que l'existence de techniques poussées autorise une instrumentation riche des essais. En raison de son dépouillement simple, il permet d'établir des lois de comportement fiables et par conséquent permet d'accéder aux caractéristiques du matériau telles que le module d'Young, la contrainte au seuil d'écoulement et la contrainte à la rupture. En outre, il présente une reproductibilité remarquable [158-160].

III.7.1.1 Choix des éprouvettes

Des éprouvettes de traction pour la caractérisation des joints de soudure ont été obtenues par usinage à partir des plaques PEHD soudées de 11,4 mm d'épaisseur. Les standards actuels donnent la possibilité d'évaluer l'endurance et la ténacité à partir d'une simple géométrie comme les plaques épaisses. Par contre, les éprouvettes dérivée d'un tube soudé demande des conditions complexes et prélèvement obtenues par découpage à l'emporte pièce et nécessite le recours à des techniques pour des durées assez longues et des moyens de contrôle et de suivi sophistiqués. Les principales caractéristiques données par le fabricant sont résumées dans le tableau III.2. Puisque les valeurs nécessaires à notre étude sont données sous forme de plages, il est impératif de refaire les essais de traction. L'éprouvette donnée par la norme EN ISO 6259.3 [161] type 1 (figure III.17), est identique au Type 1B spécifié dans l'ISO 527-2. Les dimensions standards de cette éprouvette sont dans le tableau III.5.

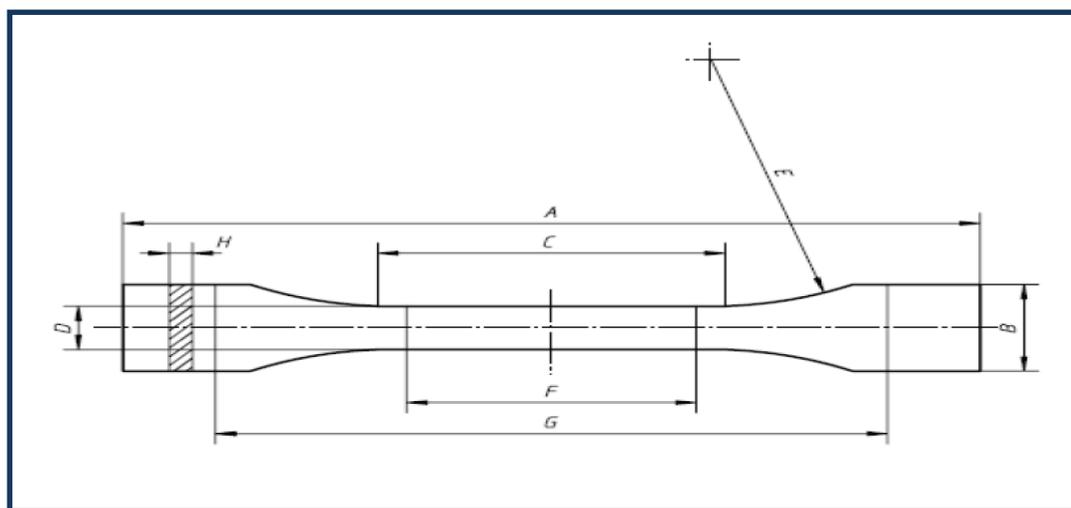


Figure III.17 : Éprouvette obtenue par usinage (ISO 6259.3 type 1)

<i>Symbole</i>	<i>Description</i>	<i>Dimensions (mm)</i>
<i>A</i>	<i>Longueur totale minimale</i>	150
<i>B</i>	<i>Largeur aux extrémités</i>	20±1
<i>C</i>	<i>Longueur de la partie calibrée</i>	60±1
<i>D</i>	<i>Largeur de la partie calibrée</i>	10±0,2
<i>E</i>	<i>Rayon</i>	60±1
<i>F</i>	<i>Longueur entre les repères</i>	50±1
<i>G</i>	<i>Distance initiale entre mâchoires</i>	115±1
<i>H</i>	<i>Epaisseur</i>	<i>celle du tuyau</i>

Tableau III.5 : Dimensions des éprouvettes de type 1 [161].

III.7.1.2 Usinage des éprouvettes

Les éprouvettes ont été prélevées sous forme parallélépipède rectangle dans le sens transversal de l'assemblage soudé pour avoir une certaine homogénéité (Figure III.18), ensuite usinées sous la forme de ISO 6259.3 type 1, de manière qu'après usinage, l'axe de la soudure demeure à mi-longueur de la partie calibrée de l'éprouvette.



Figure III.18 : Usinage des éprouvettes

Afin de contrôler l'apparition de la striction et de localiser la déformation au centre de l'éprouvette, une partie utile de forme prismatique est réalisée, dans laquelle seront effectuées toutes les mesures de déformation. Les faces latérales des éprouvettes sont polies au papier abrasif afin d'éviter tout amorçage de fissure provenant de l'usinage et pouvant

conduire à une rupture prématurée lors des essais mécaniques. L'image de l'éprouvette est présentée sur la figure III.19.



Figure III.19 : Image de l'éprouvette

Nous avons préparé et usiné six (06) groupes, chaque ensemble composé de trois éprouvettes :

Le premier groupe **EpNSR** (*Éprouvette de traction non soudée*), des éprouvettes de traction obtenue par usinage des plaques *transversales* (éprouvette vierge). Le deuxième groupe **EpNSP** (*Éprouvette de traction non soudée*) des éprouvettes usinées par fraisage à partir des plaques *longitudinale* (éprouvette vierge).

Les éprouvettes de groupe 1 et 2, peuvent être prélevées à partir des plaques (éprouvettes vierges) ou bien directement de tubes PEHD.

Dans le cas des assemblages de plaque « bout à bout », Six éprouvettes de traction pour la caractérisation du joints de soudé par BT-FSW ont été prélevé à partir des plaques soudées. Trois éprouvettes de troisième groupe **EpR**, usinées à partir des plaques longitudinales, et les autres de quatrième groupe **EpP** soudées usinés à partir des plaques transversales

Notre étude fait suite à des recherches antérieures lancées en 2013 sur le soudage FSW des thermoplastiques, y compris le PEHD. Il est notamment utile d'effectuer des tests de soudage C-FSW, en utilisant l'outil T_C (Figure III. 10) sur les plaques extraites dans les directions longitudinale et transversales, de sorte que le cinquième groupe **EpP C-FSW** se compose de trois éprouvettes soudés extraites des plaques transversales par rapport à l'axe d'extrusion et le sixième groupe **EpR C-FSW** se compose du même nombre d'éprouvettes soudés, extraites des plaques longitudinales (tableau III. 6).

Prélèvements des plaques	Soudage bout à bout	Outil utilisé	prélèvement de l'éprouvette	N ^{bre} d'éprouvettes	Groupe
Axial	Sans soudures		Sens transversales (ST)	3	EpNSR
	BT-FSW	T _{EF}		3	EpR
	FSW	T _C		3	EpR C-FSW
radial	Sans soudures		Sens transversales (ST)	3	EpNSP
	BT-FSW	T _{EF}		3	EpP
	FSW	T _C		3	EpP C-FSW

Tableau III. 6 : Les éprouvettes de traction.

III.7.1.3. Machines de traction

Les essais de traction ont été effectués sur une machine de traction ZWICK (figure III. 20), dans le groupe CHIALI de Sidi Bel-Abbes. Ce groupe est spécialisé dans la fabrication des canalisations thermoplastiques PE et PVC.

L'appareil de l'essai de traction de type Z100 de la société ZWICK est principalement utilisé pour la détermination des propriétés des matériaux et des courbes d'écoulement par des essais de traction. En utilisant différents outils, des éprouvettes de traction plates et rondes peuvent être testées. Les essais EN ISO 6259-3 pour la détermination des propriétés de traction ont été réalisés à température ambiante (23°C), avec les paramètres :

Capteur de course : ZWICK LC,

Porte-échantillons (*Specimen holders*): ZWICK 8306 10 KN,

Vitesse (*Speed, E-Modulus*): 10 mm/min,

Vitesse d'essai : 25 mm/min.

La connaissance des caractéristiques mécaniques déduites de l'essai de traction peut être insuffisante, puisque des ruptures peuvent être obtenues en dessous de la limite élastique dans des conditions particulières qui rendent le matériau fragile. Tel que la tri-axialité des contraintes ; l'abaissement de la température et l'augmentation de la vitesse de déformation. D'autres essais plus spécifiques peuvent être demandés tels que l'essai de résilience, micro dureté.

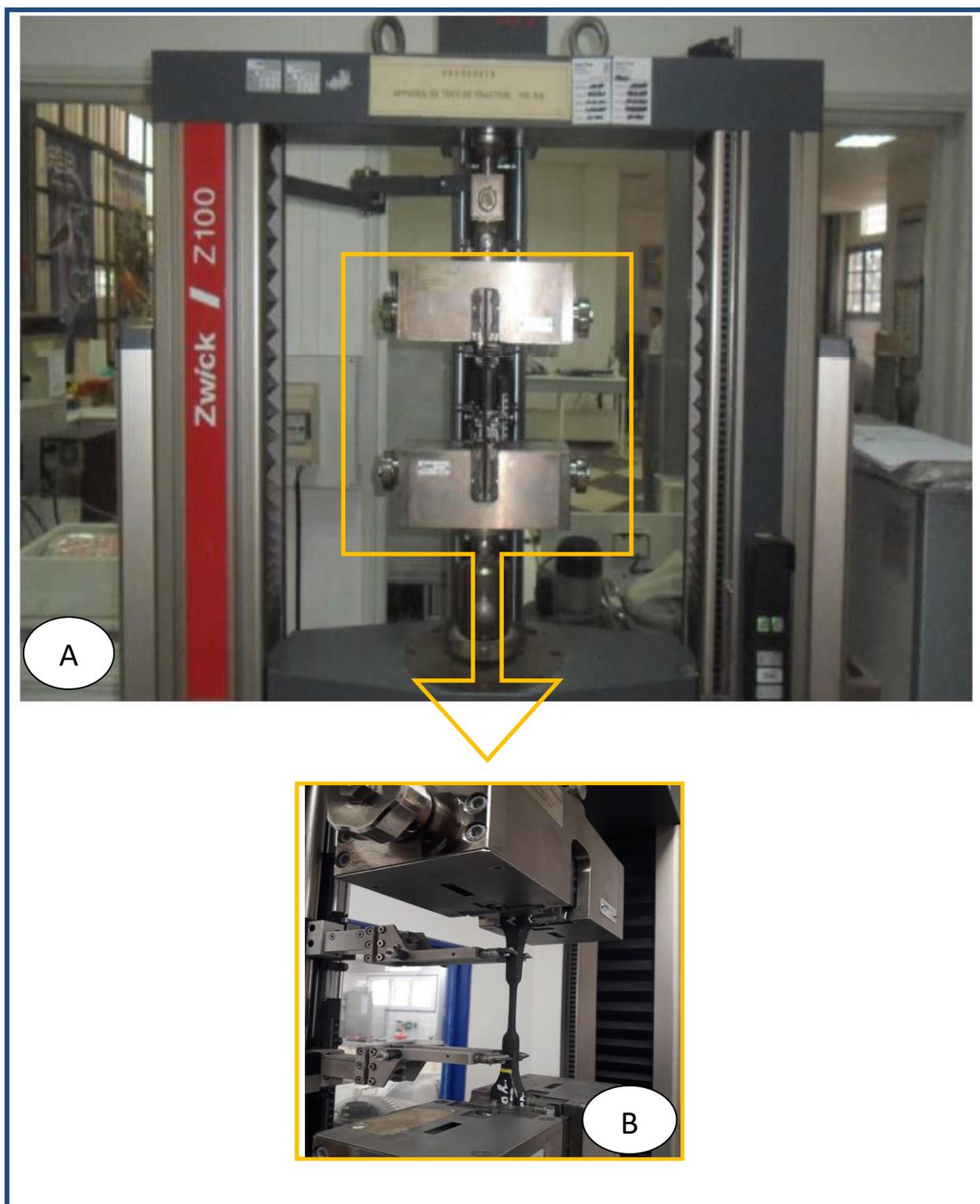


Figure III.20 : A- L'appareil de test de traction *ZWICK* type Z100

B- Porte-échantillons (Specimen holders): ZWICK 8306 10 KN

III.7.2. L'essai de résilience Charpy

Les essais de résilience permettent de caractériser la fragilisation d'un matériau. Ils consistent à rompre une éprouvette entaillée (l'entaille a pour but de fragiliser le matériau) -

éprouvette Charpy - sous l'impact d'un "mouton-pendule". On mesure l'énergie absorbée par la rupture, ce qui permet de remonter à la résilience du matériau (énergie absorbée ramenée à la surface (en J/cm²). Cet essai permet également d'accéder au taux de rupture fragile (cristallinité - évalué par l'opération) ou à l'expansion latérale des éprouvettes suite à la rupture [162].

Pour éviter la rupture et, en particulier la propagation des fissures, il est indispensable de déterminer la résistance à la rupture du matériau, de manière à déterminer la probabilité qu'une fissure provoque une rupture catastrophique.

La rupture est donc fortement influencée par la présence de microfissures, de pores, d'inclusions de particules fragiles (défauts internes) et par la présence d'entailles (microfissures) résultant de défauts de conception ou d'installation [163].

L'essai de résilience a été effectué pour prendre en compte ces phénomènes de rupture. Le moyen le plus classique pour caractériser la fragilisation du matériau (PEHD soudé) sous l'action d'un choc est l'essai de résilience qui est un essai de flexion par choc sur une éprouvette entaillée qui mesure la résistance d'un matériau à la rupture brutale. Il est fréquemment dénommé essai de résilience CHARPY ou essai CHARPY.

Le but de cet essai c'est de déterminer l'effet du soudage (BT-FSW) qui est parmi les facteurs fragilisant, sur des éprouvettes sans entaille (sans défauts de surface), dans une première partie.

Cependant, la mise en place des canalisations provoque parfois des endommagements des parois (déchirement, poinçonnement...), susceptibles de modifier considérablement les conditions d'altération ultérieure en service des tubes.

L'autre partie, porte sur l'influence d'une entaille au sein de l'éprouvette soudée (avec défaut de surface). Pour voir cet effet sur le comportement mécanique du PEHD100 soudé, des éprouvettes entaillées (l'entaille a pour but de fragiliser le matériau) ont été usinées. Le paramètre « défaut de surface » s'est donc imposé de lui même dans cette étude. L'entaille usinée se situe au centre de la zone utile

III.7.2.1 Choix des éprouvettes :

Les éprouvettes ont été découpées et usinées par fraiseuse type EMCO (figure III.5.b).

III.7.2.1.a. Éprouvettes sans entaille (sans défaut de surface):

Nous avons voulu savoir de quelle manière les phénomènes de soudage BT-FSW (*Bobbin Tool Friction Stir Welding*) pouvaient intervenir sur le PEHD. Nous avons donc réalisé une série d'essais préliminaires sur des échantillons soudés et non soudés «sans entaille (sans défauts) », la forme et les dimensions des éprouvettes sont représentées sur la figure III.21.

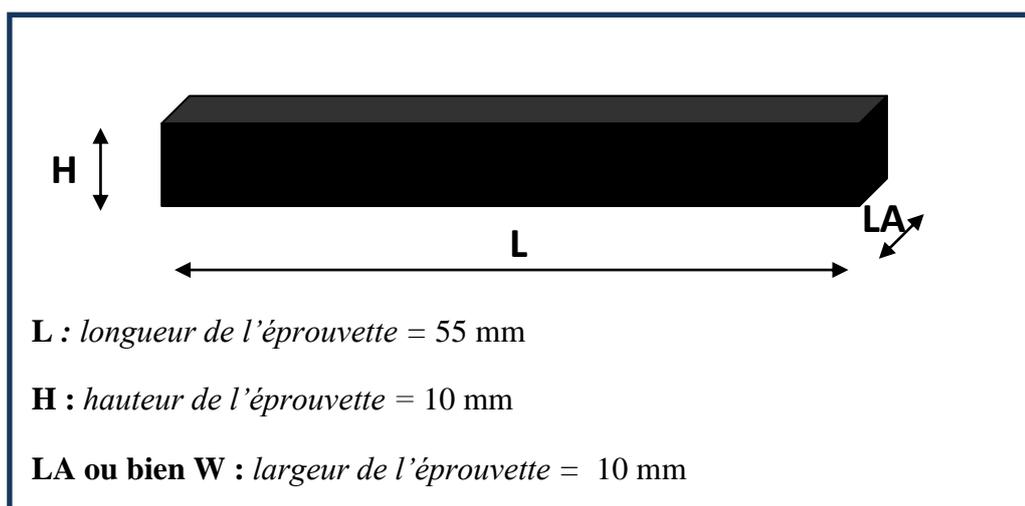


Figure III.21 : Configuration d'une éprouvette sans entaille



Figure III.22 : Image des éprouvettes sans entaille (non soudées)

III.7.2.1.b. Éprouvettes avec entaille:

Les éprouvettes de cette essai de résilience ont été découpées à partir des plaques soudées, sous forme parallélépipède rectangle, elles sont de section 55x10x10 mm, dans le sens transversal de l'assemblage soudé, conformément à la norme NFA 03-161, de sorte qu'après usinage, l'axe de la soudure demeure à mi-longueur l'éprouvette.

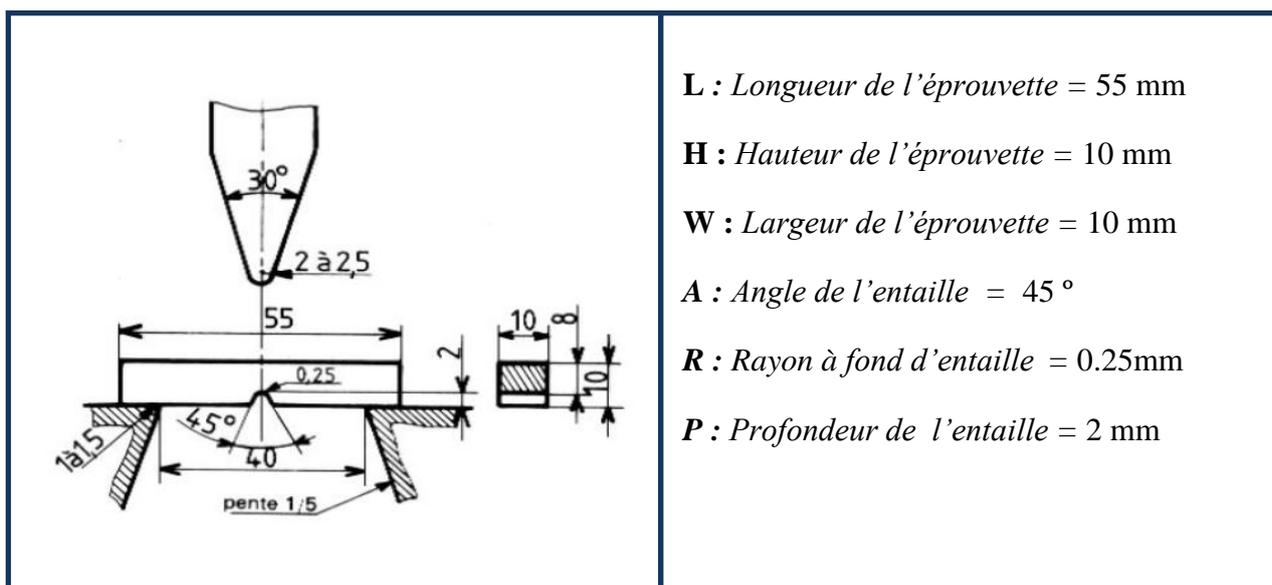


Figure III.23 : Éprouvette Charpy normalisée (entaille en V)

Tous les spécimens (*avec entaille /sans entaille*) pour les essais de résilience usinés à partir des plaques PEHD, soudés par BT-FSW, sont retirés et découpés dans les deux directions : radiale (transversale) et axiale (longitudinales), pour prendre en compte ces phénomènes de rupture, il est impératif de refaire les essais sur des spécimens non soudés (spécimens témoins).

III.7.2.2. Machine d'essais :

Les essais ont été effectués sur une machine (Figure III.24) de choc Charpy chinoise YUYANG (YYL041), La machine peut être utilisée pour la détermination de la représentation d'anti-impact des matériaux en métal quand elle est sous le chargement dynamique, ainsi jugés la qualité des matériaux sous le chargement dynamique.

Il est développé strictement selon GB / T3808-2002 et effectue des tests d'impact avec un matériau métallique selon GB / T229-2007. Il peut également satisfaire aux normes américaines et européennes, comme ASTM E23-02a, EN10045, ISO148, ISO83 et d'autres internationales normes relatives

La machine avec le contrôle semi-automatique, fonctionne facilement et efficacement. Elle utilise le contrôle électrique le couteau de l'impact pour se lever, effectuer et tomber. D'ailleurs, la machine peut employer l'énergie restante pour se lever et tomber pour préparer le prochain essai automatiquement après poussée des spécimens.



Figure III.24 : Appareil d'essai de choc (Charpy).

<i>Caractéristiques</i>	YYL041-300C
<i>Énergie d'impact (j)</i>	150 - 300
<i>Vitesse d'impact (m/s)</i>	5,2
<i>Angle augmenté</i>	150°
<i>Envergure standard (millimètre)</i>	40
<i>Distance entre le centre tournant de pendule et le centre de spécimen (millimètre)</i>	750
<i>Angle rond des mâchoires (millimètre)</i>	R 1-1.5
<i>Angle rond du bord saisissant (millimètre)</i>	R 2-2.5 ou R8
<i>Taille du spécimen (millimètre)</i>	10 x 10 x 55

Tableau III.7: Paramètres techniques de YUYANG (YYL041).

Nous rappelons que les éprouvettes (tab III.9) ont été soumises aux mêmes conditions que celles appliquées aux éprouvettes de traction, Les tests ont été réalisés à température ambiante 23° C et les valeurs des énergies perdues par le marteau à l'instant d'impact sont obtenues par lecture visuelle sur un cadran.

Malgré les efforts déployés pour connaître le comportement du PEHD soudé par BT-FSW et la caractérisation du joint de soudure en fonction de la géométrie de l'entaille, Il était préférable d'utiliser une machine dédiée aux polymères que la machine YUYANG (spécifique pour matériaux en métal), qui est la seule machine fonctionnant dans notre hall de construction mécanique.

<i>prélèvement des plaques</i>	<i>longitudinale</i>					<i>transversal</i>						
<i>Eprouvettes</i>	<i>avec entaille soudée</i>					<i>Valeurs moyennes</i>	<i>avec entaille soudée</i>					<i>Valeurs moyennes</i>
	<i>Ep₁</i>	<i>Ep₂</i>	<i>Ep₃</i>	<i>Ep₄</i>	<i>Ep₅</i>		<i>Ep₆</i>	<i>Ep₇</i>	<i>Ep₈</i>	<i>Ep₉</i>	<i>Ep₁₀</i>	
<i>Longueur (L) mm</i>	55.2	55.6	55.4	55.2	55.3	55.3	55	55.1	55.5	55	55.4	55.2
<i>Hauteur (H) mm</i>	10.07	10.02	10.06	10.05	10	10.04	10	10	10	10.05	10.06	10.13
<i>Largeur (W) mm</i>	10	10.02	10.1	10.10	10	10.08	10	10.1	10.09	10	10	10.03
<i>Profondeur (P) mm</i>	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
<i>Angle (θ) degré</i>	45°	45°	45°	45°	45°	45°	45°	45°	45°	45°	45°	45°
<i>Eprouvettes</i>	<i>Avec entaille /Non Soudée</i>					<i>Valeurs moyennes</i>	<i>Avec entaille /Non Soudée</i>					<i>Valeurs moyennes</i>
	<i>Ep₁₁</i>	<i>Ep₁₂</i>	<i>Ep₁₃</i>	<i>Ep₁₄</i>	<i>Ep₁₅</i>		<i>Ep₁₆</i>	<i>Ep₁₇</i>	<i>Ep₁₈</i>	<i>Ep₁₉</i>	<i>Ep₂₀</i>	
<i>Longueur (L) mm</i>	55	55	55.2	55	55	55.04	55	55.3	55	55	55	55.06
<i>Hauteur (H) mm</i>	10.04	10	10	10	10	10	10	10.03	10	10	10	10
<i>Largeur (W) mm</i>	10.1	10	10.09	10	10	10.03	10	10	10	10	10	10
<i>Profondeur (P) mm</i>	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
<i>Angle (θ) degré</i>	45°	45°	45°	45°	45°	45°	45°	45°	45°	45°	45°	45°
<i>Eprouvettes</i>	<i>Sans entaille/ /Non soudée</i>					<i>Valeurs moyennes</i>	<i>Sans entaille/ Non soudée</i>					<i>Valeurs moyennes</i>
	<i>Ep₂₁</i>	<i>Ep₂₂</i>	<i>Ep₂₃</i>	<i>Ep₂₄</i>	<i>Ep₂₅</i>		<i>Ep₂₆</i>	<i>Ep₂₇</i>	<i>Ep₂₈</i>	<i>Ep₂₉</i>	<i>Ep₃₀</i>	
<i>Longueur (L) mm</i>	55	55.6	55	55.2	55	55.16	55	55	55	55	55	55
<i>Hauteur (H) mm</i>	10	10	10.05	10.03	10	10.01	10	10	10	10	10	10
<i>Largeur (W) mm</i>	10.1	10.08	10.1	10.1	10	10.07	10.1	10	10	10	10.1	10.04
<i>Eprouvettes</i>	<i>Sans entaille/ Soudée</i>					<i>Valeurs moyennes</i>	<i>Sans entaille / Soudée</i>					<i>Valeurs moyennes</i>
	<i>Ep₃₁</i>	<i>Ep₃₂</i>	<i>Ep₃₃</i>	<i>Ep₃₄</i>	<i>Ep₃₅</i>		<i>Ep₃₆</i>	<i>Ep₃₇</i>	<i>Ep₃₈</i>	<i>Ep₃₉</i>	<i>Ep₄₀</i>	
<i>Longueur (L) mm</i>	55	55.2	55.2	55	55	55.08	55.1	55	55.6	55	55.6	55.26
<i>Hauteur (H) mm</i>	10	10	10.04	10	10	10	10.02	10	10.05	10	10	10.04
<i>Largeur (W) mm</i>	10	10.1	10.07	10.1	10	10.05	10.1	10	10	10.1	10	10.04

Tableau III. 8: Les éprouvettes de Charpy

III.7.3. Essai de dureté

Les essais Vickers (pyramide à base carrée) et Brinell (bille) sont les plus couramment utilisés. Ils consistent à mesurer la taille de la trace laissée par l'indenteur après chargement.

L'indenteur de l'essai Vickers [162] est une pyramide à base carrée (figure III.25), dont les faces forment entre elles des angles de 136° . La dureté est le rapport de la force appliquée (en Kgf) sur la surface de contact (en mm^2), c'est-à-dire la pression moyenne dans le contact. L'épaisseur de l'échantillon doit être supérieure à 1,5 fois la diagonale des empreintes (soit environ 7,5 fois la profondeur d'enfoncement h) et la distance entre les centres de deux empreintes successives supérieure à 6 fois la diagonale pour éviter l'interaction entre celles-ci.

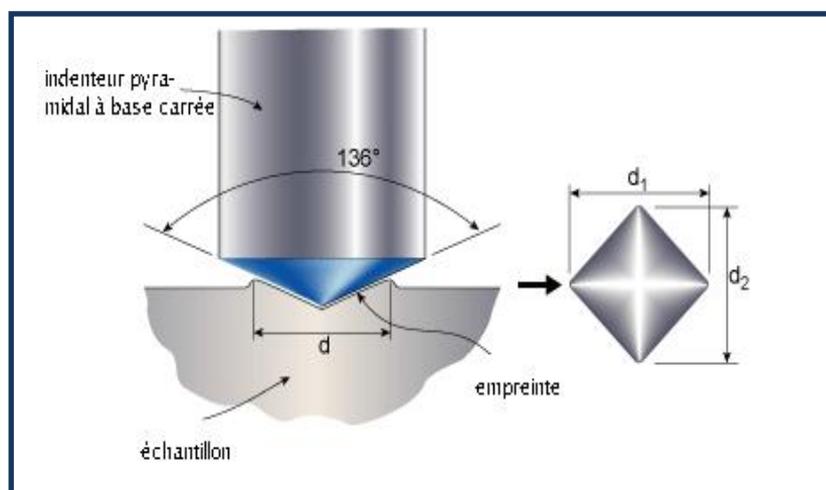


Figure III.25: Principe de la dureté Vickers [162].

III.7.3.1. Micro dureté

La micro-dureté consiste à utiliser des indenteurs de taille submillimétrique. Les empreintes ne couvrent alors qu'un à quelques grains, et les résultats présentent une dispersion significative, ce qui nécessite de multiplier les mesures. Dans ce cas, les mesures de dureté peuvent être décrites par une loi de probabilité Gaussienne. Si l'on note μ_d la valeur moyenne des mesures de diagonales et σ_d la variance de la série d'essais, le nombre N de mesures à effectuer pour obtenir une mesure de dureté avec une confiance α , est donné par

[162]:
$$N\alpha = \left(\frac{2A}{(1-\alpha)} \frac{\sigma_d}{\mu_d} \right)$$

Où A dépend très peu de α . La figure III.26 présente un dispositif d'essais de micro-dureté asservi par ordinateur qui permet de faire des cartographies d'un échantillon, comme par exemple un profil de dureté à travers une soudure.



Figure III.26: *Dispositif pour l'essai de micro-dureté piloté par ordinateur.*

III.7.3.2. Préparation des spécimens

Les spécimens usinés sont enlevés des plaques soudées par FSW et BT-FSW, avec l'approche et la méthode mentionnée ci-dessus dans les essais de traction et choc, c'est-à-dire dans les deux sens.

Pour les essais de dureté des soudures, une série d'échantillons est réalisée (60mm x 10mm x 11,4mm), qui est découpée avec de la fraiseuse et avec scie électrique, dans le hall de génie mécanique. Le tronçonnage et l'usinage peuvent induire des déformations. Il faut les éliminer par polissage. Cette opération est réalisée sur une polisseuse, la vitesse de rotation des disques est de 500 tr/min avec un arrosage abondant pour éviter tout risque d'échauffement et de contamination. La réalisation du polissage se fait de façon graduelle et avec des granulométries fines (P800, P1000) et (P1200, P2000, P4000).



Figure III.27: *Éprouvette pour l'essai de dureté (avant polissage)*

Avant de procéder un essai de dureté sur le spécimen, il faut préparer la surface. L'état de surface requis dépend du type d'essai et de la charge utilisée. En général, la qualité de la

préparation de la surface a un effet direct sur le résultat de l'essai. Il est donc utile de tenir compte du compromis entre qualité de surface et variation du résultat d'essai avant d'envisager une préparation de surface moins poussée.

III.7.3.3. Exécution de l'essai

On emploie pour l'exécution des essais, un dispositif de type FV-ARS 9000 du laboratoire de sciences des matériaux de l'université de Mascara (Figure III.26), équipé d'une caméra optique couplée par un logiciel de traitement de données plus avancé avec divers formats de sortie de données et traitement statistique.

Avant de placer l'échantillon sur la machine d'essai de micro-dureté, il faut s'assurer que le joint de soudure est correctement positionné au centre de l'échantillon. La partie sur laquelle les mesures seront prises va de l'axe du cordon de soudure jusqu'à environ 25 mm dans le métal de base des deux côtés (figure III.28).

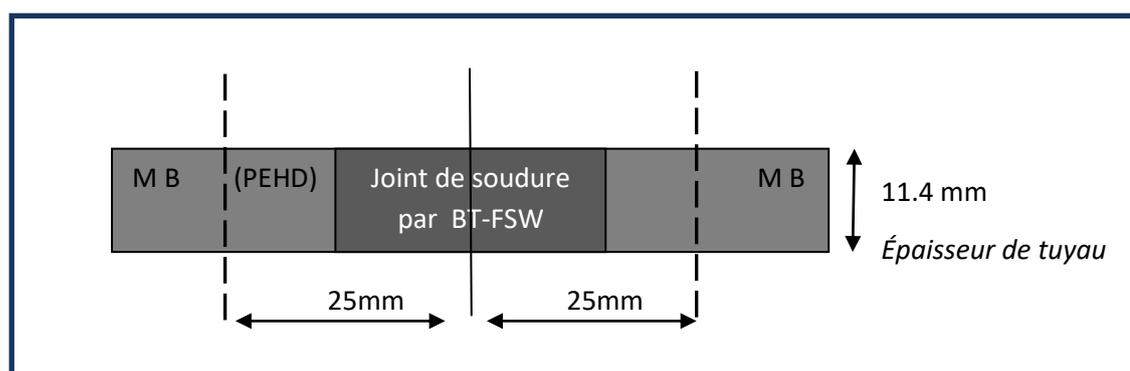


Figure III.28 : Éprouvette pour l'essai de dureté

III.7.3.4 Mesures et filiations de micro dureté

Les mesures et filiations de dureté sont prises sous une charge de 100 gf; elles permettent de suivre l'évolution de la dureté dans la soudure. Les filiations de la dureté sont effectuées sur des coupes transversales de la soudure. Pour permettre une meilleure appréciation des zones à explorer nous avons opté pour la méthode tangentielle, qui, en présence d'une soudure en BT-FSW, permet de mesurer les duretés dans les zones de transformations. La prise de ces mesures est effectuée sur sept lignes parallèles à sept profondeurs différentes de l'échantillon (Figure III.29). Le pas des filiations est fixé à 1 mm dans tout les zones de soudure, et à 1 mm dans le MB (métal de base « PEHD »).

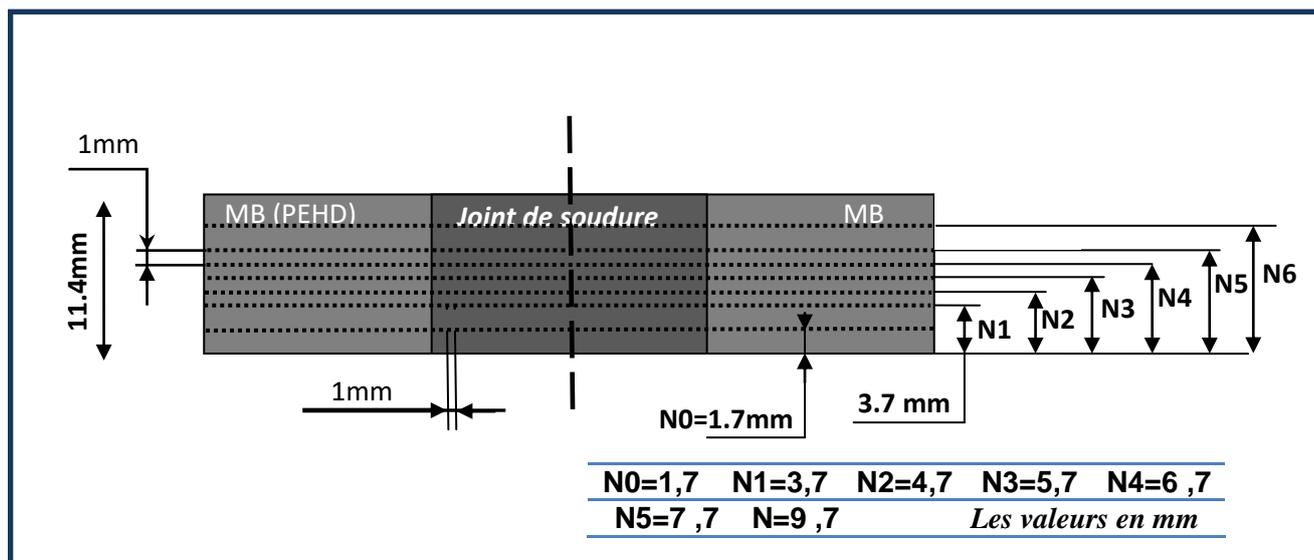


Figure III.29 : Filiation de micro-dureté.

Deux types des essais de dureté ont été réalisés, sur échantillons soudés par BT-FSW, et sur spécimens soudés par C-FSW. Le protocole adopté pour les essais consiste à effectuer 44 mesures systématiques, de chaque filiation de mesure de dureté, sur les spécimens soudés par BT-FSW et à comparer avec les valeurs à celle obtenue en micro-dureté de soudage C-FSW, prise en compte de toutes les étapes suivies précédemment.

L'objectif de ces essais est d'évaluer la résistance de la soudure en s'intéressant à dureté dans les zones (*noyau*, *ZATM*, *ZAT*) et le matériau de base qui n'est pas affecté par le procédé, particulièrement la dureté autour de la zone affectée thermiquement ou *ZAT* (*Heat-Affected Zone*). C'est parce que la dureté dans et autour de la *ZAT* peut aider à évaluer la fragilité de la soudure, et donc aider à déterminer si la soudure présente la résistance voulue.

III.8. Analyse et interprétation des résultats

III.8.1. Traction

Le principe de l'essai est de placer l'éprouvette normalisée (figure III.17) entre les mors de la machine mentionné dans le paragraphe III.7.1.3, et puis nous fixons les extensomètres au centre de l'éprouvette ; une force est appliquée sur l'éprouvette avec une vitesse de 25 mm/mn. La machine est pilotée par un ordinateur équipé du logiciel, munie d'un capteur de force et elle est reliée à une chaîne d'acquisition qui permet l'enregistrement

simultané de la contrainte en et de allongement. Les résultats enregistrés par la machine universelle sont représentés sous forme de courbes. Essai de base comme pour les plastiques homogènes, ils permettent de déterminer la loi de comportement contrainte-déformation dans une direction donnée. Les caractéristiques habituelles que l'on en déduit sont le module d'Young, le coefficient de Poisson, ainsi que la contrainte et l'allongement relatifs aux points singuliers de la loi de comportement (limite de linéarité, charge maximale, rupture, etc.).

Tout d'abord, Nous avons effectué six essais de traction sur des éprouvettes vierges, dont trois éprouvettes usinées à partir des plaques prélevés longitudinalement (groupe *EpNSP*) et trois spécimens du groupe *EpNSR*, prélevées transversalement. Nous avons sélectionné au hasard un test de chaque groupe, nous avons combiné les deux résultats des courbes dans une seule forme pour comparer et analysé. La figure suivante représente le comportement en traction de deux éprouvettes mentionnées précédemment.

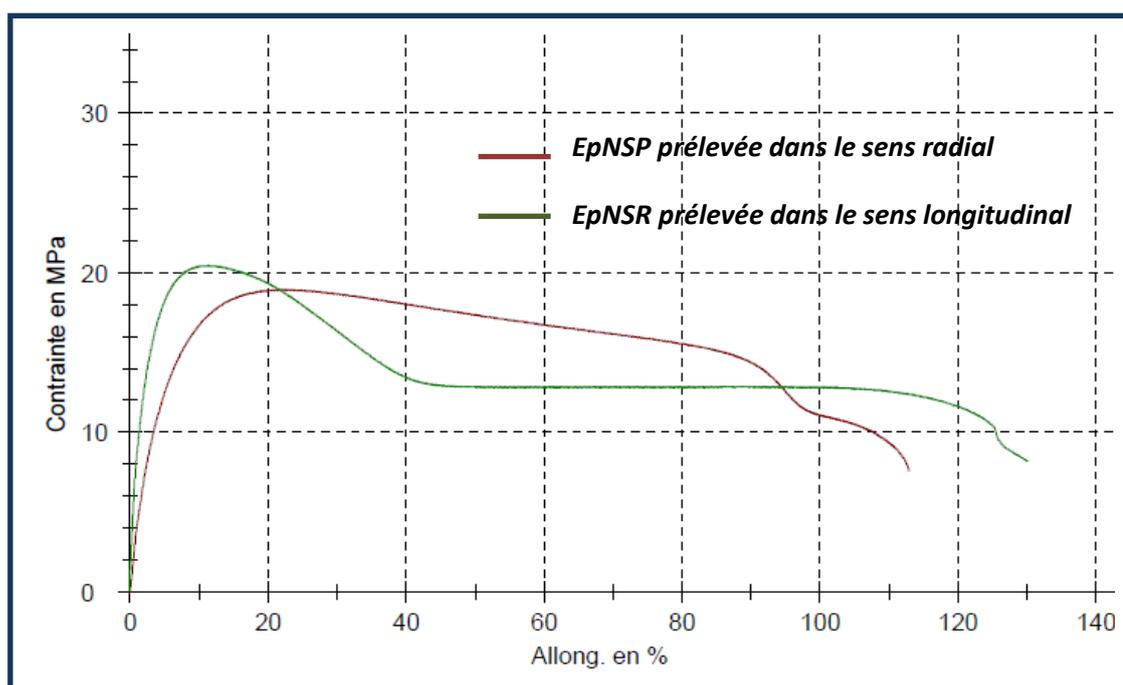


Figure III.30 : Comportement en traction de *EpNSR*, *EpNSP*.

Pour montrer l'influence du sens de prélèvement des éprouvettes sur les propriétés mécaniques, d'après les résultats obtenus, il est trouvé à chaque fois, que les éprouvettes découpées dans la direction longitudinale sens de l'extrusion du tube donnent des meilleures propriétés que celles découpées à partir des plaques prélevées dans la direction

circonférentielle du tube. Les différentes propriétés mécaniques dans les deux sens de prélèvement, sont représentées dans le tableau III.9.

<i>Eprouvette</i>	σ_{max} (Mpa)	<i>Et</i> (Mpa)	<i>Allong</i> <i>MAX</i> %	σ_{rup} (Mpa)	<i>Allong</i> <i>Rup</i> %
<i>EpNSP</i>	18.95	472.09	22.44	7.55	112.86
<i>EpNSR</i>	20.46	925.99	11.30	8.18	130.11

Tableau III.9 : Propriétés mécaniques de *EpNSR*, *EpNSP*

Les résultats indiquent une nette modification sur les propriétés mécaniques, ce qui confirme le comportement observé dans les études menées par L. Alimi et al [164] en ce qui concerne les éprouvettes en polyéthylène testées dans les mêmes conditions. Ces différences sont dues aux gradients morphologiques et au développement de pressions internes transmises par le processus d'extrusion lors de la fabrication.

La relation entre la contrainte d'écoulement et le module d'élasticité est caractérisée par une forte corrélation linéaire croissante. La variation des propriétés mécaniques à travers la paroi reflète la complexité de la hiérarchie structurelle dans le PEHD et contribue à la compréhension de son comportement à long terme [3].

Des résultats très satisfaisants, et remarquables pour les essais. En ce qui concerne les groupes *EpP* et *EpR*, la première chose que nous remarquons après les essais sur le premier groupe (figure III.32), que la rupture des éprouvettes est quelque peu loin du milieu de joint de soudage (figure III.31), et que le comportement en traction est linéaire jusqu'à une contrainte maximale moyenne de 20.57 MPa dont la déformation moyenne correspondante est de 6.21 %, après décharge, l'éprouvette se déforme plastiquement. Elle correspond à une période plastique de grands allongements qui croissent plus vite que les forces. Presque au-delà de cette période ou étape il y a rupture des éprouvettes, avec une contrainte de rupture moyenne de 8.22 MPa qui correspond à une déformation moyenne de 44.14 %. On constate aussi que le module de Young moyenne obtenu expérimentalement est 1092.77 MPa, Ces résultats sont présentés dans le tableau III.10.



Figure III.31 : Image d'une éprouvette soudée avec BT-FSW après essai de traction

Groupe	Eprouvette	σ_{max} (Mpa)	Et (Mpa)	Allong MAX %	σ_{rup} (Mpa)	Allong Rup %
EpP	1	20.86	1142.42	5.64	8.34	17.62
	2	20.03	969.40	6.39	8.01	62.79
	3	20.82	1166.50	6.61	8.32	52.02
moyenne		20.57	1092.77	6.21	8.22	44.14

Tableau III.10 : Propriétés mécaniques de groupe EpP.

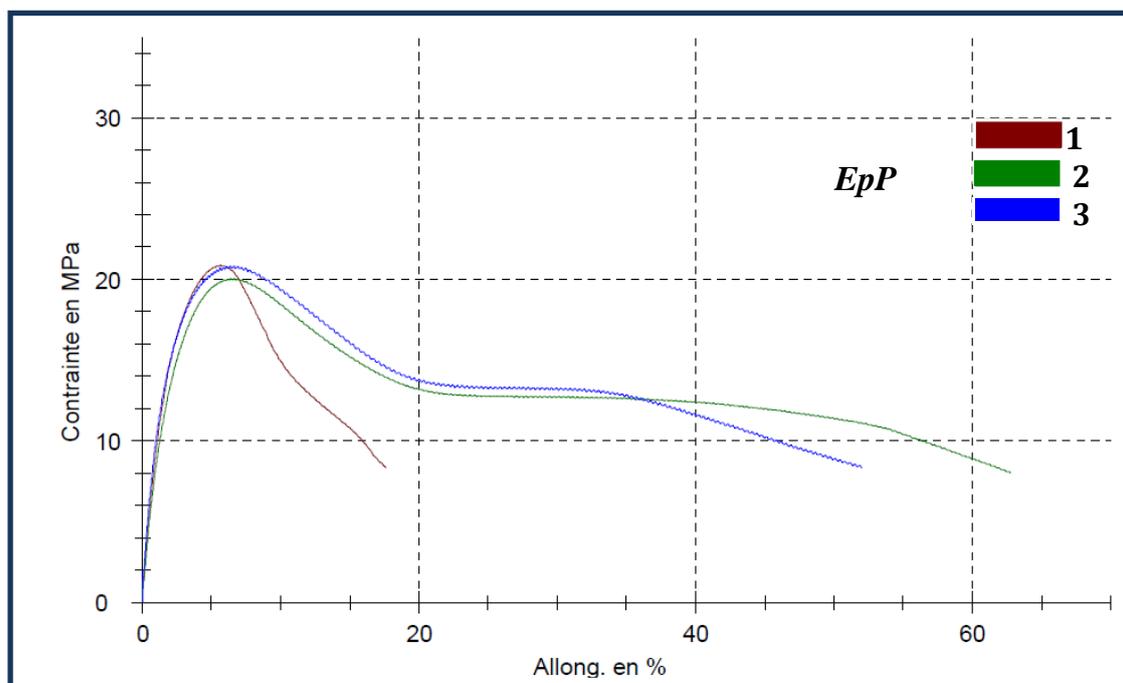


Figure III.32 : Comportement en traction des éprouvettes de groupe EpP.

Le figure III.32 représente l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation transversale de joint de soudure, laquelle montrent une faible fluctuation entre les différentes courbes des' éprouvettes ce qui traduit l'homogénéité du soudage utilisé dans cette étude.

On constate aussi que le module de YOUNG (éprouvette témoin) est un peu faible par rapport aux valeurs obtenu expérimentalement (autour 2432 MPa, voir tableau III.11). On

note aussi que le comportement des éprouvettes *EpR* ou bien le comportement du joint de soudure a adopté des propriétés mécaniques. Cette adoption est remarquée sur les Courbes contrainte-déformation de l'essai, une déformation plastique remarquable, la limite de proportionnalité ou limite élastique elle est bien marquée. Cette rapide description permet de justifier que le comportement du joint est ductile.

Groupe	Eprouvette	σ_{max} (Mpa)	<i>Et</i> (Mpa)	Allong MAX %	σ_{rup} (Mpa)	Allong Rup %
<i>EpR</i>	1	23.71	3023.68	8.29	9.48	42.98
	2	17.80	2211.63	6.93	7.11	57.88
	3	24.51	2063.48	7.10	9.80	25.79
<i>moyenne</i>		22	2432.93	7.44	11.95	42.21

Tableau III.11 : Propriétés mécaniques de groupe *EpR*.

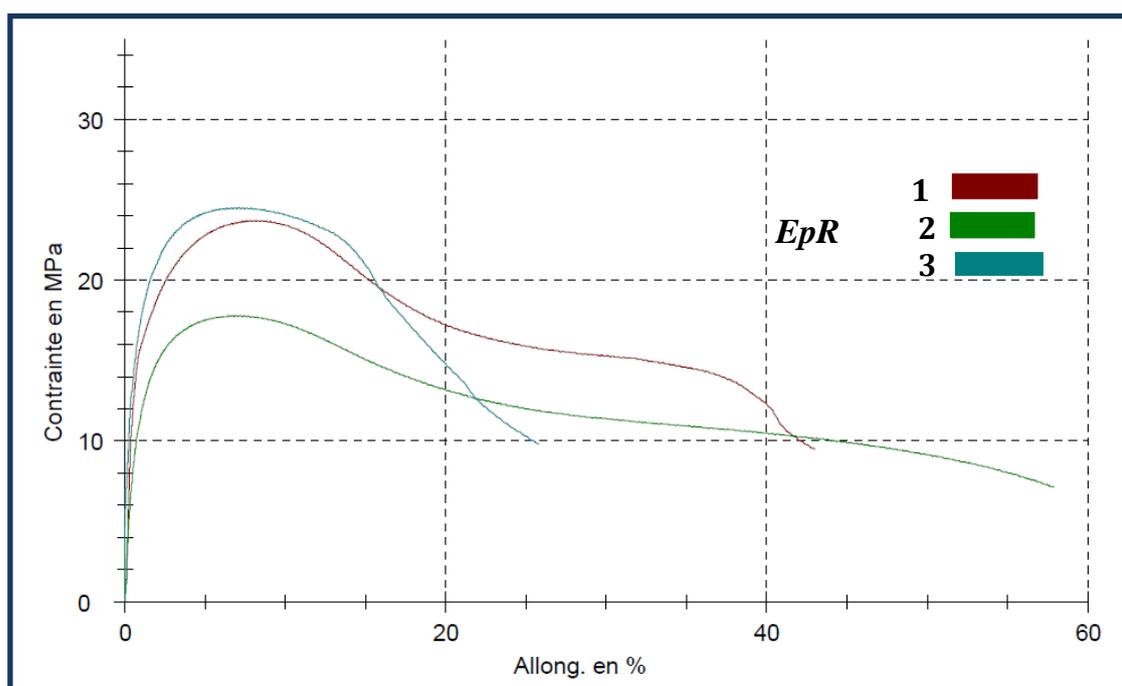


Figure III.33: Courbe contrainte-déformation des éprouvettes *EpR*.

Concernant la comparaison des résultats, les groupes de traction *EpP_{C-FSW}* et *EpR_{C-FSW}*. Nous n'avons pas observé des résultats satisfaisants sur les Courbes contrainte-déformation. Des ruptures brutales, c'est-à-dire, une déformation élastique remarquable et un domaine de déformation plastique très court.

Des résultats ont mis en évidence l'effet de la partie soudée (joint de soudure) sur le comportement globale, pour les cas des éprouvettes de groupe EpR C-FSW soudée par C-FSW après test. Et nous avons remarqué que cette partie soudée ne garde pas les mêmes caractéristiques, et que toutes les ruptures ont lieu au niveau du joint de soudure (figure III.34). L'étude de Kaid M et Zemri M [166] sur une comparaison entre le soudage FSW et soudage bout a bout pour le polyéthylène à haute densité (PEHD) à montré la même remarque. Bien que les chercheurs [166] n'aient pas indiqué le sens et la direction de prélèvement des plaques soudés ou la méthode utilisée. Il est évident que dans ce cas, le sens de prélèvement des éprouvettes va considérablement influencer leur comportement macroscopique sous traction.

En général, toute opération de soudage diminue les propriétés mécaniques du matériau de base. Toutefois, au regard des courbes contrainte-déformation d'éprouvettes de l'essai de traction de groupe *EpPC-FSW*, l'évolution des propriétés mécaniques du joint de soudure, tel que les contraintes max (24.96 Mpa) obtenues sont supérieures a celle de l'éprouvette vierge (20.46 Mpa) Il semble important de prendre en compte. Le rapport contrainte à la rupture C-FSW / contrainte à la rupture du matériau de base est d'environ 1.22 pour le joint. Il apparaît qu'une corrélation entre l'opération de soudage (*BT-FSW/ C-FSW*), les actions mécaniques générées entre l'outil (T_{EF}, T_C) de soudage et la matière et le comportement du joint.



Figure III.34 : Rupture d'éprouvette soudée par C-FSW (au niveau du joint de soudure).

Afin de connaître l'efficacité du soudage BT-FSW sur PEHD, il a été décidé pour nous de réaliser deux expérience de soudage (BT-FSW et C-FSW) sur des plaques prélevées au même sens de l'extrusion pour les comparer , en tenant compte de toutes les étapes préétablies et en plus de cela, afin d'éviter tout mouvement relatif des plaques, et pour pouvoir ensuite imposer des conditions d'inclusion lors du soudage, nous avons utilisé un bride de serrage supplémentaire au milieu, en plaçant de chaque côté. Il est séré

manuellement au maximum. Ce dispositif permettra, lors de l'étape de soudage, de maintenir les conditions d'échange thermique de l'outil par frottement et malaxage sur toute la surface.

Des éprouvettes normalisées (figure III.17) ont été usinées dans des conditions spécifiques, par une fraiseuse type EMCO (Figure III.5 -a), et un nouvel instrument a été utilisé à des vitesses variables et quelque peu faibles pour préserver les propriétés mécaniques de PEHD soudée tout au long de méthode pour préparer la structure expérimentale établie, pour empêcher l'apparition de défauts sur les éprouvettes affectant sur test de traction. La figure III.35 représente les courbes contrainte-déformation des éprouvettes soudées par BT-FSW et C-FSW, avec le même paramètre de soudage susmentionnés dans le paragraphe III.6.2. Les éprouvettes ont été soumises à des essais de traction monotones avec même machine d'essai (figure III.20), particulièrement conçu pour la caractérisation des polymères avec une vitesse d'essai de 25 mm/min.

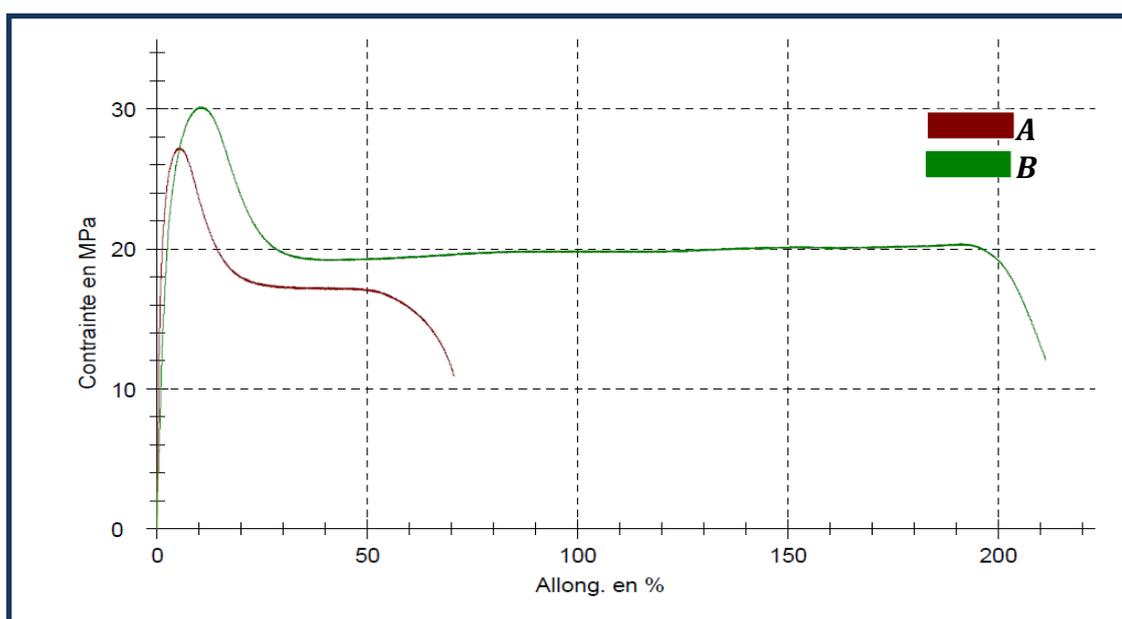


Figure III.35 : Courbes contrainte-déformation des éprouvettes soudées par BT-FSW et C-FSW

Soudage	Eprouvette	σ_{max} (Mpa)	Et (Mpa)	Allong MAX %	σ_{rup} (Mpa)	Allong Rup %
C-FSW		27.23	2197.01	5.39	10.89	70.68
BT-FSW		30.17	1084.84	10.52	12.06	211.26

Tableau III.12 : Propriétés mécaniques des éprouvettes soudées par C-FSW et BT-FSW.

La figure III.35 montre l'allure de la courbe contrainte-déformation (σ - ϵ) en traction uni-axiale pour des éprouvettes étirées à des vitesses d'allongement constantes. Les courbes

A et B, où A représente la courbe de traction d'éprouvette soudée par BT-FSW, et B pour l'échantillon soudée par C-FSW, on remarquant sur la courbe A trois zones distinctives caractérisent le comportement, une région élastique linéaire qui montre la déformation élastique du matériau due à la phase amorphe, du fait que le module de cette phase est beaucoup plus faible que celui de la courbe (σ - ϵ) de soudage C-FSW (tableau III.12), une région d'étirage à froid montrant plus de 211.26 % de déformation et une déchirure ultime du matériau associée à la rupture finale. Cette courbe identifie le comportement de joint soudée par BT-FSW, qui est généralement plus ductiles. A partir des observations attentives sur la courbe B (figure III.35), on peut décrire que le comportement en traction est linéaire jusqu'à une contrainte maximale de 27.23 MPa dont la déformation correspondante de 5.39 %, après décharge, l'éprouvette se déforme plastiquement. Elle correspond à une période plastique de faible allongement. Presque au-delà, il y a rupture des éprouvettes, avec une contrainte de rupture de 10.89 MPa qui correspond à une déformation de 70.68 %.

Notre comparaison des courbes ($\sigma - \epsilon$) A et B correspondant respectivement au soudage BT-FSW et C-FSW, montre que l'allure générale de soudage est très semblable, et les trois zones que nous avons observées sont préservées. En plus, que le module de YOUNG obtenu expérimentalement en BT-FSW est de 1084.84 MPa, cette valeur converge avec la valeur obtenue dans l'expérience sur les éprouvettes vierges (tableau III.11). Nous avons constaté que les structures soudées par BT-FSW sont plus résistantes que celles soudée par le procédé C-FSW, et que toutes les ruptures de C-FSW se produisent au niveau du joint de soudure (figure III.34). En gardant à l'esprit que les échantillons soudés par BT-FSW, qui contient un bon joint de soudure et très grande allongement jusqu'au 211.26 %, sachant que les ruptures sont près du joint de soudure (figure III.31). Alors on dit que le soudage C-FSW ne pas fiable pour les plaques de PHHD et la meilleur méthode c'est le soudage BT-FSW, qui a donné de l'efficacité dans cette étude. Notre optimisation était basée uniquement sur des essais de traction mentionnés précédemment.

III.8.2. Essai De Charpy :

L'utilisation ascendante des matériaux polymères dans les applications d'ingénierie exige de nouvelles méthodologies afin d'évaluer la capacité des matériaux à résister à des charges de services. Les essais d'impact sont largement utilisés pour caractériser la résistance

à la rupture des matériaux car ils tentent de simuler les conditions de charge les plus sévères auxquelles un matériau peut être soumis. Même si l'impact n'est pas la plus probable des menaces en service, il est considéré comme l'imposition des conditions les plus critiques et décisives sur le matériau. Les essais de choc instrumentés sont d'une importance pratique considérable, car ils permettent d'évaluer la ténacité des matériaux dans les conditions les plus critiques, compte tenu des taux de déformation élevés et la présence d'encoches.

Dans le but de comprendre le comportement mécanique du PEHD soudé par BT-FSW sous différents chargements, et principalement de déterminer la résilience K_{CV} , nous avons complété l'étude expérimentale par des essais de choc. Plusieurs méthodes d'essais de résilience ont été utilisées dans la littérature sur PEHD [167-169]. Dans cette étude nous avons mené des essais de résilience K_{CV} , sont effectués sur une machine (Figure III.24) de choc (Charpy), sur des éprouvettes de forme parallélépipédique prélevé du même plaques soudées qui sont utilisées dans les essais de traction, en d'autres termes, dans les deux directions (dans la direction de l'extrusion et la direction opposée). Les essais sont réalisés à une température ambiante (température de la salle $23^{\pm 5}$). Le paragraphe III.7.2 représente schématiquement la forme de ces éprouvettes et le dispositif expérimental utilisé.

Le tableau III.13 regroupe les résultats expérimentaux que nous avons obtenus avec beaucoup d'efforts, notamment dans la méthode de fixation précise des éprouvettes soudés sur les appuis de la machine d'essai, car YUYANG (YYL041) est destinée aux matériaux ferreux dans les laboratoires industriels.

Les premiers résultats incubés dans le tableau III.13, en particulier l'énergie absorbée K_V des échantillons longitudinaux et transversaux sans entaille /sans soudure, montrent que l'énergie absorbée K_V des échantillons, dans le sens transversal, est largement égale à la valeur d'énergie des échantillons, dans le sens longitudinal qui prouve l'isotropie du matériau. Même remarques sur :

Les éprouvettes avec entaille- sans soudure,

Les éprouvettes avec entaille- soudée,

Les éprouvettes avec entaille- sans soudure.

Lors de l'essai, certaines éprouvettes n'ont pas complètement rompu (Fig. III.36), la valeur obtenue de la résilience est incertaine, et dans ce cas il aurait dû être indiqué dans la case des observations par " l'éprouvette n'a pas été rompu par X joules".



Figure III.36 : Éprouvette non rompue (essai de Charpy).

Le tableau III.14 inclut les valeurs de la résilience K_{CV} , de sorte que l'équation $K_{CV} = U_c / wb$ a été appliquée pour calculer ces valeurs. Ce travail surfacique est défini comme étant le travail de rupture U_c par unité de surface au ligament $w.b$ (w est la largeur de l'éprouvette, b le ligament). Ce travail surfacique de rupture est précisément la résilience.

	<i>Longitudinal</i>					<i>Transversal</i>				
<i>Éprouvettes</i>	<i>Avec entaille soudée</i>					<i>Avec entaille soudée</i>				
	<i>Ep₁</i>	<i>Ep₂</i>	<i>Ep₃</i>	<i>Ep₄</i>	<i>Ep₅</i>	<i>Ep₆</i>	<i>Ep₇</i>	<i>Ep₈</i>	<i>Ep₉</i>	<i>Ep₁₀</i>
<i>Kv</i>	6.5	7	15	6	8.5	5	4.5	7	9	12
<i>Kv moy</i>	8.5 joule					7.5 joule				
<i>Obs</i>	<i>Eprouvette rompue</i>									
<i>Ep</i>	<i>Avec entaille /Non Soudée</i>					<i>Avec entaille /Non Soudée</i>				
	<i>Ep₁₁</i>	<i>Ep₁₂</i>	<i>Ep₁₃</i>	<i>Ep₁₄</i>	<i>Ep₁₅</i>	<i>Ep₁₆</i>	<i>Ep₁₇</i>	<i>Ep₁₈</i>	<i>Ep₁₉</i>	<i>Ep₂₀</i>
<i>Kv</i>	10	9.25	7	11.25	10.25	9.25	13	8	10	11
<i>Kv moy</i>	9.55 joule					10.3 joule				
<i>Obs</i>	<i>Eprouvette rompue</i>									
<i>Ep</i>	<i>Sans entaille/ /Non soudée</i>					<i>Sans entaille/ Non soudée</i>				
	<i>Ep₂₁</i>	<i>Ep₂₂</i>	<i>Ep₂₃</i>	<i>Ep₂₄</i>	<i>Ep₂₅</i>	<i>Ep₂₆</i>	<i>Ep₂₇</i>	<i>Ep₂₈</i>	<i>Ep₂₉</i>	<i>Ep₃₀</i>
<i>Kv</i>	22.5	23.5	25.5	25.5	25	22	25	25	23	23.5
<i>Kv moy</i>	24.4 joule					23.7 joule				
<i>Obs</i>	<i>Eprouvette non rompue</i>									
<i>Ep</i>	<i>Sans entaille/ Soudée</i>					<i>Sans entaille / Soudée</i>				
	<i>Ep₃₁</i>	<i>Ep₃₂</i>	<i>Ep₃₃</i>	<i>Ep₃₄</i>	<i>Ep₃₅</i>	<i>Ep₃₆</i>	<i>Ep₃₇</i>	<i>Ep₃₈</i>	<i>Ep₃₉</i>	<i>Ep₄₀</i>
<i>Kv</i>	11	15	12	10	8	14	11	21.5	18	23.50
<i>Kv moy</i>	11.2 joule					17.6 joule				
<i>Obs</i>	<i>Eprouvette rompue</i>									

Tableau III.13 : Energie absorbée K_v des essais de Charpy.

Avec : K_v : Energie absorbée à la rupture en Joules, et K_v moy : Energie Moyenne (Joules)

Éprouvettes	Longitudinal					Transversal				
	Avec entaille soudée					Avec entaille soudée				
	Ep ₁	Ep ₂	Ep ₃	Ep ₄	Ep ₅	Ep ₆	Ep ₇	Ep ₈	Ep ₉	Ep ₁₀
K_v	6.5	7	15	6	8.5	5	4.5	7	9	12
K_v Moy	8.5 joule					7.5 joule				
K_{CV}	8.12	8.75	18.75	7.8	10.62	6.25	5.62	8.75	11.25	15
K_{CV} Moy	10.80 joule/ cm ²					9.7 joule/ cm ²				
Ep	Avec entaille /Non Soudée					Avec entaille /Non Soudée				
	Ep ₁₁	Ep ₁₂	Ep ₁₃	Ep ₁₄	Ep ₁₅	Ep ₁₆	Ep ₁₇	Ep ₁₈	Ep ₁₉	Ep ₂₀
K_v	10	9.25	7	11.25	10.25	9.25	13	8	10	11
K_v Moy	9.55 joule					10.3 joule				
K_{CV}	12.5	11.56	8.75	14.06	12.81	11.25	16.25	10	12.5	13.75
K_{CV} Moy	11.93 joule/ cm ²					12.75 joule/ cm ²				

Tableau III.14 : Résultats enregistrés au cours d'essai Charpy V.

Avec : K_v : Energie absorbée à la rupture en Joules, et K_v moy : Energie Moyenne (Joules)
 K_{CV} : Résilience (J/cm²), et K_{CV} Moy : Résilience Moyenne (J/m²)



Figure III.37 : Éprouvettes rompue (soudées).

La résistance aux chocs donne une mesure de la durabilité ou de la capacité d'un matériau à résister à la rupture sous l'influence d'une vitesse élevée. Dans des conditions normales d'utilisation, le polyéthylène soudé peut être cassant ou résistant. En conséquence, le polyéthylène étudié aura un comportement fragile ou têtu. La résistance aux chocs des polymères et des plastiques dépend de la différence entre la température de transition vitreuse (T_g) et la température d'utilisation, ainsi que du degré de cristallisation. Par conséquent, Le but de l'essai de choc était de clarifier le taux élevé de cristallisation résultant du soudage et cela ne sera confirmé qu'après la réalisation des mesures de cristallisation

La différence des résultats dans les deux sens (Tableau III.14) peuvent s'expliquer que la résilience est quasi constante le long du tube et dans la direction radiale. Ce type d'essai a été décrit précédemment dans les études M. KADDECH [167], pour la détermination de la résistance radiale à la rupture sous choc du polyéthylène de haute densité tubulaire de grade 100 sur des éprouvettes en forme d'arc. Cependant une grande différence est remarquée entre les différentes couches du tube. La couche interne est la plus tenace ceci est dû au mode de fabrication de ces tubes [167].

Il y'a une explication complémentaire pour la résilience du PEHD après le soudage par BT-FSW, sur la diminution de la résilience Kv pour les éprouvettes soudées-avec entaille (défauts de surface) dans le sens longitudinale et dans la direction radiale. Nous pouvons également voir la diminution, de sorte que la résilience au choc des éprouvettes transversale en dessous de la valeur de la résistance aux chocs des éprouvettes retirées longitudinalement. Par conséquent, chaque processus de soudage pour n'importe quel matériau réduit ses propriétés mécaniques, et c'est ce que nous voyons clairement dans le processus de soudage BT-FSW sur PEHD.

Si en comparant les résultats de tableau III.14 au cours d'essai Charpy de joint de soudure BT-FSW sur PEHD, avec les résultats de la résilience de soudage C-FSW, nous avons observé que le joint de soudage BT-FSW est plus tenace que ceci est dû au mode de fabrication de ces tubes, et au mode de soudage, l'outil de soudage BT-FSW qui effectue des opérations des deux côtés, interne et externe.

L'étude du joint de PEHD soudé par BT-FSW, soumis à des essais dynamiques Charpy, a permis de déterminer d'une part, la capacité du joint à absorber l'énergie, et d'autre part, d'évaluer le soudage BT-FSW sur tubes de PEHD, pour résoudre les problèmes liés aux conduites de conduction de gaz et d'eau. Cependant, la mise en place des canalisations qui provoque parfois des endommagements des parois (déchirement, poinçonnement...), susceptibles de modifier considérablement les conditions d'altération ultérieure en service des tubes.

La détermination de la résilience se fait le plus souvent selon des corrélations empiriques spécifiques à chaque type de problème. L'emploi de ces corrélations s'avère donc peu recommandé dans le domaine industriel, compte tenu de la variété des paramètres qui le caractérise. Il s'agit donc d'établir une relation résilience- ténacité à, l'échelle industrielle.

Celle-ci permet de définir une corrélation mathématique entre les deux grandeurs K_{CV} et K_{IC} , en se référant aux critères de rupture. Et cette idée nous l'étudierons lors de nos prochaines recherches sur soudage BT-FSW de PEHD, après avoir soumis et consulté cette thèse, Ou par des chercheurs intéressés au soudage FSW des polyéthylènes.

III.8.3 .Résultats de l'essai de Dureté

Le polyéthylène haute densité a une dureté quelque peu variable, et nous avons extrait cette conclusion de manière simple, afin qu'il puisse être rayé par un clou sur le dessus du tube, et il est difficile pour nous de le rayer par le bas, et la même chose pour l'épaisseur de tuyau, donc la dureté PEHD est relativement faible.

Afin d'enrichir la recherche en plusieurs comparaisons, notre recherche vise à découvrir la caractérisation mécanique du joint de soudage par BT-FSW à travers des tests de dureté, nous avons testé la micro-dureté le long de l'épaisseur des échantillons, pour confirmer les résultats des études précédentes, qui sont le principal support pour l'analyse expérimentale des résultats, où les chercheurs [3,164] ont conclu que la dureté est variable à travers la paroi d'un tube en polyéthylène haute densité, de l'intérieur vers l'extérieur du tube, cette réduction est également associée au processus de fabrication, au refroidissement rapide de la surface externe, ainsi qu'à un degré élevé de cristallisation de la surface interne.

Notre premier travail vise à mesurer la micro-dureté de nos matériaux (PEHD), et à analyser la variation de cette dureté, le long de l'épaisseur du tube, sur une ligne parallèle à la ligne qui traverse le centre de la soudure, à une distance de 25 cm (figure III.28).

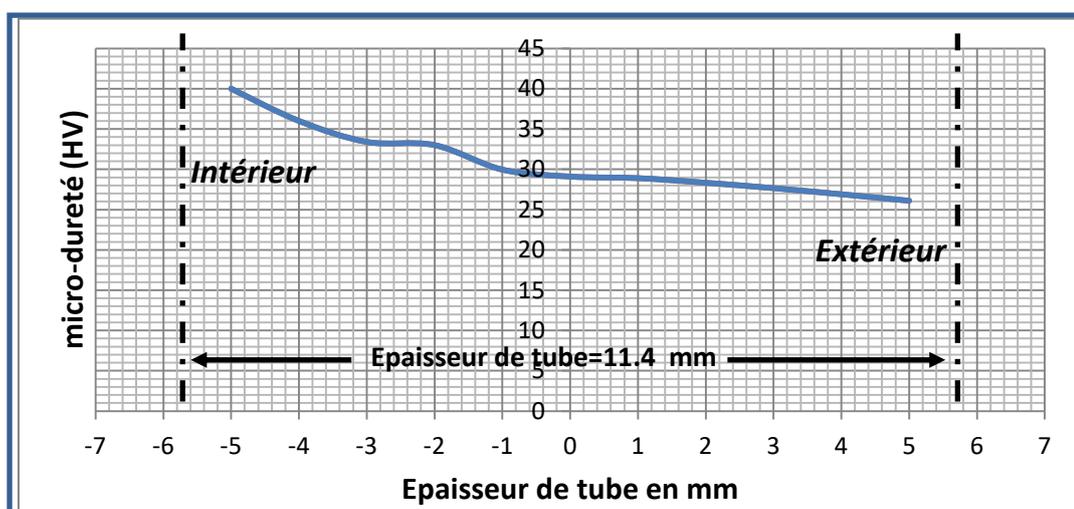


Figure III.38 : Évolution de la micro-dureté dans l'épaisseur de tubes

La figure III.38 montre clairement la différence de dureté à travers la paroi du tube. La littérature [164 -170] aussi confirme l'augmentation de la dureté avec le taux de cristallinité. Ces études montrent que l'usinage des tubes de polyéthylène présente quelques spécificités à prendre en compte lors de la conception. A travers la paroi du tube, les valeurs des duretés et des rugosités sont variables conséquence du procédé de fabrication et refroidissement non uniforme sur la totalité du tube lors de son extrusion.

Pour mettre en évidence la variation des propriétés micromécanique entre les joints soudés par BT-FSW et C-FSW on a fait appel à l'essai de micro-dureté (HV) pour expliquer la différence. Tout d'abord, pour témoigner la comparaison, nous avons testé la micro-dureté HV dans un échantillon de matériau de base PEHD le long de la ligne N_3 , et la figure III.29 montre la filiation de mesure.

De plus, l'essai de micro-dureté Vickers, est réalisé sur deux échantillons soudés. Le premier est soudé par BT-FSW et le deuxième est soudé par FSW conventionnel (C-FSW). Les mesures et filiations de dureté selon la méthode décrite dans le paragraphe III.7.3.4. S'il y a plusieurs résultats sur la même courbe, il est nécessaire de réduire les lignes de mesure de dureté pour chaque échantillon de test, afin que les mesures soient limitées aux lignes N1, N2, N 3, N 4 et N 5, représentées sous forme de courbes.

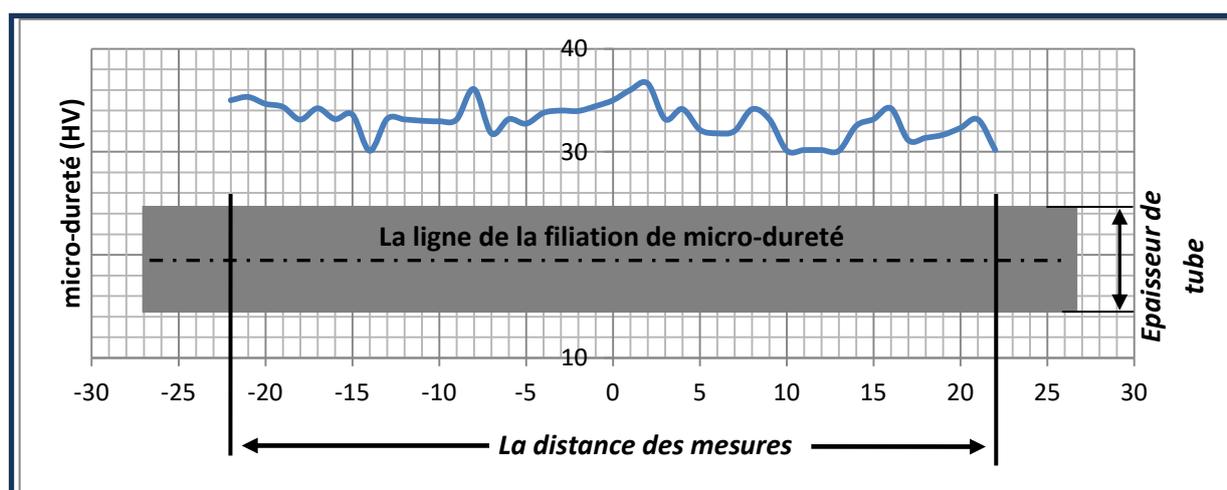


Figure III.39 : Évolution de la micro-dureté Selon le long de l'échantillon d'essai

Les courbes des figures III.38 et III.39 montrent respectivement l'évolution de la micro-dureté en épaisseur et le long du tube PEHD, avec un diamètre de 125 mm; de sorte que la dureté s'augmente de l'extérieur vers l'intérieur de l'épaisseur du tube, et que la micro-dureté le long de l'échantillon, et, si nous nous éloignons du bas du tube, les valeurs de la micro-dureté de ces échantillons, sont fluctuantes. Ceci traduit une hétérogénéité du matériau.

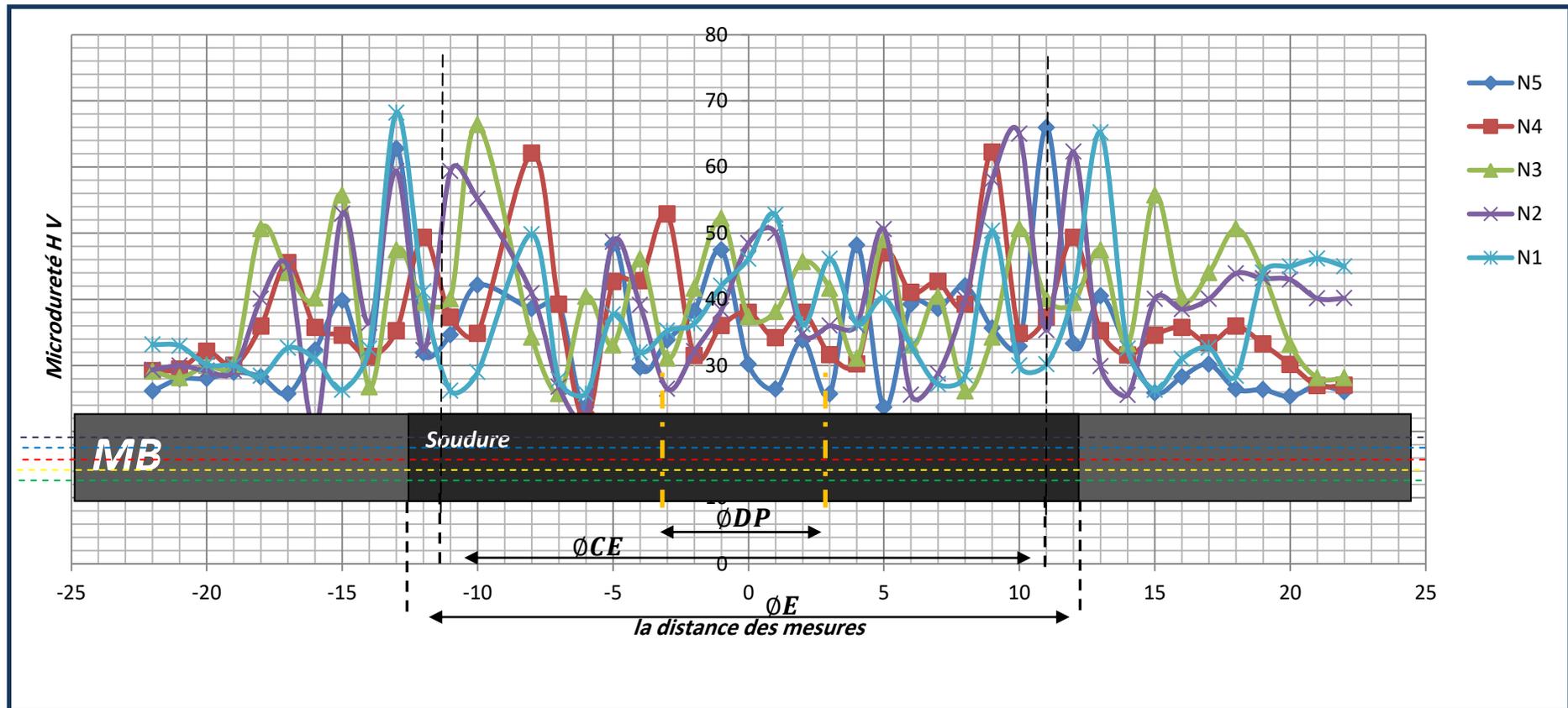


Figure III.40 : Variation de Micro dureté sur MB et sur le joint soudé par BT-FSW

(Soudage le long de l'axe d'extrusion)

Le passage de l'outil crée un affinement de la microstructure et donne naissance au noyau (*Nugget*), à la zone affectée thermomécaniquement (*Termo-Mechanically Affected Zone*) puis à la zone affectée thermiquement (*Heat Affected Zone*). On retrouve un peu plus loin le matériau de base (*Base Material*) [150]. La figure III.40 montre l'évolution du profil de dureté pour les différentes mesures sur joint soudés, perpendiculairement à l'axe de soudage.

Lors du soudage longitudinal de BT-FSW, une acquisition de la micro-dureté au niveau du noyau est négligeable dans des proportions quelque peu triviales, si on le compare à la courbe du matériau de base (*Base Material*), et donc les propriétés mécaniques restent préservées dans le noyau, et donc la rupture est loin d'être au milieu du joint, lors des essais de traction (figure III.31),

Concernant les courbes de filiations de micro-duretés telles que schématisées dans les figures III.29 et III.40, et en prenant comme référence la valeur moyenne (38 HV) de la micro-dureté du métal de base, relevée sur PEHD suffisamment loin des zones de soudure, toutes les courbes à une exception près, présentent une même allure, commençant par la plus faible valeur du côté de la métal de base (*Base Material*), celle-ci augmente dans la région de la ZAT en prenant la forme d'une cloche dont la valeur moyenne est supérieure à celle du MB. A l'extrémité de la ZAT (*Heat Affected Zone*), la zone affectée thermo-mécaniquement (*Termo-Mechanically Affected Zone*), dans cette zone, deux courbes augmentent, prenant la forme d'une petite cloche inhabituelle pour HAZ, et les valeurs de dureté convergent avec les valeurs de référence (MB), les deux courbes décroissent pour reprendre la valeur de référence suscitée. Il y a lieu de constater que la largeur de la cloche que présentent les différentes courbes de micro-dureté, croît à l'épaisseur de tube, vu que l'étendue de la ZAT se trouve à chaque filiation de duretés élargie.

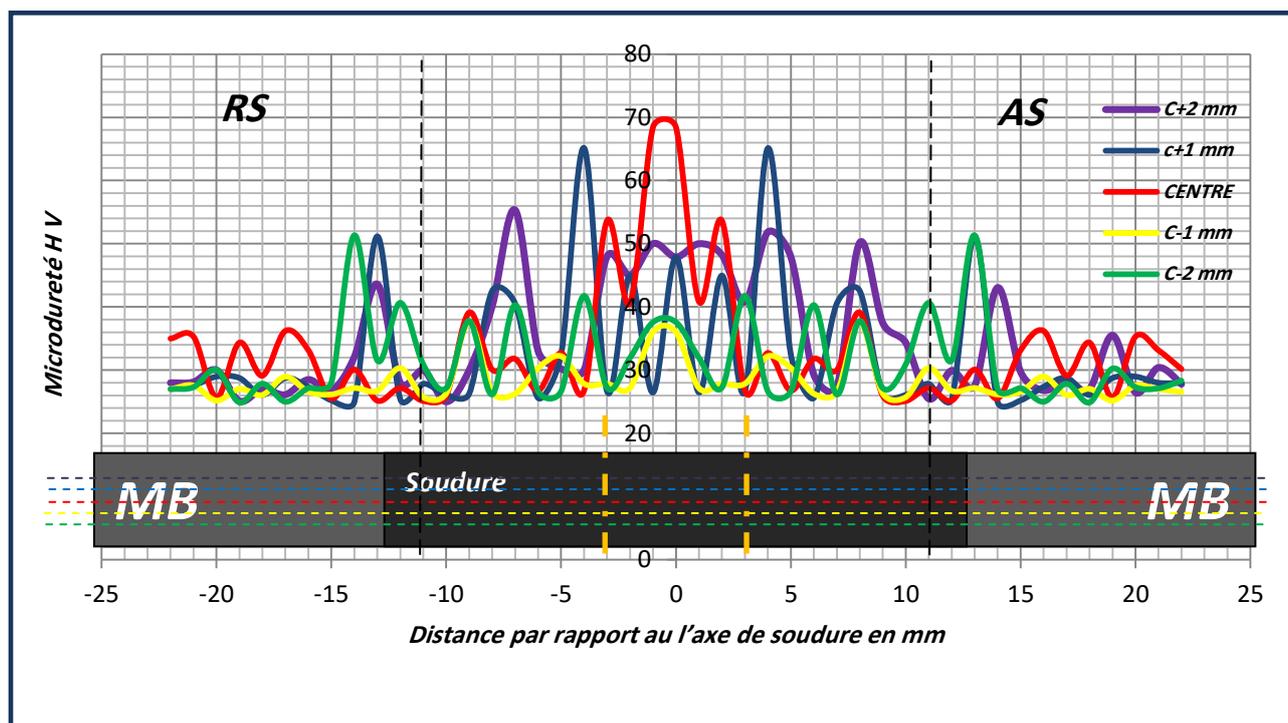


Figure III.41 : Profil de Micro-dureté dans un joint soudé révélant les zones mécaniquement faibles en raison du procédé de soudage BT-FSW (Soudage vertical par rapport à l'axe d'extrusion).

La figure III.41 présente un profil de micro dureté d'une soudure *Bobbin Tool* des plaques PEHD à durcissement structural, relativement symétrique par rapport au plan de joint. Les niveaux maximum de dureté sont atteints dans le cordon de soudure à environ +65 HV dans le noyau soudé, on constate une remontée du niveau de dureté, en particulier à RS et à AS où la valeur atteint 68.43 HV. L'augmentation de micro-dureté, égal à 30 % et 40 % dans le cas présent, définit l'acquisition de dureté entre les zones de la soudure. La soudure présente une zone affectée d'environ 25 mm de largeur.

Nous constatons sur les courbes de figure III.41, que l'acquisition de la dureté au niveau du noyau (*Nugget*) compris entre -3 et 3 mm de l'axe horizontal du centre de joint, Par conséquent, nous observons la grande acquisition au niveau mentionné lors du soudage vertical BT-FSW, ce qui modifie les propriétés mécaniques du PEHD, et nous avons donc eu tendance à la rupture de l'échantillon de joint de soudure lors des essais de traction, avec une diminution de la dureté à chaque éloignement de noyau dans les zones ZAMT et ZAT, qu'on ne peut pas limiter dans notre courbes.

En dehors des zones sus mentionnées on trouve une faible acquisition avant les zones de la matière de base, au fur et à mesure de l'éloignement de l'axe médiane de la

mesure utilisée pour calculer la dureté, nous constatons que l'acquisition au niveau de noyau se dirige vers ZAMT et ZAT mais d'une valeur minime par rapport à la valeur mesurée à l'axe médian. Ces profils de micro-dureté donnent une indication sur la tenue mécanique du joint BTFSW. Ces résultats indiquent la diminution de la flexibilité et l'augmentation de la rigidité, [171] ; les valeurs de dureté sont une mesure de la résistance à l'usure, puisque les matériaux durs résistent mieux au frottement [172]. Ce phénomène est caractérisé par les mesures de HV sur le passage N1(C-1mm) et N2(C-2mm) qui sont moins des valeurs au niveau des courbes N4 (C+1mm) et N5(C+2mm), Quelles que soient les conditions de mesures on remarque une diminution de la micro-dureté dans les couche intérieur du joint soudé par BT-FSW (soudage vertical) d'où une diminution significative de flexibilité au noyau (*Nugget*). Lors des tests, nous avons confirmé la proposition que les propriétés mécaniques varient avec différentes couches. Les couches extérieures sont moins performantes que celles du milieu et de l'intérieur et que les propriétés mécaniques sont aussi influencées de manière significative par les processus de fabrication [158].

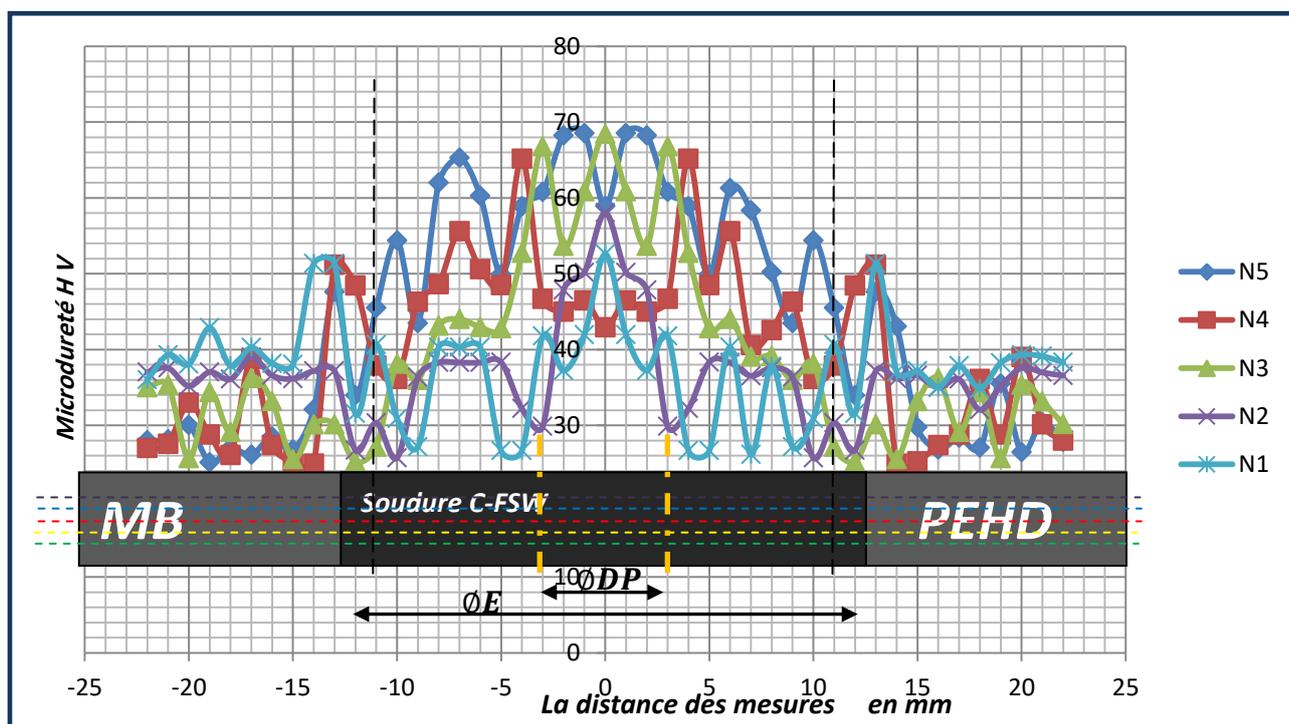


Figure III.42: Profil de Micro-dureté dans un joint soudé révélant les zones mécaniquement faibles en raison du procédé de soudage C-FSW

Enfin, nous avons testé la dureté HV le long de l'épaisseur moyenne, le long des lignes N1, N2, N3 et N4. Les résultats apparaissent comme les courbes représentées sur la figure III.42. Essai de micro-dureté sur des échantillons soudés par C-FSW. Les mesures montrent que la micro-dureté est maximale le long de joint C-FSW, et c'est un résultat qui est pris en compte, en particulier dans le noyau (*Nugget*). Par conséquent, lors des essais de traction et CHARPY, ces échantillons ont rupturé dans les joints de soudure, et aucun résultat apparent n'a été montré lors de l'essai de Charpy.

Si nous nous éloignons du bas de l'épaisseur, les valeurs de micro-dureté de ces échantillons sont fluctuantes. Ceci traduit une hétérogénéité de joint dans les propriétés mécaniques, en particulier de la couche externe, due aux paramètres de soudage C-FSW.

III.9. Conclusions

Au cours des travaux prévus, nous avons effectué une recherche comparative de : micro-dureté, essai de traction et essai de Charpy sur des plaques HDPE soudées par l'outil de bobine et par l'outil FSW conventionnel.

L'objectif de notre travail était d'étudier la fiabilité du joint de soudure de deux plaques en PEHD assemblées par le procédé BT-FSW, et de faire une comparaison entre les propriétés mécaniques avant et après soudage. Notre modèle d'outil peut contribuer à une meilleure qualité de soudage. De plus, les paramètres de soudage (vitesse de rotation et d'avance) et le processus de fabrication sont des facteurs majeurs dans le processus de soudage BT-FSW. La distribution de la micro-dureté à travers les joints soudés par les procédés BT-FSW et C-FSW a été déterminée expérimentalement. Les résultats obtenus ont montré la sensibilité accrue du soudage FSW qui est capable de mettre en évidence des modifications des propriétés du HDPE. La qualité du joint de soudure peut dépendre de plusieurs paramètres et modèles d'outillage. Sur la base des résultats, nous pouvons résumer ce qui suit :

1- Les essais de micro dureté nous ont d'abord conduits à nous intéresser aux courbes de mesure de distance de micro dureté. Nous avons vu une acquisition de dureté le long des joints (BT-FSW et C-FSW) des différentes zones de soudure. De ces mesures, nous distinguons une faible acquisition de dureté sur les éprouvettes soudées par l'outil de bobine

par rapport aux valeurs de dureté des éprouvettes soudées par l'outil conventionnel. Nous avons conclu que notre modèle est capable de produire des soudures de haute qualité.

2- Nous avons comparé les soudures C-FSW et BT-FSW par des essais de traction. Nous avons constaté que les structures en PEHD soudées par le procédé BT-FSW sont plus résistantes que celles soudées par le procédé C-FSW. De plus, chaque rupture se produit lors de l'essai de traction au niveau du joint de soudure. Contrairement au soudage BT-FSW, la rupture était à l'extérieur du joint de soudure, avec un allongement très élevé de 211,26 %. Nous pouvons dire que le soudage FSW conventionnel n'est pas fiable pour le PEHD et que la meilleure méthode est le soudage BT-FSW.

3- Afin d'évaluer le comportement aux chocs de notre matériau soudé, l'étude a été complétée par des essais de résilience. Ces essais ont bien montré que le type de soudage joue un rôle important dans la fragilisation du joint de PEHD soudé et provoque une diminution remarquable de la résilie.

Dans ce travail, les plaques de HDPE ont été soudées avec succès à l'aide d'un outil de bobine et d'un outil conventionnel. Ce succès confirme que le polyéthylène est soudable avec le procédé FSW. Basé sur le comportement appris du PEHD et sur la base des résultats expérimentaux obtenus à partir des essais de traction, de dureté et l'essai de Charpy dans les mêmes conditions. L'effet de la conception de l'outil sur les propriétés mécaniques a été examiné et comparé. Cette étude indique des modifications et des différences évidentes dans ces propriétés. Ces différences sont dues aux gradients morphologiques et à l'évolution de la cristallisation. Une augmentation de la vitesse de cristallisation entraîne une augmentation de la dureté et du module d'Young. Dans le même temps, il provoque une diminution de l'élasticité du polymère [173]. La variation des propriétés mécaniques lors du soudage des plaques de polyéthylène à l'aide de l'outil traditionnel (C-FSW) et à l'aide de l'outil pour BT-FSW reflète la complexité du soudage PEHD et contribue à la compréhension de son comportement dans cette gamme.

Conclusion générale

L'objectif principal de ce travail était de procéder à « la fiabilité de soudage BT-FSW pour les tuyaux en polyéthylène ». Cette étude permet de mettre en évidence les paramètres et de type de soudage, sur lesquels il convient de jouer pour améliorer les propriétés mécaniques de joint soudé, dans un contexte qui restera toujours incertain.

Les principes de base de la fiabilité de soudage BT-FSW appliqués aux tuyaux en PEHD sont mentionnés, une présentation complète peut être trouvée dans le troisième chapitre. Par conséquent, cette séparation est destinée à la méthode utilisée lors de l'étude, de la première étape, prélèvement des plaques tubulaires à la dernière étape, qui est la caractérisation mécanique du joint soudé, selon son type de soudage (BT-FSW et C-FSW).

Cette étude a mis en évidence que le comportement en traction du PEHD 100 après le soudage a entraîné les modifications des propriétés suivantes :

-Pour C-FSW:

- Une diminution de l'allongement à la rupture, apparemment une diminution de 37%.
- Une augmentation du module de Young et de la contrainte à la rupture.
- Une augmentation de la contrainte au seuil d'écoulement.

Et pour BT-FSW:

- Une augmentation de l'allongement à la rupture.
- Une faible augmentation du module de Young et la contrainte à la rupture.
- Une moyenne augmentation de la contrainte au seuil d'écoulement.

Le soudage BT-FSW accru la rigidité, mais moins que C-FSW, ainsi ils ont augmentés le module d'Young du PEHD100.

Afin d'évaluer le comportement aux chocs de notre matériau soudé, l'étude a été complétée par des essais de résilience. Ces essais ont bien montré que le type de soudage joue un rôle important dans la fragilisation du joint de PEHD soudé et provoque une diminution remarquable de la résilie.

La dureté d'un matériau est caractérisée par la résistance qu'il l'oppose à sa déformation plastique. Elle peut être définie comme la résistance qui oppose un matériau à

sa pénétration par un corps plus dur que lui. Donc la variation de la micro-dureté au sein du joint de soudure C-FSW et le joint BT-FSW est attribuée à l'hétérogénéité aux propriétés mécaniques

La micro-dureté est maximale le long du joint C-FSW, ce qui représente une augmentation notable (figure III.42) dans toutes les zones de soudure, en particulier dans le noyau. L'étude de la dureté dans les zones les plus ciblées peut aider à évaluer la fragilité de la soudure BT-FSW, en particulièrement à la dureté autour de la zone affectée thermiquement ou ZAT (*Heat-Affected Zone*). En fait, la dureté dans et autour du HAZ peut aider à déterminer si la soudure a la résistance requise.

Perspectives

Les perspectives de ce travail sont nombreuses, à savoir

- Analyse des mécanismes du comportement mécanique et tribologique d'un PEHD soudé par BT-FSW.
- Effets du vieillissement après soudage sur la microstructure et les propriétés de PEHD 100 soudé par BT-FSW.
- Comparaison entre le soudage BT-FSW et le soudage Bout a Bout pour le polyéthylène à haute densité (PEHD).
- Comparaison entre le soudage BT-FSW et le soudage électro fusion pour le polyéthylène à haute densité (PEHD).
- Influence des défauts de soudage BT- FSW sur le comportement mécanique de PEHD 100.
- Étude numérique et expérimentale du soudage BT-FSW des plaques en polyéthylène.

Références bibliographiques

- [1] L.H. Sperling, Introduction to Physical Polymer Science, VCH, WEINHEIM, 1997.
- [2] R. Khelif, Analyse de la rupture et évaluation de la durée de vie basée sur la fiabilité des tubes en polyéthylène pour le transport du gaz, Thèse pour obtenir le grade de Docteur, Université Blaise Pascal- Clermont II, 2007.
- [3] L. Alimi, Comportement mécanique et rupture du PEHD sous environnements contrôlés, Thèse de Magister, Université d'Annaba, 2007.
- [4] DJ. Bouha, Influence de la géométrie de l'outil sur le soudage par friction malaxage(FSW) d'un PEHD : Étude expérimentale, Mémoire pour l'obtention du diplôme de Magister en Génie Mécanique, Université de Mascara, 2013.
- [5] G.W. Ehrenstein et F. Montagne, Matériaux polymères structure, propriétés et applications, édition HERMES science, Publication paris 2000.
- [6] N. Susperregui, Étude théorique de la polymérisation d'esters par voie organométallique et organique, Thèse En vue de l'obtention du Doctorat de l'Université de TOULOUSE, 2010.
- [7] F. Vivier, Les Polymères – Comportement Mécanique & Synthèse, T-P, IUT Créteil-Vitry Mesures Physiques, Janvier 2006.
- [8] P. Wiess, La Chimie Des Polymères, Société Francophone de Biomatériaux Dentaires, 2010.
- [9] J. Cazenave, 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 pour obtenir le grade de docteur de l'Université Paris-Est, 2005.
- [10] M. Reyne, Technologie des plastiques, HERMES, Paris, 1998.
- [11] R. Dekiok, Étude et relation de l'influence de la vitesse de déformation sur la dimension fractale et sur la ténacité dans le cas d'un Polycarbonate, Thèse de Doctorat, Université de Metz, France, 1997.
- [12] D. Gridaine, Structure et propriétés des polymères 2009-2010.
- [13] N. Haddad, Caractérisation Mécanique et Thermique du Polymère PEHD100, Mémoire de Magistère en Mécanique des Matériaux, Université de Guelma, 2012.

- [14] M. Belhamiani, Approche globale de la mécanique de la rupture appliquée aux polymères PVC, Thèse Pour l'obtention du diplôme de Doctorat en Sciences, Université de Sidi Bel Abbas 2012.
- [15] A. Derardja, Propriétés Physico-chimiques et Mécaniques Des Polymères, Cours destiné aux étudiants de Master 1 Génie des matériaux, Chapitre I, Université Batna, 2019 – 2020.
- [16] J. Martin, Étude par spectroscopie Raman du polypropylène isotactique au cours de sa déformation uni-axiale, Thèse pour l'obtention du grade de Docteur de l'Université Paul-Verlaine de Metz, 2009.
- [17] L. Treloar, the Physics of Rubber Elasticity, Clarendon, 3rd Edition, Oxford, 1975.
- [18] F. Addiego, Caractérisation de la variation volumique du polyéthylène au cours de la déformation plastique en traction et en fluage, Thèse de Doctorat, Institut National Polytechnique de Lorraine, 2006.
- [19] L. Lin, A.S. Argon, Structure and plastic deformation of polyethylene, Journal of Materials Science, 29, 294-323, 1994.
- [20] J.M. Haudin, Structures et morphologies des polymères semi-cristallins, in C. G'Sell et J.M. Haudin (éditeurs), Introduction à la mécanique des polymères, Presses de l'Institut National Polytechnique de Lorraine, Nancy, 97-1, 1995.
- [21] K. Friedrich, "Crazes and Shear Bands in Semi-Crystalline Thermoplastic" In Springer-Verlag, Kausch H.H., Berlin-Heidelberg, 225-274, 1983.
- [22] A. Pawlak. Cavitation during tensile deformation of high-density polyethylene. Polym., 48, 1397-1409, 2007.
- [23] A. Peterlin, Molecular model of drawing polyethylene and polypropylene. J Mater Sci 6, 490–508, 1971.
- [24] R. Arieby, Caractérisation mécanique et modélisation thermodynamique du comportement anisotrope du polyéthylène à haute densité. Intégration des effets d'endommagement, Thèse pour l'obtention du grade de Docteur de L'INPL, 2007.
- [25] H. Khellafi, Quantification de l'endommagement du PVC par une Analyse Numérique, mémoire de Magister, Université de Mascara 2001.
- [26] Gottfried W. Ehrenstein, Gabriela Riedel, Pia Trawiel: Praxis der thermischen Analyse von Kunststoffen. Hanser Verlag, ISBN 3-446-22340-1, 2003.

- [27] A.M. Slaim, H.M.A. Arabiche, Étude du comportement mécanique et détermination des paramètres limitent des tubes en PVC, Mémoire de fin d'études De Master Académique, Université Abdelhamid Ibn Badis Mostaganem, 2019.
- [28] J. G. Speight, Norbert et Adolph Lange, Lange's handbook of chemistry, New York, McGraw-Hill, 2005.
- [29] B. Wunderlich, Macromolecular Physics, vol.3: crystal melting, New York, Academic Press, 1980.
- [30] Georges AYOUB, Comportement en grandes déformations et fatigue des polymères : modélisation constitutive et prédiction de la durée de vie en fatigue Large déformation behavior and fatigue of polymères, thèse pour obtenir le titre de Docteur de l'Université Lille 1, 2010.
- [31] R. Ferhoum, Étude Expérimentale et Modélisation Numérique du comportement mécanique du PEHD à l'état vierge et après vieillissement thermique, thèse pour l'obtention du grade de Docteur en Génie Mécanique, Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou, 2012.
- [32] S. Belbachir, F. Zaïri, G. Ayoub, U. Maschke, M. Naït-Abdelaziz, J.M. Gloaguen, M. Benguediab, J.M. Lefebvre, Modelling of photodegradation effect on elastic-viscoplastic behavior of amorphous polylactic acid films. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 58, 241-255, 2010.
- [33] A. Blaga, CBD-157-F. Propriétés et comportement des matières plastiques (1975).
- [34] R. Font et al, Semivolatile and volatile compounds in combustion of polyethylene. *Chemosphere*, 57(7), 615-627, 2004.
- [35] S. K. Ouiminga et al, Combustion de granulés de polyéthylène pur et de sachets plastiques à base de polyéthylène : effet de la masse et de la température sur les émissions d'oxydes d'azote et de carbone et l'évolution de l'oxygène, *J. Soc. Ouest-Afr. Chim*, 2009.
- [36] O. Zaki, Contribution à l'étude et à la modélisation de l'influence des phénomènes de transferts de masse sur le comportement mécanique de flacons en polypropylène, thèse pour obtenir le grade de Docteur de l'Université de Paris-Est, 2008.
- [37] R. Dossogne, Polyéthylène haute densité PEHD, *Techniques de l'Ingénieur*, A 3 315-3
- [38] K. Hachellaf, Étude de la soudabilité des polymères par la technique de soudage par friction malaxage (FSW- couplage : procédé-propriété), Thèse de Doctorat de 3^{ème} cycle, Université de Mascara, 2019.

- [39] J.M. Schultz, Microstructural aspects of failure in semicrystalline polymers, *Polymer engineering and science*, 24(10), p. 770-785, 1984.
- [40] F. Bustos, *Cristallisation sous cisaillement du polyéthylène : Effets de l'architecture moléculaire*, Thèse pour obtenir le grade de docteur, Université Claude Bernard Lyon 1, 2004.
- [41] J.I. Lauritzen, J.D. Hoffman, and G.T. Davis, The rate of crystallization of linear polymers with chain folding, extrait de "Treatise on solid state chemistry", Ed. N.B. Hannay, Plenum-Press, New York, p 497-614, 1976.
- [42] L. David, S. Etienne, *Introduction à la physique des polymères*, DUNOD Ed, Lyon, pp. 312, 2002.
- [43] Z. Amalou, *Contribution à l'étude de la structure semi-cristalline des polymères à chaînes semi-rigides*, Dissertation présentée en vue de l'obtention du grade de Docteur en Science, Laboratoire de Physique des Polymères, Université Libre de Bruxelles, Belgique, Septembre, 2006.
- [44] P.G. de Gennes, Reptation of a Polymer Chain in the Presence of Fixed Obstacles, *Journal of chemical physics*, 55, p. 572, 1971.
- [45] M. Ishikawa and I. Narisawa, *Crazing in semi crystalline thermoplastics*, *Advance in polymer science*, 91/92, 1990.
- [46] A. Peterlin, Mechanical properties of fibrous structure, extrait de: *Ultra-high modulus polymers*, A Ciferri, I. M. Ward, London : Applied Sci.Pub. Ltd, 1979, pp 279-320, 1979.
- [47] I .M. Ward, the yield behavior of polymers (Review), *Journal of materials Science*, 6(11), 1971.
- [48] S.N. Zhurkov, V.V. Kuksenko, the micromechanics of polymer fracture, *International Journal of fracture*, 11(4), 1975.
- [49] O. Hehn, *Analyse expérimentale et simulation thermomécanique du soudage bout à bout de tubes de polyéthylène*, Thèse pour obtenir le grade de Docteur de l'École des Mines de Paris, 2006.
- [50] T. Ozawa. Kinetics of non-isothermal crystallization, *Polymer*. 12:150, 1971
- [51] K. Nakamura, K. Katayama, T. Amano. Some aspects of nonisothermal crystallization of polymers. *Journal of Applied Polymer Science*. 17:1031 , 1973
- [52] CA. Hieber. Correlation for the quiescent crystallization kinetics of isotactic

polypropylene and poly(ethylene terephthalate), *Polymer*. 36(7):1455, 1995.

[53] R.S. Mishra and Z.Y. Ma, Friction stir welding and processing. *Materials Science and Engineering, R Reports*, vol. 50, no. 1–2, pp1–78, 2005.

[54] P.L. Threadgill, A. J. Leonard, H.R. Shercliff, and P.J. Withers, Friction stir welding of aluminium alloys, *International Materials Reviews*, 54: 49-93, 2009.

[55] F.C. Liu and Z.Y. Ma, Influence of Tool Dimension and Welding Parameters Microstructure and Mechanical Properties of Friction-Stir-Welded 6061-T651 Aluminum Alloy, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 39(23)78-88,2008.

[56] E. Feulvarch, Modélisation numérique du procédé par friction-malaxage (*Friction Stir Welding*), *Techniques de l'ingénieur*. 2011.

[57] R. Bertrand, Soudage dissimilaire par friction malaxage d'alliages d'aluminium 2024-T3 et 2198-T8, influence des paramètres du procédé sur les propriétés microstructurales, caractéristiques mécaniques et résistance à la corrosion, Thèse de Doctorat de L'université de Lyon, 2021.

[58] S. C. Wang and M. J. Starink, Two types of S phase precipitates in Al-Cu-Mg alloys, *Acta Mater*, vol. 55, no. 3, pp. 933–941, 2007.

[59] MW Mahoney, CG Rhodes, JG Flintoff, WH Bingel, and RA Spurling Properties of friction-stir-welded 7075 T651 aluminum, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 29: 1955-64,1998.

[60] M. Zoghلامي, Influence des paramètres du procédé FSW sur les caractéristiques des bandes alternées (*Onion Rings*) dans les alliages d'aluminium, Mémoire Présenté À L'école De Technologie Supérieure Comme Exigence Partielle À L'obtention De La Maîtrise avec Mémoire en Génie Mécanique, École De Technologie Supérieure Université Du Québec, 2017.

[61] D. Lohwasser and Z. Chen, *Friction Stir Welding: From Basics to Applications*. 2010.

[62] W. S. Chu and F. binti Yusof, Influence of Different Anvil Back Plates on Heat Dissipation Velocity of the Micro-Friction Stir Welding Process, *Appl. Mech. Mater.*, vol. 786, pp. 415–420, 2015.

[63] A.C.F. Silva, J. De Backer, and G. Bolmsjö, Temperature measurements during friction stir welding, *Int. J. Adv. Manuf. Technol*, vol. 88, no. 9–12, pp. 2899–2908, Feb. 2017.

- [64] N. JEMAL, Qualification du domaine de soudabilité en soudage par friction malaxage, Thèse pour obtenir le grade de docteur, délivré par l'École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers, 2011.
- [65] L. Fourment, S. Guerdoux, M. Miles, T. Nelson, Numerical Simulation of the Friction Stir Welding Process using both Lagrangian and Arbitrary Lagrangian Eulerian Formulations, Proc. 5th Int. Symp. On Friction Stir Welding, Metz, France, 2004, TWI Ltd.
- [66] M.Z.H. Khandkar, J.A. Khan and A.P. Reynolds. Prediction of temperature distribution and thermal history during friction stir welding, input torque based model. Science and Technology of Welding and Joining, Vol. 8 No. 3, pp.165-174, 2003.
- [67] H Schmidt, J Hattel and J Wert, An analytical model for the heat generation in friction stir welding. Modelling Simul. Mater. Sci. Eng. 12, pp. 143-157, 2004.
- [68] Ø Frigaard, Ø Grong, and O.T. Midling. A Process Model for Friction Stir Welding of Age Hardening Aluminum Alloys. Metallurgical and Materials transactions A; volume 32A, 1197, 2001.
- [69] G. Buffa, J. Hua, R. Shivpuri, and L. Fratini, A continuum based fem model for friction stir welding model development. Materials Science and Engineering: A Volume 419, Issues 1-2, pp. 389-396, 2006.
- [70] Vincent PROTON, Caractérisation et compréhension du comportement en corrosion de structures en alliage d'aluminium-cuivre-lithium 2050 assemblées par Friction Stir Welding (FSW), Thèse pour l'obtention du doctorat de l'université de Toulouse, 2012.
- [71] K. Elangovan, V. Balasubramanian, Influence of pin profile and rotational speed of the tool on the formation of friction stir processing zone in AA2219 aluminium alloy, Materials Science and Engineering (A459), 2007.
- [72] P. Heurtier, M.J. Jones, C. Desrayaud, J.H. Driver, F. Montheillet, D. Allehaux. Mechanical and thermal modelling of Friction Stir Welding .Journal of Materials Processing Technology 171, 348- 357, 2006.
- [73] Arnaud Bastier, Modélisation du soudage d'alliage d'aluminium par friction et malaxage, Thèse pour obtenir le grade de docteur de l'école polytechnique, 2011.
- [74] K. Elangovan, V. Balasubramanian, Influence of pin profile and rotational speed of the tool on the formation of friction stir processing zone in AA2219 aluminium alloy, Materials Science and Engineering (A459), 2007

- [75] P. Heurtier, M.J. Jones, C. Desrayaud, J.H. Driver, F. Montheillet, D. Allehaux. Mechanical and thermal modelling of Friction Stir Welding .Journal of Materials Processing Technology 171 (2006) 348- 357.
- [76] Paul A. Colegrove and Hugh R. Shercliff. 3-Dimensional CFD modelling of flow round a threaded friction stir welding tool profile. Journal of Materials Processing Technology, 169 (2005), pp. 320-327.
- [77] S. Zimmer, Contribution à l'industrialisation du soudage par friction malaxage, Thèse pour obtenir le grade de docteur de l'école nationale supérieure d'arts et métiers, spécialité "mécanique", 2009.
- [78] R. Rai, A. De, H. Bhadeshia, et al. Review: friction stir welding tools. Sci Technol Weld Joi, 16(4): 325–342, 2011.
- [79] Zhang YN, Cao X, Larose S, et al. Review of tools for friction stir welding and processing. Can Metall Quart, 51(3):250–261, 2012.
- [80] A. Scialpi, L.A.C. De Filippis , P. Cavaliere, Influence of shoulder geometry on microstructure and mechanical properties of friction stir welded 6082 aluminum alloy. Materials and Design 28, 2007.
- [81] H.N.B. Schmidt, H. Hattel, A local model for the thermo-mechanical conditions in friction stir welding. Modelling and Simulation in Material Science and Engineering. 13, pp. 77-93.
- [82] Z.Y. Ma, R.S. Mishra, and M.W. Mahoney. Superplastic deformation behaviour of friction stir processed 7075al alloy. Acta Materialia, 50 :4419–4430, 2002.
- [83] L.E. Murr, Y. Li, E.A. Trillo, B.M. Nowak, and J.C. McClure. A comparative study of friction-stir welding of aluminium alloys. Aluminium Transactions, 1998.
- [84] Y.S. Sato, H. Kokawa, M. Enomoto, S. Jogan, and T. Hashimoto. Distributions of hardness and microstructure in friction stir welds of al alloy 6063. 3rd Symposium on FSW, Kobe, 2001.
- [85] J.-Q. Su, T.W. Nelson, R. Mishra, and M. Mahoney. Microstructural investigation of friction stir welded 7050-t651 aluminium. Acta Materialia, 51 :713–729, 2003.
- [86] B. J. P. Guerin, Soudage d'alliages d'aluminium par la technologie Friction Stir Welding Bobbin Tool, Thèse pour obtenir le grade de Docteur de l'École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne, 2010.

- [87] Y. Demmouche, Étude du comportement en fatigue d'assemblages soudés par FSW pour applications aéronautiques, Thèse de doctorat en Mécanique-matériaux, soutenue le 17-12-2012 à Paris, ENSA.
- [88] Iñigo Terreros, Modélisation DEM thermo-mécanique d'un milieu continu : Vers la simulation du procédé FSW, Thèse pour obtenir le grade de docteur délivré par l'École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers, Paris-Tech - Centre de Bordeaux, 2013.
- [89] P.L. Threadgill. Friction stir welding - the state of the art. TWI, 678, 1999.
- [90] Hugo Robe, Apports à la compréhension du soudage FSW hétérogène d'alliages d'aluminium par une approche expérimentale et numérique, Thèse de Doctorat De L'université de Lyon, 2017.
- [91] A. F. Norman, I. Brough and P. B. Prangnell, High Resolution EBSD Analysis of the Grain Structure in an AA2024 Friction Stir Weld. Materials Science Forum, 331-337:1713–1718, 2000.
- [92] I. Charit and R. S. Mishra, High strain rate superplasticity in a commercial 2024 Al alloy via friction stir processing, Materials Science and Engineering, A, 359(1–2):290–296, 2003.
- [93] S. Benavides and al, Low-temperature friction-stir welding of 2024 aluminum. Scripta Materialia, 41(8):809–815, 1999.
- [94] O. Lorrain, Analyses expérimentale et numérique du procédé de soudage par friction malaxage FSW, Thèse pour obtenir le grade de docteur délivré par l'École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers, 11 juin 2010.
- [95] T. Dickerson, H.R. Shercliff, and H. Schmidt, A weld marker technique for flow visualization in FSW. 4th Symposium on FSW, Park City, 2003.
- [96] M. Guerra, J.C. McClure, L.E. Murr, and A.C. Nunes. Metal flow during friction stir welding, Friction Stir Welding and Processing, pages 25–34, 2001.
- [97] D. Lohwasser. Welding of airframes by friction stir. 3rd Symposium on FSW, Kobe, 2001.
- [98] H.N.B. Schmidt, T.L. Dickerson, and J.H. Hattel. Material flow in butt friction stir welds in AA2024-T3. Acta Materialia, 54 :1199–1209, 2006.
- [99] R. Zettler, S. Lomolino, J.F. dos Santos, T. Donath, F. Beckmann, T. Lippman, D. Lohwasser, A study on material flow in FSW of AA 2024-t351 and AA 6056- T4 alloys. 2004.

- [100] K. Colligan. Material flow behavior during friction stir welding of aluminium, *Welding Journal*, pages 229–237, 1999.
- [101] T. U. Seidel and A.P. Reynolds, Visualization of the material flow in AA2195 friction stir welds using a marker technique, *Metallurgical and materials transactions A*, 32, 2879-2884, 2001.
- [102] M. Guerra, C. Schmidt, J.C. McClure, L.E. Murr, A.C. Nunes, Flow patterns during friction stir welding, *Materials Characterization*, 49, 95– 101, 2003.
- [103] Y. Chen, H. Liu and J. Feng: Friction stir welding characteristics of different heat-treated state 2219 aluminum alloy plates. *Materials Science and engineering A*, 420, 21–25, 2006.
- [104] J.A. Schneider and A.C. Nunes Jr.: Characterization of Plastic Flow and Resulting Microtextures in a Friction Stir Weld, *Metallurgical and materials transactions B*, 35, 777- 783, 2004.
- [105] P.L. Threadgill, M.M.Z. Ahmed, J.P. Martin, J.G. Perrett et B.P. Wynne, utilisation d'outils à bobine pour le soudage par friction-malaxage d'alliages d'aluminium, Document présenté à Thermec 2009. Berlin, Allemagne, 25-29 août 2009.
- [106] IS, Institut de Soudure, <http://www.isgroupe.com>
- [107] M. Skinner, RL Edwards, *Mater. Sci.Forum* 426-432, 2849(2003)
- [108] R. Edwards, G. Sylva, dans les actes de la 7e conférence internationale sur les tendances de la recherche en soudage, Pine Mountain, GA, États-Unis, 16-20 mai (2005)
- [109] L. Blême, YX Huang, ZL Lv, SX Lv, JC Feng, *Mater. Des.*55, 197(2014)
- [110] S. Mohammad Kamil, Fixed Bobbin Friction Stir Welding of Marine Grade Aluminium, Thèse pour obtenir le grade de docteur, Université de Canterbury, 2015
- [111] M.K. Sued, D. Pons, J. Lavroff, E.H. Wong, Design features for bobbin Friction stir welding tools, development of a conceptual model linking the underlying physics to the production process, *Mater Des*, 54 , pp. 632-643, 2014.
- [112] F.F. Wang, Wyoming Li, J.J Shen, Q. Loupe, JF dos Santos, Improving weld formability by a novel dual-rotation bobbin tool friction stir welding, *J. Mater. Sci. Technol.*34, 135(2018)
- [113] SB Aziz, MW Dewan, DJ Huggett, MA Wahab, AM Okeil, TW Liao ,A fully coupled thermomechanical model of friction stir welding (FSW) and numerical studies on process

- parameters of lightweight aluminum alloy joints, *Acta Metallurgica Sinica (English Letters)* 31 (1), 1-18, 2018.
- [114] X. Wei, Poursuite du développement de la technique de bobine flottante FSW, Décembre 2011, <https://www.twi-global.com>.
- [115] Bhat, Biliyar N. Carter, Robert W. Ding, Robert J. Lawless, Kirby G. Nunes, Arthur C., Jr. Russell, Carolyn K. Shah, Sandeep R, Friction Stir Welding Development at NASA-Marshall Space Flight Center, Special Publication on Friction Stir Welding, January 1, 2001.
- [116] A.C.J. Nunes, National Aeronautics and Space Administration, J.NASA Tech, Briefs 31, 21, 2007.
- [117] G.Q. Wang, Y.H Zhao, Y.Y Tang, Research Progress of Bobbin Tool Friction Stir Welding of Aluminum Alloys: A Review, *Acta. Metallurgica. Sinica (English Letters)* 33:13–29, 2020.
- [118] H.J. Liu, J.C. Hou, Y.Q. Zhao, CN Patent, 101979209A, 2011
- [119] Hou J.C., Liu H.J., Zhao Y.Q. Influences of rotation speed on microstructures and mechanical properties of 6061-T6 aluminum alloy joints fabricated by self-reacting friction stir welding tool. *Int. J. Adv. Manuf. Technol* ; 73:1073–1079, 2014.
- [120] Jakob Hilgert, Knowledge Based Process Development of Bobbin Tool Friction Stir Welding, De la commission doctorale de l'Université technique de Hambourg-Harburg pour obtenir le diplôme universitaire, Thèse approuvée par le doctorat en ingénierie (Dr.-Ing.), 2012.
- [121] J. Hilgert, H. N. B. Schmidt, J. F. dos Santos and N. Huber: ‘Thermal models for bobbin tool friction stir welding’, *J. Mater. Process. Technol.*, 2011, 211, 197–204
- [122] J. Hilgert, H. Schmidt, J. F. dos Santos, Bobbin Tool FSW - A Moving Geometry Model, Excerpt from the Proceedings of the COMSOL Conference 2009 Milan.
- [123] W. M. Thomas, K. I. Johnson, and C. S. Wiesner, Friction stir welding-recent developments in tool and process technologies. *Advanced Engineering Materials*, 5, 485–490, 2003.
- [124] J. De Backer, Development and assessment of robotic bobbin and stationary shoulder friction stir welding, January 2018, <https://www.twi-global.com>.
- [125] R.S. Mishra, De Partha Sarathi, N. Kumar, Friction Stir Welding and Processing,

- Springer International Publishing, Switzerland, pp. 1–338, 2014.
- [126] C. Yanga,b, D.R. Nia, P. Xuea, B.L. Xiaoa, W. Wangc, K.S. Wangc, Z.Y. Maa, A comparative research on bobbin tool and conventional friction stir welding of Al-Mg-Si alloy plates, *Materials Characterization* 145, 20–28, 2018.
- [127] P.L. Threadgill, M.M.Z. Ahmed, J.P. Martin, J.G. Perrett and B.P. Wynne, The use of bobbin tools for friction stir welding of aluminium alloys, *Materials Science Forum*, Vols. 638-642, pp 1179-1184, 2010.
- [128] W.M. Thomas, E.D. Nicholas, J.C. Needham, M.G. Church, P. Templesmith, C. Dawes, Friction stir welding, GB Patent 9,125,978,9, Sept 1991
- [129] RS. Mishra, MW. Mahoney, Friction stir welding and processing. ASM International, 2007.
- [130] Z. Kiss, T. Czigany, Microscopic analysis of the morphology of seams in friction stir welded polypropylene. *Express Polym Lett* 6(1):54–62, 2012.
- [131] S Inaniwa, Y Kurabe, Y Miyashita, H Hori, Application of friction stir welding for several plastic materials, *Proceedings of the 1st International Joint Symposium on Joining and Welding*, Osaka, Japan, 6–8 November 2013.
- [132] Y. Bozkurt, The optimization of friction stir welding process parameters to achieve maximum tensile strength in polyethylene sheets. *Mater Des* 35:440–445, 2012.
- [133] A. Zafar, M. Awang and S. Raza Khan, Friction Stir Welding of Polymers, 2nd International Conference on Mechanical, Manufacturing and Process Plant Engineering, *Lecture Notes in Mechanical Engineering*, 2017.
- [134] B. Vijendra, A. Sharma, Induction heated tool assisted friction-stir welding (i-FSW): A novel hybrid process for joining of thermoplastics. *J. Manuf. Process*, 20, 234–244, 2015.
- [135] Dj. Bouha, H. Khellafi, B. Ould Chikh, H. M. Meddah, A. Kaou, Effect of Tool Design on the Mechanical Properties of Bobbin Friction Stir Welded High-Density polyethylene Sheets, Experimental study, *International Journal of Engineering Research in Africa*, Vol. 61, pp 95-114, 2022.
- [136] S. Saeedy, M.K.B Givi, Investigation of the effects of critical process parameters of friction stir welding of polyethylene. *Proc. Inst. Mech. Eng. Part B J. Eng.* 225, 1305–1310, 2011.

- [137] D. Mishra, S.K. Sahu, R.P. Mahto, S.K. Pal, K. Pal, Friction Stir Welding for Joining of Polymers. In *Strengthening and Joining by Plastic Deformation*; Dixit, U., Narayanan, R, Eds. Springer: Singapore, 123–162, 2019.
- [138] A. Arici, S. Selale, Effects of tool tilt angle on tensile strength and fracture locations of friction stir welding of polyethylene. *Sci. Technol. Weld. Join*, 12, 536–539, 2007.
- [139] M. Moreno-Moreno, Y. Macea Romero, H. Rodríguez Zambrano, N.C. Restrepo-Zapata, C.R.M. Afonso, J. Unfried-Silgado, Mechanical and thermal properties of friction-stir welded joints of high density polyethylene using a non-rotational shoulder tool. *Int. J. Adv. Manuf. Technol*, 97, 2489–2499, 2018.
- [140] A. Mostafapour, E. Azarsa, A study on the role of processing parameters in joining polyethylene sheets via heat assisted friction stir welding: Investigating microstructure, tensile and flexural properties. *Int. J. Phys. Sci*, 7, 647–654, 2012.
- [141] M. Pirizadeh et al Friction stir welding of thermoplastics using a newly designed tool. *Mater Des*, 54, 342–347, 2014.
- [142] K. Hachellaf, M. Meddah, B. OuldChikh, A. Lounis ,Mechanical behavior analysis of a friction stir welding (FSW) for welded joint applied to polymer materials, *Frattura ed Integrità Strutturale*, 13(47), 459-467, 2019.
- [143] A. Lounis, B. Ould Chikh, M. Meddah, L. Gueraiche, K. Hachellaf, Parametric Study of the mechanical behavior of FSSW welded polymer plates using a new form of welding tool, *Defect and Diffusion Forum* , 389, 205-215, 2018.
- [144] W. Tang, X. Guo, J.C. McClure, L.E. Murr, A. Nunes,, Heat input and temperature distribution in friction stir welding. *Journal of Materials Processing and Manufacturing Science*, *Journal of Materials Processing & Manufacturing Science*, vol. 7, issue 2, pp. 163-172 , 1998.
- [145] Y. Helal, L’effet de soudage par friction sur la microstructure et les propriétés mécaniques d’un joint soudé composé d’un alliage d’aluminium industriel et un acier, Thèse pour l’obtention Du diplôme de Doctorat en sciences, Université Mohamed Khider – Biskra, 2017.
- [146] F. Hannour, A. Davenport, M. Strangwood, Corrosion of friction stir welds in high strength aluminium alloys, in *Proceedings of the 2nd International Friction Stir Welding*

Symposium. 2000.

- [147] Cécile Genevois, Genèse des microstructures lors du soudage par friction malaxage d'alliages d'aluminium de la série 2000 & 5000 et comportement mécanique résultant, Thèse pour obtenir le grade de Docteur de L'INPG 2004, Institut National Polytechnique de Grenoble, 2004.
- [148] L.E. Svensson, L. Karlsson, H. Larsson, B. Karlsson, M. Fazzini, J. Karlsson, Microstructure and mechanical properties of friction stir welded aluminium alloys with special reference to AA 5083 and AA 6082. Science and Technology of Welding and Joining, Vol 5, pp 285-296, 2013.
- [149] A. Kaou, Dj. Bouha, H.M. Meddah, E. Ould Chikh, Thermal Effect of Bobbin Friction Stir Welding on the Mechanical Behavior of High Density Polyethylene Sheets: Experimental Study, Defect and Diffusion Forum, sub on 2022-07-14.
- [150] B. Bouchouicha, M. Zemri, A. Ghazi, M. Mazari, M. Benguediab, A. Imad, Analyse du comportement mécanique global d'un assemblage par soudage FSW, 3^{ème} Conférence Internationale sur le Soudage, le CND et l'Industrie des Matériaux et Alliages (IC-WNDT-MI'12), Oran du 26 au 28 Novembre 2012.
- [151] W. Ghabeche, K. Chaoui, Z. Azari, A. Chateaneuf, Surface Degradation and Crystallinity Changes in HDPE-100 Pipe Subjected to Chemical Aggressive Environments. Congrès français de mécanique, 2013
- [152] H. Fadda, M. Kaddeche, N. Hamlaoui, K. Chaoui, Détermination des déformations résiduelles dans les tubes HDPE-100 par la méthode d'enlèvement de couches. Communication Science & technology N° 14. January 2014.
- [153] M. Farshad, Two new criteria for the service life prediction of plastic pipes, Polymer Testing, 23, 2004.
- [154] Groupe CHIALI, les catalogue des produits PE et PVC, Accessoires et Équipements, www.groupe-chiali.com, consultation 2013 et 2019
- [155] AGIEL, Guide de pose et d'utilisation des canalisations en polyéthylène, 2^{ème} Edition, p18-37, 2002.
- [156] Tubex, Guide d'utilisation des canalisations en PEHD, www.tubexalgerie.com, consultation 2013.
- [157] Julien Tomas, Les essais destructifs sur assemblages soudés, CTIF, Publié le 30

septembre 2019.

- [158] M. Raab, J. Scudla, J. Kolarik, The effect of specific nucleation on tensile mechanical behaviour of isotactic polypropylene, *European Polymer Journal*, Vol. 40, 1317–1323, 2004.
- [159] B. NA, R. LV, Effect of Cavitation on the Plastic Deformation and Failure of Isotactic Polypropylene. *Journal of Applied Polymer Science*, Vol. 105, 3274–3279, 2007.
- [160] K. Hachour, Contribution a l'élaboration d'un critère de plasticité pour le PEHD, Thèse de Doctorat en Génie Mécanique, Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou.
- [161] INTERNATIONAL STANDARD, ISO 6259-3, Second Edition 15-06-2015.
- [162] Marc Blétry, Méthodes de caractérisation mécanique des matériaux, 2006-2007.
- [163] Dj. E. HAMZA, Synthèse et caractérisation de NANOBLEND Polyéthylène haute densité-Polystyrène/monmorillonite (PEhd-PS/MMT) et Polyéthylène basse densité-Polystyrène/monmorillonite(PEbd-PS/MMT), Mémoire pour obtenir le diplôme de Magister En Physicochimie Analytique, Université MENTOURI CONSTANTINE, 2009.
- [164] L. Alimi, W. Ghabeche, W. Chaoui, K. Chaoui, Mechanical properties study in extruded HDPE-80 pipe wall used for natural gas distribution, *Matériaux & Techniques*, 2012.
- [165] A. Azzi, L. Boulanouar, K. Chaoui, L. Alimi, W. Ghabeche, Usinage Et Caractérisation Des Propriétés Mécaniques A Travers La Paroi D'un Tube En Polyéthylène, 2ème Conférence Internationale sur l'Énergétique, 2014
- [166] M. Kaid et M. Zemri, Comparaison entre le soudage FSW et le soudage Bout a Bout pour le polyéthylène à haute densité(PEHD), Article de conférence (7th African Conference on Non Destructive Testing ACNDT 2016.
- [167] M. Kaddech, Étude de la rupture du polyéthylène sous charge constante, Thèse Présentée pour obtenir le grade de Docteur Spécialité: Génie Mécanique Option: Construction, Université du 8 mai 1945 – Guelma, 2014.
- [168] J. Niglia, A. Cisilino, R. Seltzer, P. Frontini, Determination of impact fracture toughness of polyethylene using arc-shaped specimens, *Engineering Fracture Mechanics* 69 (2002) 1391–1399.
- [169] P. Özbek, Christos Argyrakis and Patrick Leever, Fracture mechanics analysis of arc shaped specimens for pipe grade polymers, Elsevier 2009.

- [170] S.R. Bekkouche, K. Chaoui, Caractérisation et modélisation des déformations résiduelles dans les tubes en polyéthylène haute densité de transport de gaz, 21^{ème} Congrès Français de Mécanique Bordeaux, 26 au 30 août 2013.
- [171] B.A. Acha, M.M. Reboledo, N.E Marcovich, Effect of coupling agents on the thermal and mechanical properties of polypropylene–jute fabric composites, *Polym. Inter* 55, (2006) 1104–1113.
- [172] H. Boulahia, Etude du comportement physico-mécanique de nouveaux bio composites poudre de liège – PVC, Thèse de Doctorat LMD, Université de BOUMERDES, 2016.
- [173] Thanh Loan Nguyen, Approche multi-échelles dans les matériaux polymères, de la caractérisation nanométrique aux effets d'échelles, Thèse de doctorat de l'UTC, 2014.
- [174] S.A. Ameer, Étude et simulation du comportement des matériaux polymères soudé par le FSW, Mémoire de Magister en Génie Mécanique, Université de Mascara, 2012.
- [175] Boudjellel Moulay et al, Étude des Comportements des Joints Soudées par FSW du PEHD, Étude Numérique et Expérimental, 3^{ème} Conférence Internationale sur les Matériaux et les Structures en Composite, ORAN, Décembre 02-03, 2014.
- [176] S.A. Amin, M.Y. Hanna, A.F. Mohamed, Experimental Study the Effect of Tool Design on the Mechanical Properties of Bobbin Friction Stir Welded 6061-T6 Aluminum Alloy, *Al-Khwarizmi Eng. J.*14, 1(2018)pp 1-11.
- [177] HJ. Zhang, M. Wang, X. Zhang, GX Yang, Microstructural characteristics and mechanical properties of bobbin tool friction stir welded 2A14-T6 aluminum alloy, *Mater. Des.*, 65, 559 (2015).
- [178] N. Kiass, Nouvelle approche expérimentale de la variabilité des propriétés mécaniques des tubes HDPE-80, Thèse de Doctorat, Annaba 2005.