

CHAPITRE XXVIII : ETUDE DE CAS : UNE NOUVELLE CANALISATION EN POLYMERE ? (TD)

N. BILLON

Le domaine de l'adduction d'eau potable se partage entre plusieurs matériaux dont le polyéthylène haute densité (PEhd), le poly(chlorure de vinyle) (PVC) et la fonte. Le choix d'un matériau ou d'un autre se fait en partie par des considérations sur les débits et les pressions d'adduction.

Concernant les réseaux hautes pressions (de l'ordre de 2,5 MPa) la fonte a longtemps été le matériau le plus approprié alors que le PVC restait cantonné à des pressions maximales de 1,6 MPa.

Dans les années 1990 une nouvelle solution PVC est apparue, qui autorise des pressions de 2,5 MPa et donc concurrence la solution fonte. Nous allons discuter autour de ce produit pour illustrer l'utilisation de polymères.

EXERCICE 1 : ANALYSE DE LA NOUVELLE SOLUTION

1.1 Analyser les propriétés attendues d'un tube pour adduction d'eau potable. En toute généralité quels pourraient être les avantages de ce « nouveau » produit par rapport aux produits existants ?

1.2 Comment peut-on expliquer le passage d'une pression maximale admissible de 1,6 MPa à une pression maximale admissible de 2,5 MPa ? On pourra justifier la réponse par un calcul simple dont on précisera les hypothèses.

1.3 En examinant les grandes étapes de l'histoire du matériau, de sa synthèse chimique à sa sollicitation en service, pouvez-vous indiquer quelques solutions techniques (et leurs limitations) à votre disposition si vous étiez un concurrent et que vous souhaitiez proposer un tube équivalent (également en PVC amélioré, voire en modifiant la chimie) ?

1.4 « Reverse engineering » : Une pratique courante consiste à approvisionner les produits concurrents et à les « décortiquer ». Si vous deviez analyser un tube en PVC produit par un concurrent, qu'imaginez-vous comme méthodes de caractérisation pour tenter de cerner la solution choisie par votre concurrent pour améliorer son propre produit ?

1.5 On s'intéresse dans la suite exclusivement aux tubes en PVC, qui est amorphe et reste thermoplastique.

La Figure 1 montre une portion du tube à l'état « neuf » (en bas de la figure). On soumet cette portion à un maintien en température (110°C) de 30, puis de 90 minutes et on obtient les deux portions de tube du haut de la figure.

- Que s'est-il passé dans le matériau ?
- Quelle indication cela donne-t-il sur le procédé de mise en œuvre (essentiellement la dernière étape de mise en forme) ?
- Quel est le mode de déformation du matériau lors de cette dernière étape ?
- La Figure 1 suggère-t-elle une limitation pour l'utilisation de ce tube en adduction d'eau ?

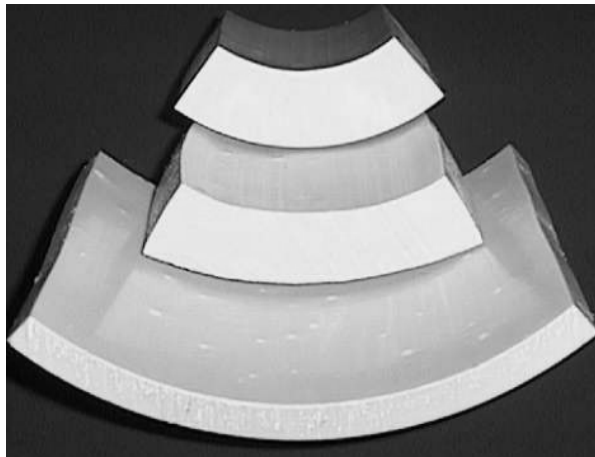


Figure 1 : Evolution dimensionnelle d'une portion de tube lors d'un recuit. Du bas vers le haut : Tube initial, tube après 30 min à 110 °C et tube après 90 min à 110 °C.

1.6 La formulation du PVC est-elle totalement libre ?

EXERCICE 2 : MISE EN ŒUVRE

2.1 La fiche technique du PVC indique une transition vitreuse à 85 °C, une température de fléchissement sous charge (début de déformabilité) de 105 °C et une température d'extrusion de 200 °C. On envisage, d'après la question 1.5, deux étapes de mise en forme.

- Quelles sont ces étapes ?
- D'après la fiche technique, donner quatre grands domaines de température pour lesquels le PVC présente des comportements différents et préciser ces comportements.
- A quelle température le tube a-t-il été mis en œuvre dans chaque étape et pourquoi ?

2.2 Quelle mesure de laboratoire aurait pu nous renseigner sur ces températures ?

2.3 Peut-on utiliser ce tube pour le transport de fluides chauds ?

EXERCICE 3 : DIMENSIONNEMENT

Le fabricant propose en fait des tubes extrudés classiques, des tubes extrudés mono-orientés et des tubes extrudés bi-orientés. Seuls les deux derniers supportent une pression de service de 2,5 MPa. Ces tubes sont commercialisés sous forme de portions de 6 m de long, de diamètres externes de 110 mm à 326 mm pour des diamètres internes de 101 mm à 302 mm et terminés par une emboîture (Figure 2). Les caractéristiques sont regroupées dans le Tableau 1 et la Figure 3.

Pour caractériser le comportement des tubes en cas d'impact accidentel (notamment sur le chantier), on mène des essais d'impact de billes sur les tubes eux-mêmes (Figure 4). Dans ces essais, des portions de tube (15 cm x 15 cm), encastrées sur toute leur surface sauf sur un cercle de diamètre 10 cm, sont testées à l'aide d'un système par poids tombant. Le percuteur utilisé est hémisphérique, de diamètre 2 cm. Le système d'encastrement est usiné pour épouser la forme de la portion de tube, de façon à ce qu'il n'induisse aucune contrainte dans le matériau avant l'impact de la bille. L'impact se fait sur la paroi externe du tube pour simuler l'impact d'un caillou lors de la mise en réseau. On observe ensuite la paroi interne. Les essais conduisent à des faciès de rupture très différents selon le type de tube.

TABLEAU 1 : QUELQUES PROPRIETES MECANIQUES DE TUBES EN PVC : CLASSIQUE, MONO-ORIENTE ET BI-ORIENTE (T = 25°C)

Sens de prélèvement des éprouvettes	Classique	Mono-orienté		Bi-orienté	
		long	travers	long	travers
Module d'élasticité (MPa)	3 800	3 600	5 500	4 000	5 400
Seuil de plasticité (MPa)	61	61	83	62	76.5
Déformation à rupture (%)	120	105	40	75	40
Energie à rupture par choc (essai Charpy) (J)	14	1	22	15	15

Sens long : traction parallèle à l'axe du tube. Sens travers : traction parallèle à la direction orthoradiale du tube.

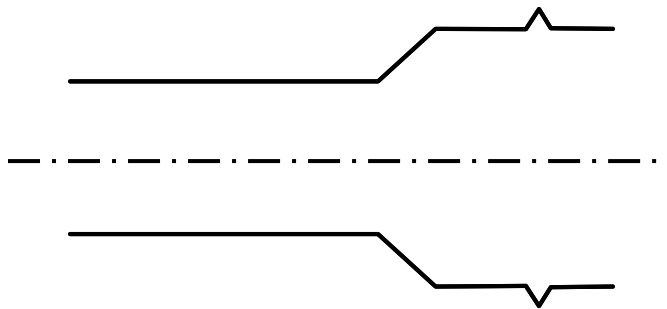


Figure 2 : Emboîture des tubes

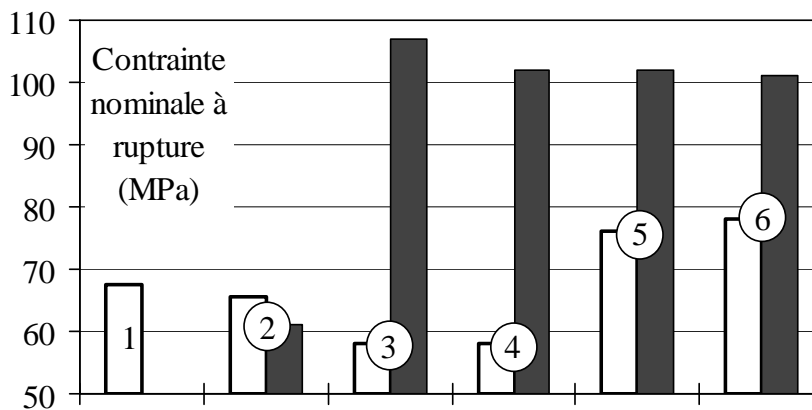


Figure 3 : Contrainte nominale à rupture pour les différents tubes étudiés (□ : direction longitudinale, ■ : direction orthoradiale). Comparaison entre la préforme (1), le tube extrudé (2), le tube mono-orienté (3), les tubes bi-orientés avec un taux d'étirage de 1.1(4), 1.3 (5) et 1.45 (6). Le tube de l'énoncé est le tube 5

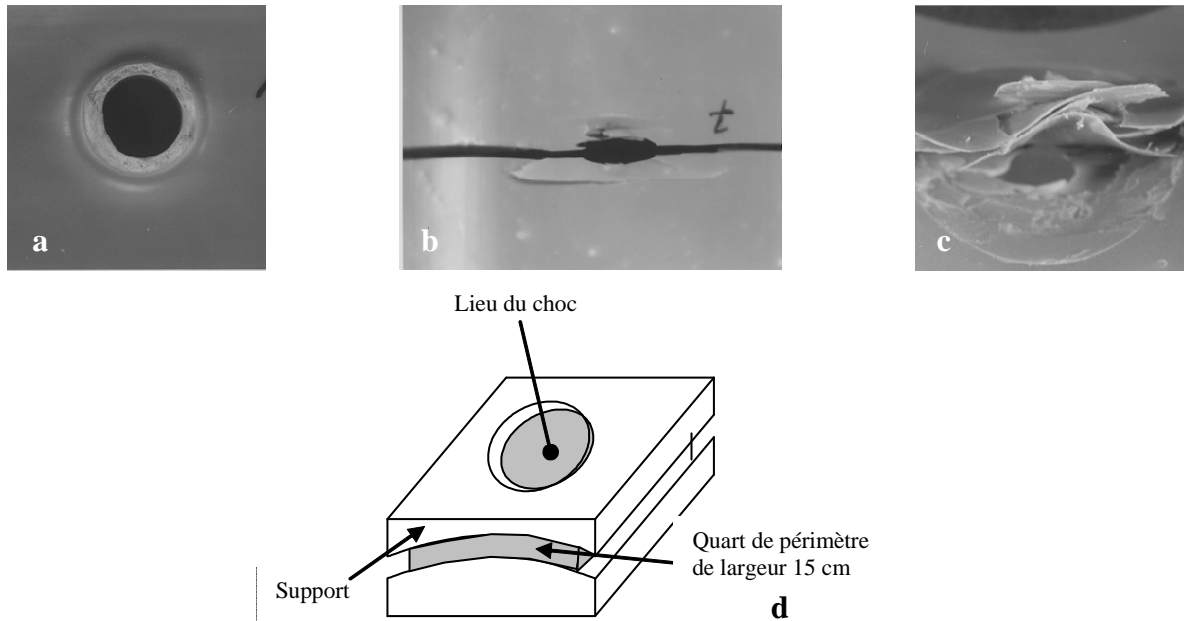


Figure 4 : Aspect typique de la face interne d'un tube impacté par une bille : Tube extrudé (a), tube mono-orienté (b), tubes bi-orientés (c). La direction orthoradiale est horizontale. Schéma de principe (d)

3.1 En examinant les valeurs chiffrées et l'anisotropie des propriétés mécaniques de ces tubes, que peut-on imaginer des déformations induites par la mise en œuvre pour chacun des trois types de tube ? Quels sont les mécanismes physiques sous-jacents ? Les propriétés résultantes sont-elles en adéquation avec la fonction remplie par le tube ?

3.2 Quelles sont les améliorations apportées par la mono- ou la bi-orientation ? Analyser notamment les modes de ruine illustrés par les trois clichés de la Figure 4. Comment expliquer cette amélioration pour les tubes mono et bi-orientés par rapport au tube classique ?

3.3 Le tube mono orienté est-il une bonne solution ?

3.4 Quel type d'endommagement peut-on craindre dans le tube bi-orienté soumis à de petits chocs ?

EXERCICE 4 : CARACTERISATION MECANIQUE

Lors d'essais de traction sur des éprouvettes cylindriques prélevées dans les tubes et sitôt le seuil de plasticité passé, la section des éprouvettes orientées, initialement circulaire, devient elliptique. Le grand axe de l'ellipse ainsi définie est toujours parallèle au rayon du tube. A la rupture, le rapport entre le grand axe et le petit axe est de 1,16 pour les éprouvettes testées selon la direction orthoradiale et de 1,56 pour les éprouvettes testées selon la direction longitudinale.

4.1 D'où vient ce phénomène ?

4.2 Qu'implique-t-il lorsqu'on souhaite caractériser expérimentalement le comportement mécanique du matériau de ces tubes ?

CHAPITRE XXVIII : ETUDE DE CAS : UNE NOUVELLE CANALISATION EN POLYMERE ? (CORRIGE)

N. BILLON

Le texte en *italiques* est donné pour l'information du lecteur et ne correspond pas à des réponses *attendues*.

EXERCICE 1 : ANALYSE DE LA NOUVELLE SOLUTION

1.1 Les avantages que l'on peut espérer sont :

- Un allègement des tubes, compte tenu de la densité moyenne du PVC (1,3 par rapport à l'eau) ;
- A priori, une amélioration de la tenue au choc, qui n'est pas le point fort des fontes, mais qu'il convient de vérifier malgré tout;
- Une plus grande inertie chimique et une plus grande résistance à la corrosion électrolytique qui peuvent autoriser des mises en réseau dans des sols agressifs ou en présence de courants telluriques ou vagabonds.
- L'étanchéité des assemblages peut être améliorée par l'accès à des moyens de collage efficaces.
- L'alimentarité du PVC, du moins de certaines formulations, est un argument de choix.

1.2 C'est la contrainte orthoradiale qui, en première approximation, limite la tenue en pression des tubes.

On peut démontrer que, sous l'hypothèse d'un tube mince (contrainte uniforme dans l'épaisseur), la force exercée sur le demi-tube de rayon R et de longueur L (figure 1) soumis à une pression P, est donnée par :

$$F_y = L \int_0^{\pi} RP \sin \theta d\theta = 2Le\sigma_{\theta} \quad [1]$$

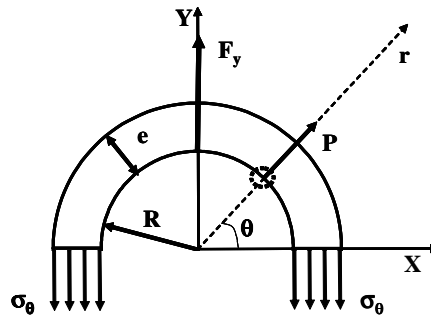


Figure 1 du corrigé : Calcul de contrainte orthoradiale dans le tube

Le tube est donc le siège d'une contrainte orthoradiale de :

$$\sigma_{\theta} = \frac{R}{e} P \quad [2]$$

La solution est donc soit de diminuer le rapport R/e (de 0,64), ce qui n'est sûrement pas la solution, soit d'augmenter la limite admissible par le matériau : limite d'élasticité ou contrainte à la rupture en première approche.

1.3 Par niveaux d'efficacité et de facilité croissants :

- Si on reste sur une solution PVC : augmenter les masses molaires *ce qui va souvent dans le sens d'une amélioration de la ductilité*. Mais cela a une limite d'efficacité. De plus, l'augmentation des masses ne peut pas se faire à l'infini dans un réacteur. Les cinétiques de polymérisation et l'existence de réactions secondaires, de même que les évolutions de viscosité du milieu réactionnel, imposent des limites difficiles à franchir. Enfin, augmenter la masse modifie aussi la viscosité du polymère à l'état fondu et peut donc limiter l'aptitude à la mise en œuvre ;
- La copolymérisation est une autre voie *qui est souvent utilisée par le producteur de résine* ; on aboutit alors à un autre polymère que du PVC seul ;
- La réticulation, *qui n'est pas possible dans tous les cas et demande une adaptation des moyens de production* ;

- Le mélange de polymères et l'ajout d'additifs ou de charges ;
- Un contrôle de la microstructure lors de la transformation.

Les deux premières solutions sont du ressort du producteur de résine seul. Les deux suivantes peuvent être mises en œuvre au niveau du formulateur (compounder) ou du transformateur mais dans certains cas les mélanges sont faits en cours de synthèse. Lorsque l'on obtient la fiche technique du polymère de base elle contient parfois quelques informations (par exemple : homopolymère ou copolymère, haute masse, lubrifié, nucléé etc.). Toutefois on obtient rarement la totalité des données.

Dans le cas qui nous occupe ici, le produit est proposé par un transformateur qui est peut-être passé par une étape de formulation (soit réalisée par lui-même, soit sous-traitée). Le choix fait est sans doute de contrôler la microstructure du polymère lors de la mise en œuvre : cristallisation (le PVC est le siège d'une « micro-cristallinité » qui n'est pas considérée dans l'énoncé), orientation moléculaire (phase amorphe) et réticulation.

1.4 De manière non exhaustive et en exceptant la discussion téléphonique avec le producteur, souvent solution la plus efficace, on peut imaginer diverses familles de techniques d'analyse.

Parmi les techniques d'analyse CHIMIQUE, on peut citer pour information :

- Les spectroscopies Infra Rouge ou Ultra violet (dans certains cas) qui peuvent renseigner sur les groupements présents. Il va de soi qu'à ce niveau le fait de savoir a priori la famille de polymères en cause est appréciable ;
- Une calcination qui autorise la mesure du taux de charges minérales (taux de cendres) suivie d'une analyses des dites charges.

Parmi les techniques d'OBSERVATION par IMAGERIE, notamment en MICROSCOPIE, en s'aidant des tableaux du chapitre sur les microstructures, on peut citer :

- Des observations en microscopie optique, microscopie électronique à balayage, microscopie électronique en transmission ou *microscopie à force atomique* qui renseignent sur le nombre de phases présentes aux différentes échelles (*démixtion de phase*, sphérolites, charges etc.). On peut les imaginer accompagnées d'une analyse élémentaire (analyse chimique) en microscopie électronique (MEB ou MET) pour les espèces minérales.

Parmi les techniques d'analyse THERMIQUE ou MECANIQUE on peut citer :

- Une analyse thermique qui peut, étant posée l'existence éventuelle de phases cristallines, renseigner sur les températures de fusion et de cristallisation, renseignant indirectement sur le nombre et la nature de ces éventuelles phases cristallines (encore que, les co-cristallisations mêmes rares peuvent exister) ;
- Une analyse du module sous sollicitations cycliques (cf. TD sur la mise en forme des bouteilles), qui peut informer sur le nombre et la position des transitions (en particulier α), encore qu'on peut ne pas pouvoir discerner deux transitions ;
- Des recuits qui informent sur la stabilité dimensionnelle et mettent en évidence les orientations moléculaires amorphes, (cf. question suivante) ;
- Une mise en solution qui permet de mesurer un taux de gel et donc de mettre en évidence des réticulations. A ce niveau la difficulté est de connaître le solvant.

D'autres techniques d'analyse sont encore envisageables :

- La diffraction des rayons X informe sur l'existence et l'orientation de phases cristallines (attention les charges minérales peuvent diffracter).
- Des mesures de biréfringence optique qui informent sur l'orientation moléculaire.
-

La difficulté réside dans le fait que le PVC est essentiellement amorphe, on ne peut donc pas facilement caractériser sa « microstructure ». Les moyens d'analyse principaux sont l'analyse mécanique (module) et l'analyse des orientations moléculaires (mesures de biréfringence, essais de recuit), en plus de l'analyse des charges minérales.

1.5 Le PVC pouvant être considéré comme amorphe il s'agit d'une orientation moléculaire. Le matériau semble avoir repris une forme (tube plus épais et de diamètre inférieur) dont il aurait « gardé la mémoire ». La molécule

de PVC à l'équilibre prend la forme d'une pelote statistique. Lors de la mise en forme finale du tube, les molécules se sont orientées dans la direction de l'écoulement ; cette orientation a ensuite été « figée » à froid. Lors d'un recuit, les molécules reprennent leur conformation d'équilibre (pelote statistique) et le tube recouvre, au moins partiellement, sa forme de semi-produit.

Le transformateur a sans doute choisi une formulation optimisée pour cela. Par contre on voit sur le recuit que le transformateur est passé par un semi-produit (tube épais) qu'il aura déformé dans la direction orthoradiale (gonflage) et/ou dans la direction longitudinale (étirage). En l'absence d'information sur le raccourcissement des tubes lors du recuit, il est difficile de faire la part entre ces deux modes de déformation.

1.6 L'énoncé parle d'eau potable.

Dans l'hypothèse d'une amélioration de la formulation il convient de s'assurer qu'elle ne peut pas provoquer la migration d'espèces de bas poids moléculaires nocives ou véhicule d'un goût vers l'eau. Ces espèces peuvent être liées à l'adjuvant aussi bien qu'aux produits de dégradation. Il ne faut pas oublier ici que le milieu susceptible d'extraire l'espèce n'est pas de l'eau pure mais de l'eau potable c'est-à-dire traitée et présentant des résidus de produits de traitement.

EXERCICE 2 : MISE EN ŒUVRE

2.1 On imagine au moins une étape d'extrusion (former le tube épais de la Figure 1) suivie d'une étape de mise en forme (obtention d'un tube plus mince). L'extrusion de la préforme s'est probablement faite à la température d'extrusion préconisée par la fiche. Il reste à réfléchir sur la mise en forme (le formage) du tube. Pour cela on distingue les domaines de température suivants :

- Au-dessous de 85°C le polymère a un comportement vitreux, on ne peut pas le mettre en forme.
- Entre 85°C et 105°C le matériau a un comportement caoutchoutique mais encore difficile à déformer.
- Entre 105 et 200°C le matériau a un comportement caoutchoutique avec un faible module d'Young : il est facile à déformer mais cette déformation est partiellement réversible si on le laisse à cette température.
- Au-dessus de 200°C il y a écoulement fluide et on ne peut pas former le tube dans ces conditions pour espérer orienter les molécules.

Le formage a forcément été fait à une température supérieure à la température de transition vitreuse mais inférieure à la température d'écoulement. C'est le seul domaine de température où on peut espérer provoquer une telle orientation moléculaire. En dessous le matériau n'est pas déformable (en fait en dessous du fléchissement sous charge) au-dessus les relaxations moléculaires sont trop rapides et l'orientation n'est plus possible.

2.2 Une analyse du module complexe dite « DMA » (voir le TD sur la mise en forme des bouteilles) soumet le matériau à une très faible sollicitation sinusoïdale à différentes températures. Elle aurait mis en évidence la gamme de formage et la nature visco-élastique du comportement. *Pour information, un exemple est donné sur la Figure 2 pour une fréquence de sollicitation de 1 Hz.*

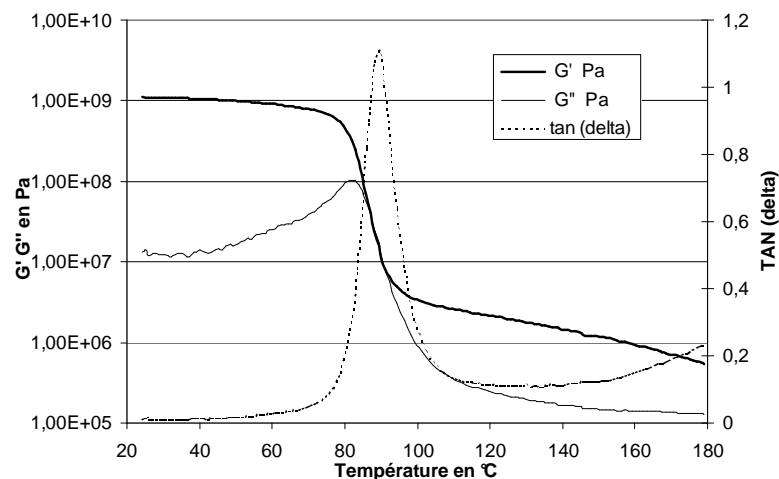


Figure 2 du corrigé : Analyse par DMA du comportement mécanique du PVC à 1 Hz en torsion

2.3 Le comportement lors du recuit à 110°C, l'analyse par DMA (si elle est effectuée) et le mode de transformation prouvent à l'évidence que ces tubes ne peuvent pas transporter de fluides chauds. *Pour information, d'après la Figure 2, dès 60 °C on peut s'attendre à pertes dimensionnelles surtout sur les temps longs. Il faudrait, pour éviter cela, réticuler le polymère si tant est que cela soit possible.*

EXERCICE 3 : DIMENSIONNEMENT

3.1 Comme pour le tube classique (Figure 1), la déformation orthoradiale a été privilégiée pour les tubes mono- et bi-orientés, ce qui est judicieux puisque la fonction recherchée est la tenue en pression. Le mécanisme de durcissement du matériau n'est évidemment pas l'écrouissage (le PVC amorphe ne contient pas de dislocation) mais l'orientation des molécules selon la direction de sollicitation.

La déformation lors du formage provoque donc vraisemblablement une orientation moléculaire du polymère qui se comporte comme un matériau dont certaines directions seraient privilégiées, *un peu à la manière d'un composite à fibres*. Il en résulte une très forte anisotropie. Les performances selon la direction orthoradiale sont augmentées. Sans bi-orientation les performances selon la direction longitudinale sont par contre dégradées surtout pour la tenue au choc. La bi-orientation équilibre les propriétés dans l'enveloppe des tubes mais organise aussi le matériau en une sorte de stratifié parallèle à cette enveloppe (cf. le faciès de rupture « feuilleté » du tube bi-orienté après l'essai d'impact de bille).

3.2 Les contraintes au seuil de plasticité et à rupture sont assez proches sur tous les tubes et n'expliquent pas la meilleure tenue des matériaux orientés par rapport au tube classique.

Par contre le matériau orienté admet, tout naturellement, des déformations à rupture beaucoup plus faibles. Si l'on revient aux grandeurs technologiques, qui conditionnent l'utilisation, à savoir la contrainte nominale (rapportée à la section initiale) dans la direction θ , on constate que l'orientation améliore de 16% la limite à rupture (donc la pression de service admissible), d'où des performances en service grandement améliorées.

La résistance au choc des tubes bi-orientés est clairement supérieure à celle du tube classique quel que soit le test envisagé. Ceci est mis en évidence par les essais Charpy. Le tube extrudé donne toujours lieu à une rupture fragile (peu d'énergie consommée). Le tube mono-orienté présente une bien meilleure résistance dans la direction orthoradiale. La résistance dans la direction longitudinale est, pour sa part, affaiblie. La bi-orientation corrige ce défaut en donnant également une bonne tenue mécanique selon la direction longitudinale.

La différence essentielle entre tous ces tubes réside, de fait, dans leurs modes d'endommagement. Ceci est clairement mis en évidence par les essais d'impact par bille. Le tube classique rompt par perforation et présente une forte déformation plastique qui consomme beaucoup d'énergie. Le tube mono-orienté (*pour information : mis en forme par déformation orthoradiale, ou gonflage seul*) rompt par propagation d'une seule fissure qui suit la circonférence du tube et dépense peu d'énergie car le volume de matière fortement déformé est très faible. *Cette fissuration consomme à peine 10 % de l'énergie nécessaire pour rompre le tube extrudé*. Les tubes bi-orientés présentent une résistance à la rupture beaucoup plus élevée (*rupture de 2 à 3 fois plus consommatrice d'énergie que le tube extrudé*). *Les tubes bi-orientés sont mis en forme par déformation orthoradiale (gonflage) et longitudinale (étirage)*. La faiblesse longitudinale *liée au gonflage* disparaît avec l'étirage sans que les performances dans la direction orthoradiale soient réellement affectées. De plus, le faciès de rupture des tubes bi-orientés laisse apparaître une structure stratifiée (faciès « feuilleté ») et une rupture par délaminage.

3.3 Si l'on ne considère que la tenue en pression des zones rectilignes, le tube mono-orienté semble le meilleur.

Par contre, l'existence de parties inclinées sur les emboîtures laisse apparaître des zones où une trop grande faiblesse dans la direction longitudinale serait néfaste. De plus la trop grande fragilité des tubes mono-orientés les rend délicats à utiliser sur un chantier.

3.4 L'endommagement que l'on peut craindre dans le tube bi-orienté soumis à de petits chocs est le délaminage : le tube s'endommage comme un « feuilleté » dans le sens de l'épaisseur.

EXERCICE 4 : CARACTERISATION MECANIQUE

4.1 Ce phénomène est la trace de la forte orientation des molécules perpendiculairement au rayon du tube.

Cette orientation est probablement plus fortement marquée dans le sens circonférentiel et suggère que lors de la mise en forme, le taux de gonflage (déformation orthoradiale) est supérieur au taux d'étirage (déformation dans le sens longitudinal). Cette interprétation peut être vérifiée à l'aide de mesures de biréfringence optique réalisées suivant les trois axes de l'espace : la biréfringence (anisotropie de l'indice de réfraction) dépend fortement de l'orientation moléculaire. Les mesures de biréfringence devront, en revanche, être effectuées sur un matériau exempt de charges (donc sur le polymère formulé).

4.2 Une conséquence est que les essais mécaniques doivent être instrumentés d'extensomètres (mesures d'allongement ou de raccourcissement) en 3D même en traction uniaxiale et que la caractérisation du polymère doit tenir compte de l'anisotropie. Ceci implique d'utiliser des modèles comportant un plus grand nombre de paramètres à identifier.

A titre d'information, cet effet est pris en compte dans les essais suivants (Figure 3 du corrigé).

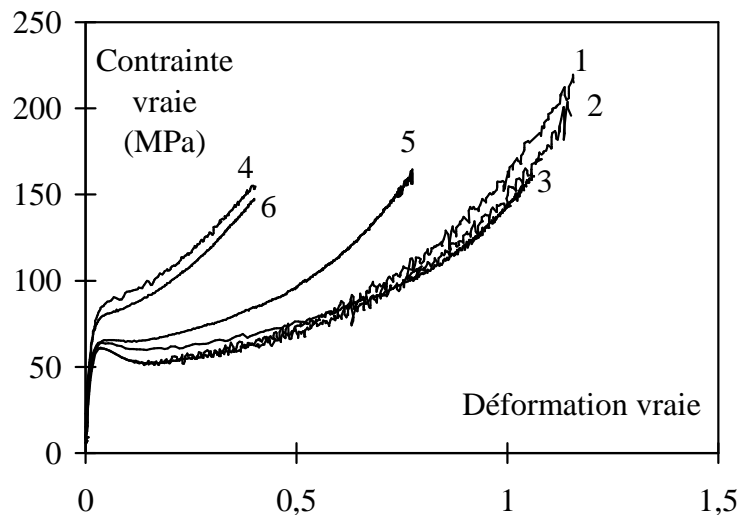


Figure 3 du corrigé : Comparaison entre un tube extrudé classique testé en traction dans la direction longitudinale (1) et dans la direction orthoradiale (2), un tube mono-orienté testé en traction dans la direction longitudinale (3) et dans la direction orthoradiale (4) et un tube bi-orienté testé en traction dans la direction longitudinale (5) et dans la direction orthoradiale (6)