

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur Et de La Recherche Scientifique



Université de Ghardaïa

N° d'ordre :

N° de série :

Faculté des Sciences et Technologies

Département des sciences et technologies

Mémoire présenté en vue de l'obtention du diplôme de

MASTER

Domaine : *Sciences et Technologies*

Filière : Génie des procédés

Spécialité : *Contrôle de qualité*

Par : BEHISSA Souad

Thème

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

Soutenu publiquement le 11/06/2017

Devant le jury :

Mohamed ARIF	MAA	Univ. Ghardaïa	Président
Rekia AMIEUR	MAA	Univ. Ghardaïa	Examineur
Farid TOUAITI	MCB	Univ. Ghardaïa	Examineur
Amel TRABELSI	MAA	Univ. Ghardaïa	Encadreur

Année universitaire 2016/2017

DEDICACE

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

A mes enfants Akram, Adam et Hamido.

A mon marie Abdrazek.

A mes sœurs et mes frères.

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

Remerciements

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

Je remercie en premier lieu, mon encadreur Madame

TRABELSI Amel,

Professeur au département de Génie des Procédés, à l'université de Ghardaïa, d'avoir accepté de diriger ce travail, pour ses encouragements et ses conseils judicieux tout le long de la réalisation de ce mémoire.

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

Je remercie également tous les travailleurs du laboratoire

ALFAPIPE.

Je remercie profondément tous les enseignants du département génie des procédés, ainsi que les étudiants de la promotion Génie chimique 2016/2017.

Résumé

Les pipelines sont constitués de tubes d'acier, soudés bout à bout, recouverts par du revêtement tri couche (époxy, adhésif, polyéthylène à haute densité) contribuant à leur protection contre la corrosion. Ils peuvent être également revêtus intérieurement pour améliorer l'écoulement du fluide transporté ou pour prévenir la corrosion interne si le gaz transporté est corrosif.

Le présent travail a pour but d'étudier le procédé de contrôle de qualité du revêtement anticorrosif du pipe dans la société ALFAPIPE de Ghardaïa. Ce procédé est composé de plusieurs essais de caractérisation de la matière première (époxy, adhésif, polyéthylène à haute densité), ainsi que des tests sur le tube d'acier revêtu.

Le revêtement externe anticorrosif est constitué de trois couches d'époxy et d'une couche mince d'adhésif, d'une couche de polyéthylène de 2.5mm d'épaisseur.

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

Ce revêtement assure des bonnes propriétés mécaniques et chimiques pour le pipe pendant leur utilisation, les essais effectués au niveau du laboratoire de ALFAPIPE montrent que la société respecte les normes et les exigences de qualité de production d'un pipe gazoduc ou oléoduc.

Mots clés : Polyéthylène haute densité ; Epoxy ; Adhésif ; Extrusion.

Abstract

Pipelines consist of steel tubes welded end-to-end, covered with three-layer coating (epoxy, adhesive, polyethylene high density) contributing to their protection against corrosion. They can also be lined internally to improve the flow of the transported fluid or to prevent internal corrosion if the transported gas is corrosive.

The present work aims to study the quality control process of anticorrosive coating of the pipe in the company ALFAPIPE of Ghardaïa. This process consists of several characterization tests of the raw material (epoxy, adhesive, polyethylene high density), as well as tests on the coated steel tube.

The anticorrosive outer coating consists of three layers of epoxy and a thin layer of adhesive, a layer of polyethylene 2.5mm thick.

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

This coating ensures good mechanical and chemical properties for the pipe during use, the tests carried out at the ALFAPIPE laboratory demonstrate that the company meets the standards and quality requirements for the production of a pipeline or pipeline.

Key words: Polyethylenehigh density; Epoxy; Adesif; Extrusion.

ملخص

الأنابيب الناقلة للغاز والبتروال تتكون من مادة الفولاذ ملتحمة ومغلفة بطبقة خارجية مكونة من ثلاث مواد (الايوكسي، مادة لاصقة ومتعدد اتلين عالي الكثافة) لضمان عدم تآكل الأنابيب بسبب الصدأ، كذلك انابيب مغلفة داخليا في حالة كانت مخصصة لنقل سوائل وغازات التي تحتوي على مكونات تسبب الصدأ . هذه المذكرة تهدف الى دراسة مراقبة جودة طبقة تغليفالخارجية للأنابيب المكونة من ثلاث مواد سابقة الذكر مضادة للصدأ للأنابيب الناقلة للغاز والبتروال في شركة ألبايب غرداية. في هذا الاطار نقوم بمراقبة المادة الأولية و مواد بعد تطبيقها كغلاف خارجي للأنابيب،النتائج المحصل عليها من طرف المخبر الخاص بالشركة تدل على أنها مطابقة لمتطلبات الجودة من طرف المستهلك والمقاييس العالمية نظرا لمميزات هذه الطبقة الخارجية التي تعطي للأنابيب الناقلة للغاز والبتروال حماية كافية ضد العوامل الخارجية وخصائص جيدة طوال مدة صلاحيتها .

الكلمات المفتاحية: متعدد اتلين عالي الكثافة،الايوكسي،مادة لاصقة.

Table des matières

<i>DEDICACE</i>	
Remerciements	
Liste des figures.....	
Liste des tableaux	
Liste des abréviations	
Introduction générale	1
Chapitre I : Généralités sur les polymères.....	2
I.1. Notions sur les polymères	2
I.1.1. Définitions.....	2
I.1.2. Classification des polymères	2
I.1.2.1. Point de vue thermomécanique	2
I.2. Le polyéthylène.....	5
I.2.1. Structure et types des polyéthylènes	5
I.2.1.1. Polyéthylène basse densité PEBD.....	6
I.2.1.2. Polyéthylène moyenne densité PEMD.....	6
I.2.1.3. Polyéthylène haute densité PEHD	6
I.2.2. Propriétés physiques et thermiques des polyéthylènes	6
I.2.3. Propriétés mécaniques des polyéthylènes	7
I.3. Polyéthylène haute densité.....	8
I.3.1. Historique.....	8
I.3.2. Procédés de polymérisation du polyéthylène à haute densité	8
I.3.3. Présentation commerciale du polyéthylène à haute densité	9
I.3.4. Méthodes de contrôle des polyéthylènes à haute densité	10
I.3.4.1. Cristallinité.....	10
I.3.4.2. Masse molaire	10
I.3.4.3. Autre contrôles	10
I.3.4.4. Conformité et normes spécifiques du polyéthylène à haute densité	11
I.3.5. Influence du polyéthylène haute densité sur l'environnement	11
I.3.6. Paramètres structuraux	11
I.3.7. Différentes propriétés du polyéthylène à haute densité	13
I.3.7.1. Propriétés mécaniques.....	13
I.3.7.2. Propriétés thermiques.....	15

I.3.7.3. Propriétés chimiques	15
I.3.7.4. Propriétés électriques	17
Chapitre II : Procédé d'extrusion	20
II.1.1.Extrudeuse monovis.....	20
II.1. 1. 2.Système de dosage de la matière première	23
II.1. 1. 3.Homogénéisation de la matière.....	23
II.1.1.4. Problèmes dus principalement à l'extrudeuse.....	24
II.1.2. Procédé d'extrusion bivis.....	25
II.1.2.1. Différents types d'extrudeuses bivis.....	25
□ Extrudeuses bivis contrarotatives:.....	25
□ Extrudeuses bivis corotatives:	26
II.1.3. Avantages et des Inconvénients de l'extrudeuse bivis.....	27
II.2. Les défauts de l'extrusion.....	27
II.2.1. Déformations de surface	28
II.2.2. Déformations de volume.....	29
II.2.3. Défaut « bouchon » ou « défaut oscillant »	29
II.2.4. Lignes de soudure	29
II.2.5. Les surépaisseurs (mauvaise répartition des vitesses)	30
Chapitre III : Corrosion du pipe	33
III.1. Notions théoriques sur la corrosion.....	33
III.1.1. Définition de la corrosion.....	33
III.1.2. Types de corrosion	33
III.2. Corrosion de l'acier	35
III.3. Revêtement du pipe.....	36
III.3.1. Caractéristiques principales du revêtement	36
III.3.2. Application du revêtement extérieur	36
Chapitre IV : Matériels et méthodes de contrôle de qualité du revêtement extérieur	38
IV.1. Contrôle de qualité du revêtement	39
IV.2. Les essais de contrôle de qualité du revêtement extérieure.....	39
IV.2.1. Essai d'immersion dans l'eau chaude selon la norme ISO 21809.....	39
IV.2.2. Essai de décollement cathodique.....	40
IV.2.3. Indice de fluidité de la matière (IF).....	43
IV.2.4. Calorimétrie différentielle (DSC).....	44
IV.2.5. Essai de traction	46
Chapitre V : Résultats des essais de contrôle de qualité du revêtement extérieur.....	49
V.1. Essai d'immersion dans l'eau chaude du revêtement extérieur.....	49
V.2. Essai de décollement cathodique du revêtement extérieur	50

V .3. Indice de fluidité de la matière(IF)	50
V.4.Calorimétrie différentielle (DSC).....	51
V.6.Essai de traction	53
Conclusion générale	56
Références bibliographiques	58
Annexes	

Liste des figures

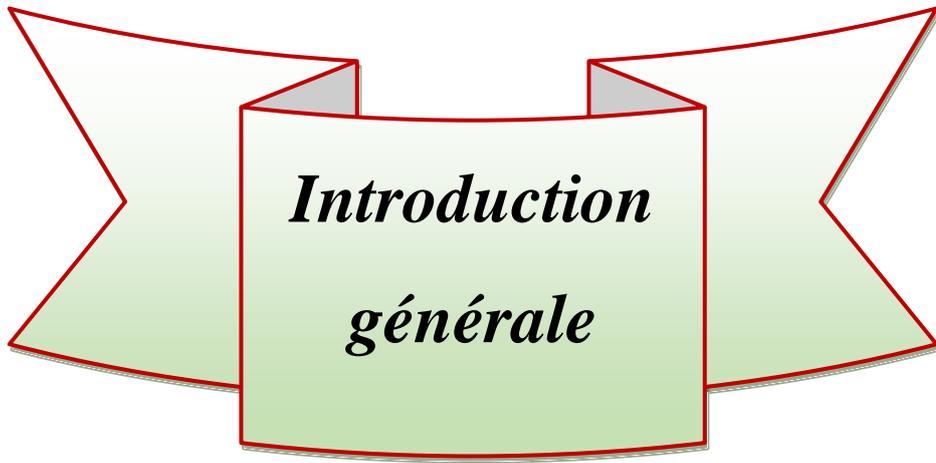
N°	Titre	page
Figure I.1	Interpénétration de structure en pelote	6
Figure II.1	Extrudeuse monovis	22
Figure II.2	Différentes zones d'une vis d'extrusion	24
Figure II.3	Extrudeuse bivis contrarotative	28
Figure II.4	Extrudeuse biviscorotative	29
Figure II.5	Apparition des défauts d'extrusion sur la courbe d'écoulement d'unpolyéthylène linéaire	30
Figure II.6	Lignes de soudure	32
Figure II.7	Répartition des épaisseurs dans un tube	33
FigureIV.1	Perçage du défaut artificielLégende	42
Figure IV.2	Cellule électrolytique	43
Figure IV.3	Appareillage d'essai d'écoulement cathodique	44
Figure IV.4	Principe de fonctionnement de la DSC	45
Figure IV.5	Calorimètre différentiel d'analyse(DSC200 F3 NETZSCH).	46
Figure IV.6	Détermination de Tf et ΔH_f par DSC pour le PE	47
Figure IV.7	Eprouvette d'essai de traction de PEHD	48
Figure V.1	Eprouvette de l'essai d'immersion dans l'eau chaude	50
Figure V.2	Courbe de balayage thermique sur la poudre époxy	53
Figure V.3	La courbe d'essai de traction	55

Liste des tableaux

N°	Titre	page
Tableau I.1	Propriétés physiques et thermiques de différents Polyéthylènes	8
Tableau I.2	les propriétés mécaniques de ces différents polyéthylènes	9
Tableau I.3	Perméabilité du polyéthylène haut densité	19
Tableau I.4	Propriétés électriques du polyéthylène haut densité	19
Tableau III.1	Différents types de corrosion	36
Tableau V.1	les résultats d'essais d'immersion dans l'eau chaude	50
Tableau V.2	les résultats d'essais DSC	51
Tableau V.3	les résultats d'essais d'indice de fluidité de la matière(IF)	52
Tableau V.4	les résultats d'essais de traction	54

Liste des abréviations

Abréviation	Signification
PEHD	Polyéthylène haute densité
PEBD	Polyéthylène basse densité
PEMD	Polyéthylène moyenne densité
PS	Polypropylène
ABS	Polystyrène
ABS+PVC	Acrylonitrile-Butadiène-Styrène
ACM	Mélange ABS + Polychlorure de vinyle
ASA	Copolymères d'un acrylate et d'un comonomèreréticulable
BR	Acrylonitrile styrène acrylate
A/MMA	Caoutchouc polybutadiène
ABR	Acrylonitrile/méthacrylate de méthyle
BMC	Copolymères de butadiène et d'un acrylate
AAS	BulkMolding Compound (Compound Polyester)
CSM	Acide acrylique - Styrène
CTA	Polyéthylène chlorosulfoné
DSC	Triacétate de Cellulose
IF	Calorimètre à balayage différentielle



***Introduction
générale***

Introduction générale

La société ALFAPIPE produit des canalisations en acier pour transporter du gaz naturel sous pression. Sa capacité de production annuelle est d'environ 250 km de longueur de pipe par an. Les pipelines enterrés sont exposés à un environnement humide et donc à un risque de corrosion dans les sols. De ce fait, une couche protectrice anticorrosive est appliquée afin de diminuer ce problème[1].

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

Le succès de la protection contre la corrosion externe dépend en grande partie de l'aptitude du revêtement à offrir tout au long de la durée de vie de la canalisation une barrière efficace à la pénétration de l'oxygène, des ions de l'eau et de la vapeur d'eau vers la surface de l'acier.

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

L'objectif de notre travail consiste à contrôler la qualité du revêtement anticorrosion du pipe avant son utilisation, pour cette raison, on a effectué plusieurs essais au niveau de la société ALFAPIPE sur les différents matériaux, constituant le revêtement, à savoir : l'époxy, l'adhésif et le polyéthylène extrudé selon les normes et les exigences des clients de Sonatrach et des autres sociétés pétrolières, ainsi que les conditions de la mise en œuvre du pipeline.

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

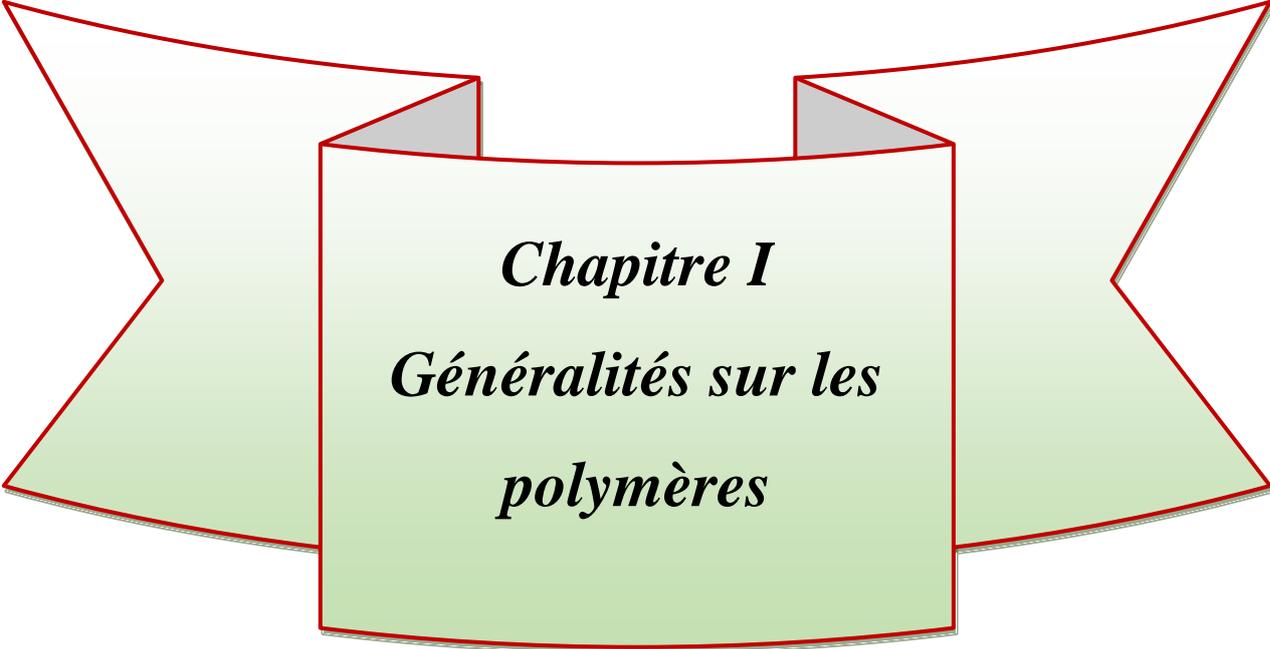
Le premier chapitre est consacré à une synthèse bibliographique, englobant des généralités sur les polymères et le polyéthylène à haute densité,

Une présentation sur le procédé d'extrusion qui a fait l'objet d'un deuxième chapitre a été exposé.

Le troisième chapitre est consacré pour l'étude de la corrosion du pipe et leur différents types

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

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



Chapitre I
Généralités sur les
polymères

Chapitre I : Généralités sur les polymères

I.1. Notions sur les polymères

I.1.1. Définitions

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

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

I.1.2. Classification des polymères

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

I.1.2.1. Point de vue thermomécanique

- **Les thermoplastiques**

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

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

- **Les thermodurcissables**

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

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

- **Les élastomères**

Les polymères de la 3ème famille, celle des élastomères, se distinguent par les faibles valeurs des forces d'attraction entre les chaînes et de leurs modules élastiques (à température ambiante) et par leur capacité élevée de déformation (quelque centaine de pour cent) [10].

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

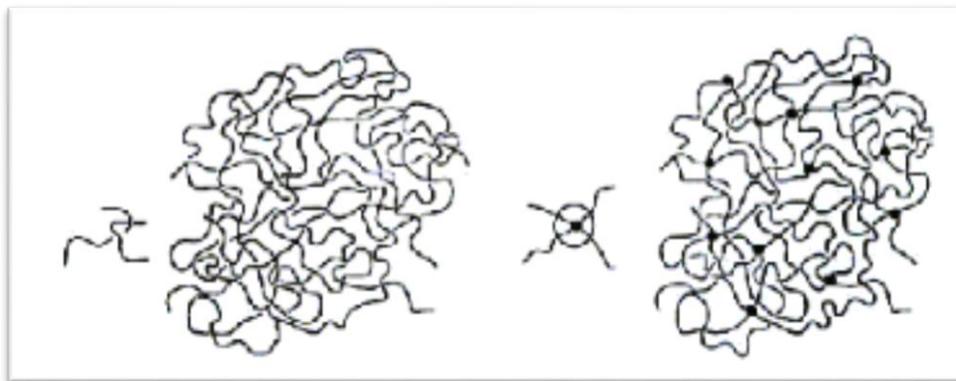
I.1.2.2. Point de vue structure physique :

- **Polymère amorphe:**

L'état amorphe des matériaux polymères est caractérisé par l'absence d'ordre à grande distance. Il n'y a pas de distance constante entre les macromolécules et aucune régularité dans l'arrangement et l'orientation, et ceci en raison de la structure et de la disposition aléatoire des chaînes individuelles.

La structure des macromolécules dans les états physiques : solide (vitreux) et liquide étant très semblable pour les matériaux amorphes. Pour une phase cristalline au contraire, un nouvel arrangement ordonné des macromolécules les unes par rapport aux autres est créé au refroidissement de la matière fondue (cristallisation).

Les macromolécules dans la conformation de type pelote statistique peuvent, selon les conditions auxquelles elles sont soumises, s'entrelacent, s'enchevêtrent, mais aussi créer des nœuds chimiques (réticulation) à certains endroits (figure 1) [12].



**Figure I.1: Interpénétration de structure en pelote (Exemple : PVC, PS,, PMMA, SAN
Exemple :NR, SBR, PUR) [12]**

▪ Polymères Semi-cristallins

Dans un polymère cristallisé, les molécules sont serrées les unes contre les autres et parfaitement ordonnées dans des lamelles cristallines. Généralement, les polymères semi-cristallins présentent une alternance de plaquettes de phase amorphe et de phase cristalline, appelée structure lamellaire. Cependant, certains matériaux polymères, tels que le polyéthylène, peuvent présenter localement une organisation macromoléculaire qui se répète sur une distance telle qu'elle rappelle la structure cristalline des solides métalliques.

A partir des études, effectuées au laboratoire sur les monocristaux de polyéthylène, la cristallisation se résulte de l'organisation en parallèle de segments de macromolécules. Elles se replient sur elles-mêmes et peuvent ainsi participer à l'édification de lamelles d'épaisseurs assez constantes (quelques dizaines de nanomètres).

Les polymères semi-cristallins sont utilisés à une température, qui se situe entre la température de transition vitreuse de leur phase amorphe et la température de fusion de leur phase cristalline. Ceci permet de profiter de la souplesse de la phase amorphe et de la rigidité de la phase cristalline[13].

I .2.Lepolyéthylène

I .2.1. Structure et types des polyéthylènes

La polymérisation de l'éthylène produit un hydrocarbure à chaîne essentiellement droite et à masse molaire élevée. Les polyéthylènes (PE) possèdent l'une des structures chimiques les plus simples de tous les polymères. Ce sont des matériaux thermoplastiques et semi cristallins, qui représentent un enchaînement de groupe (CH₂-CH₂). Ils sont obtenus par polymérisation d'éthylène gazeux. Ce dernier est polymérisé en présence d'un comonomère (butène, pentène, hexène, octène...etc).

Le polyéthylène se cristallise dans une structure orthorhombique, qui est caractérisée dès 1939 par Bunn. Les paramètres de maille avaient les valeurs suivantes : $a = 0.742$ nm, $b = 0.493$ nm, $c = 0.2534$ nm, $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$. De nombreux travaux ont permis d'affiner ces valeurs, en donnant par exemple : $a = 0.7406$ nm, $b = 0.4939$ nm, $c = 0.2547$ nm pour une densité théorique de 0.9998 g/cm³[14].

Divers procédés sont utilisables pour cette polymérisation, au nombre desquelles nous citerons : la déshydratation de l'alcool éthylique sur l'alumine, l'hydrogénation de l'acétylène et le craquage des hydrocarbures aliphatiques, se trouvant dans le naphta (pétrole brut) et les gaz naturels.La polymérisation s'effectue à haute température, vers 800°C. L'éthylène doit être soigneusement purifié, pour le débarrasser de diverses impuretés gazeuses comme : CO, CO₂, N₂, NH₃, S...qui pourraient jouer le rôle d'inhibiteurs de polymérisation, en rompant les chaînes du polymère au fur et à mesure de leur formation[14].

Les propriétés des polyéthylènes dépendent des paramètres structuraux comme la cristallinité, la masse volumique et la distribution des masses molaires et des conditions d'utilisation comme la durée des charges appliquées, la nature des contraintes de sollicitation et la température. Il existe trois types de polyéthylène, qui sont classés selon leur densité

I.2.1.1. Polyéthylène basse densité PEBD

La densité de ce type de polyéthylène est $d = 9,20-9,30 \text{ kg/m}^3$, elle est obtenue à l'échelle industrielle par polymérisation de l'éthylène à une pression $P = 150-300 \text{ MPa}$ et à une température $T = 240-280 \text{ }^\circ\text{C}$, le mécanisme est radicalaire. Contrairement au PEHD, le PEBD présente un nombre élevé des ramifications.

I.2.1.2. Polyéthylène moyenne densité PEMD

La densité dans ce cas est $d = 9,49-9,55 \text{ kg/m}^3$, elle est obtenue à l'échelle industrielle par polymérisation en solution de xylène ou benzène, cyclohexane à une pression $P = 3.5 - 4 \text{ MPa}$ et à une température $T = 130-150 \text{ }^\circ\text{C}$. Le mécanisme est cationique.

I.2.1.3. Polyéthylène haute densité PEHD

La densité de ce type est $d = 9,60-9,70 \text{ kg/m}^3$, elle est obtenue à l'échelle industrielle par polymérisation de l'éthylène à basse pression $P = 0.15- 0.5 \text{ MPa}$ et à une température $T = 70-80 \text{ }^\circ\text{C}$, le mécanisme est catalytique en présence d'un catalyseur Zigler-Natta (catalyse organométallique supportée à base de titane). Il se présente sous la forme d'une chaîne macromoléculaire linéaire régulière. Quelques irrégularités restent présentes (1% carbone) et se manifestent sous la forme de courtes ramifications.

I.2.2. Propriétés physiques et thermiques des polyéthylènes

Quelques propriétés physiques et thermiques des polyéthylènes sont présentées dans le tableau suivant :

Tableau I.1: Propriétés physiques et thermiques de différents polyéthylènes [15]

	Polyéthylène haute densité PEHD	Polyéthylène moyenne densité PEMD
Masse volumique (g/cm^3)	0.955 - 0.970	0.915 - 0.935
Transition vitreuse ($^\circ\text{C}$)	-110	-110
Température de fusion à l'équilibre thermodynamique ($^\circ\text{C}$)	128 - 135	110– 120

I.2.3. Propriétés mécaniques des polyéthylènes

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

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

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

Le taux de cristallinité dépendra donc du taux de ramification de la chaîne. Plus les ramifications seront nombreuses et longues, plus les taux de cristallinité seront faibles à cause de la réorganisation des chaînes macromoléculaires [16].

Le tableau (I.2) présente les propriétés mécaniques de ces différents polyéthylènes [17].

Tableau I.2 : Propriétés mécaniques des différents polyéthylènes [17]

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

I.3. Polyéthylène haute densité

Le polyéthylène haute densité est un polymère thermoplastique de grande diffusion. Il fait partie de la famille des polyoléfines, au même titre que les polyéthylènes basses ou moyennes densité.

Les principales qualités du polyéthylène haute densité sont : la résilience même à basse température, résistance aux produits chimiques, faible sensibilité à l'eau, imperméabilité à la vapeur d'eau, excellentes propriétés électriques, il est appliqué comme un matériau de choix dans les applications les plus variées comme l'extrusion-soufflage de corps creux, l'injection d'articles les plus divers, l'extrusion de films, tubes et câbles ...etc[18].

I.3.1. Historique

Le polyéthylène à 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 sont datées au milieu des années 1950. La première fut construite en 1955 par la société Phillips au Texas. Ensuite, Hoechst, s'est démarré la première fois selon le procédé de Ziegler en 1956.

Dans les années 1960, des améliorations furent apportées au procédé Ziegler par l'utilisation de catalyseurs super actifs, permettant de supprimer la coûteuse opération d'élimination des résidus catalytiques.

Les développements les plus récents proviennent des procédés de polymérisation en phase gazeuse : BASF construit sa première unité en 1964 ; Union Carbide a définitivement amélioré le procédé en phase gazeuse et l'a industrialisé dans les années 80 et aujourd'hui, de nombreux chercheurs et industriels utilisent cette technologie. D'autres procédés en phase gazeuse ont été développés et améliorés par la suite [19].

I.3.2. Procédés de polymérisation du polyéthylène à haute densité

- Le procédé Standard Oil (procédé Zietz), basé sur l'emploi d'un catalyseur à l'oxyde de molybdène est maintenant, à notre connaissance, totalement abandonnée.
- Le procédé Phillips est basé sur l'emploi d'un catalyseur à l'oxyde de chrome hexavalent (CrO_3) 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 le procédé particle-form, beaucoup plus économique 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 doit être suffisante ($\approx 3\text{Mpa}$) pour que le milieu reste liquide.

- 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 de type hexane. Les températures de réactions sont légèrement inférieures à 100°C et la pression est de quelques mégapascals. 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.
- 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 à moyenne densité et à 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[20].

I.3.3. Présentation commerciale du polyéthylène à haute densité

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

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

I.3.4.Méthodes de contrôle des polyéthylènes à haute densité

Les paramètres structuraux des polyéthylènes à haute densité sont mesurés par des techniques bien spécifiques au niveau du laboratoire d'ALFAPIPE [22].

I.3.4.1. Cristallinité

Le taux de cristallinité peut être mesuré par analyse thermique différentielle, diffraction des rayons X, spectroscopie infrarouge. Les contrôles journaliers porteront essentiellement sur la mesure de la masse volumique standard (MVS). L'échantillon est une pastille de polyéthylène, moulée dans des conditions rigoureuses de pression (510 N/cm²), de température de refroidissement (14°C/min). La mesure est faite à l'aide d'une balance hydrostatique selon la norme ISO 1183.

I.3.4.2. Masse molaire

Dans la pratique, la masse molaire moyenne est estimée d'après l'indice de fluidité à chaud ou MFR (Mass Flow Rate). La mesure consiste à déterminer la masse de polyéthylène fondu, qui s'écoule pendant 10 min à 190°C à travers une filière normalisée sous l'action d'un piston lesté d'une masse. L'indice de fluidité selon la norme ISO1133 est mesuré sous une charge :

- de 2.16 kg pour les résines de faible masse molaire,
- de 5 kg pour une masse molaire moyenne,
- de 21.6 kg pour les résines de masse molaire élevée.

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

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

I.3.4.3. Autre contrôles

Les contrôles de fabrication portent également sur :

- La présentation : propreté, granulométrie, coordonnées colorimétriques, brillance ;
- La teneur en additifs et la dispersion de ceux-ci ;
- Les propriétés mécaniques : caractéristiques en traction et en flexion, dureté, point de ramollissement Vicat, température de fléchissement sous charge...etc ;

- Les propriétés rhéologiques : viscosité à l'état fondu, taux de gonflement ;
- La résistance à la fissuration sous contrainte ;
- Les tests d'odeurs.

I.3.4.4. Conformité et normes spécifiques du polyéthylène à haute densité

Pour certaines applications, il est indispensable que la qualité du polyéthylène à haute densité utilisé soit conforme à certaines normes et législations.

Il est important de souligner qu'il n'existe pas d'obligation de reprise des normes de l'Organisation Internationale de Normalisation (ISO) dans la collection des normes françaises, gérées par AFNOR ; par contre, les normes établies par le Comité Européen de Normalisation (CEN) s'imposent en normalisation nationale aux comités membres qui les ont approuvées[23].

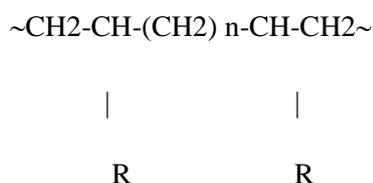
I.3.5. Influence du polyéthylène haute densité sur l'environnement

La préservation de l'environnement devient un critère déterminant vis à vis le choix des matériaux et de leurs additifs. En particulier, l'emploi de certains composés polluants, comme les métaux lourds sont interdits et leur quantité totale admissible (calcium+plomb+mercure+chromeexavalent) a été limitée de 600 à 100 parties par millions. Citons, pour l'Europe, la directive emballages 94/62/CE du 14/12/1990 et la directive cadmium 91/308/CE du 18/06/1991[24].

I.3.6. Paramètres structuraux

I.3.6.1. Structure chimique et cristallinité

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



R étant $-(CH_2)_n-CH_3$ avec $n=0, 1, 3, 5$ selon que le comonomère utilisé est du propylène, du butène, de l'hexène ou de l'octène.

Le nombre de branchement R dans le copolymère est proportionnel à la teneur en comonomère incorporé. Il faut signaler que, même en l'absence de tout comonomère, le polyéthylène haute densité homopolymère peut contenir 1 à 2 branchements courts ($-CH_3$) pour mille atomes de carbone de la chaîne principale. Ces branchements correspondent à des accidents de polymérisation [25].

Le polyéthylène haute densité est un polymère semi-cristallin. L'introduction de branchements courts dans la chaîne carbonée, favorisant l'encombrement stérique, abaisse la masse volumique du polyéthylène haute densité et sa cristallinité [26].

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

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

I.3.6.2. Masse molaire

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.

- ✓ La longueur des chaînes est généralement comprise entre 2000 et 10000 unités monomères ;
- ✓ 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.3.6.3. Distribution des masses molaires

Le polyéthylène à haute densité est constitué de macromolécules de longueurs différentes, donc de masses molaires différentes. La largeur de la distribution des masses molaires (appelée indice de polymolécularité (I_w) ou de polydispersité) peut être définie comme le rapport de la masse molaire moyenne en poids (M_w) à la masse molaire moyenne

en nombre(M_n). Le rapport des indices de fluidité FRR fournit également une indication sur l'indice I_w .

Dans la pratique, on utilise un PE-HD, ayant une distribution étroite de masses molaires pour :

- L'injection, afin que les pièces aient un minimum de distorsion et de tensions internes, préjudiciables à la résistance et à la fissuration sous contrainte ;
- Le rotomoulage ;
- L'enduction.

Au contraire, une distribution plus large de masses molaires sera appréciée pour l'extrusion-soufflage de corps creux, l'extrusion de films et de tuyaux, ainsi que pour le gainage des câbles.

En effet, quand la distribution des masses molaires est plus large :

- La mise en œuvre est plus facile ;
- Les extrudats ont des meilleurs aspects ;
- L'héritabilité à l'état fondu est améliorée, mais les tensions internes sont plus élevées[27].

I.3.7. Différentes propriétés du polyéthylène à haute densité

I.3.7.1. Propriétés mécaniques

A- Rigidité

La rigidité d'une pièce en polyéthylène haute densité est d'autant plus élevée que la cristallinité du polymère est importante, dans une moindre mesure, elle diminue quand la masse molaire augmente [13].

B- Comportement au choc

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

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

- La température est plus élevée (mais la rigidité décroît fortement avec l'augmentation de la température) ;
- La distribution des masses molaires est plus étroite (pour les pièces injectées), les tensions internes étant plus faibles.
- L'excellent comportement au choc à froid du polyéthylène haute densité est lié à sa température de transition vitreuse de l'ordre de -110°C [28].

C- Comportement au fluage

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

Le comportement au fluage peut être évalué au cours des essais mécaniques simples de traction mono axiale ou de flexion ; il est d'autant meilleur que la masse molaire est importante[29].

D- Résistance à la fissuration sous contrainte

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

La résistance à la fissuration sous contrainte du polyéthylène haute densité est relativement modérée. Elle augmente quand la masse molaire augmente et quand la cristallinité diminue [30].

E- Dureté

Le polyéthylène à haute densité a une dureté relativement faible. Sa dureté varie relativement peu d'une résine à l'autre et augmente avec la cristallinité [13].

F- Résistance à l'abrasion

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

Le coefficient de friction est le rapport entre la force de glissement et la force de maintien, exercées par deux surfaces en contact. Ce coefficient est en fait une évaluation de la difficulté avec laquelle la surface d'un matériau va glisser sur un autre matériau [31].

I.3.7.2. Propriétés thermiques

A- Température de fusion

La température de fusion (comprise entre 125 et 135 °C) et l'enthalpie de fusion du polyéthylène haute densité sont mesurées par analyse thermique différentielle. La température de fusion correspond à l'abscisse du sommet du pic de fusion, l'enthalpie est obtenue par intégration de la surface du pic.

Ces caractéristiques ainsi que le point de ramollissement Vicat sont d'autant plus élevés que le taux de cristallinité est plus élevé ; de plus, la température de fusion dépend aussi de la structure moléculaire induite par le procédé de polymérisation[32].

B- Conductivité thermique

Elle décroît à l'état solide de 0.47 W/m.K à 0.35 W/m.K à 100°C. Elle est à peu près constante à l'état fondu, de l'ordre de 0.25 W/m.K.. Elle est plus élevée pour les homopolymères que pour les copolymères.

C- Coefficient de dilatation linéique

C'est une caractéristique d'un matériau exprimant sa capacité de dilatation ou de rétraction selon une direction axiale, exprimé en K^{-1} , correspond à sa variation relative de longueur sous l'effet d'une variation de température de un kelvin (ou un degré Celsius). Il se situe entre 1.2 et $1.8 \times 10^{-4} K^{-1}$ à 23°C [13].

I.3.7.3. Propriétés chimiques

A- Résistance aux produits chimiques

Le polyéthylène à haute densité, par sa nature paraffinique non polaire, résiste bien aux acides forts non oxydants et aux bases fortes. Cette bonne résistance chimique est exploitée pour le transport des matières dangereuses dans des fûts extrudés-soufflés en polyéthylène haute densité de masse molaire élevée.

La résistance chimique augmente avec le taux de cristallinité et, dans une moindre mesure, avec la masse molaire, elle diminue fortement quand la température augmente.

En revanche, le polyéthylène haute densité se gonfle légèrement dans les solvants aliphatiques et davantage dans les solvants aromatiques, dans lesquels il se dissout partiellement à haute température. Il est attaqué par les substances très oxydantes telles que les halogènes et les acides minéraux oxydants concentrés (acides nitrique et perchlorique, oléums...etc) [33].

B- Vieillessement à la lumière

Le polyéthylène haute densité est sensible au rayonnement solaire, plus particulièrement dans le domaine ultraviolet (UV). Après une exposition prolongée, le vieillissement se traduit par une baisse de la résistance au choc et de l'allongement à la rupture ; la teinte peut être altérée. Notons que les effets du vieillissement sur les propriétés mécaniques sont moins sensibles dans le cas d'objets à parois épaisses.

Une stabilisation bien étudiée en fonction de la durée d'exposition des objets et de l'intensité du rayonnement permet, par incorporation d'agents anti-UV dans le polymère, d'obtenir une importante amélioration de sa résistance à la lumière. L'addition de noir de carbone bien dispersé est encore plus efficace et permet d'allonger la durée de vie du polyéthylène haute densité [34].

C- Comportement au feu

Le polyéthylène à haute densité s'enflamme vers une température de 340°C. Sa température d'auto-inflammation est de 350°C. La combustion s'entretient elle-même si la concentration en oxygène de l'air ambiant est supérieure à 17%.

En plus du dioxyde de carbone et de l'eau, le polyéthylène haute densité dégage, dans des conditions de combustion incomplète, de l'oxyde de carbone, des hydrocarbures aliphatiques ou aromatiques et différents produits oxygénés[13].

D- Perméabilité

Le polyéthylène à haute densité a une perméabilité relativement importante aux gaz tels que le dioxyde de carbone et l'oxygène, aux arômes et à certains liquides ; par contre, par son caractère hydrophobe, il a peu tendance à fixer l'eau et sa perméabilité à la vapeur d'eau est faible.

La grande perméabilité du polyéthylène haute densité aux vapeurs de certains produits tels que les solvants aliphatiques, aromatiques et chlorés s'explique par la solubilité de ces produits dans le polyéthylène PE. Dans le domaine de l'emballage, quand un produit

conditionné doit être protégé de l'oxydation, ou pour éviter la diffusion de certains de ses constituants et arômes, les techniques d'enduction ou de coextrusion du PEHD avec des matériaux très imperméables peuvent être envisagées. La perméabilité du polyéthylène haute densité diminue lorsque le taux de cristallinité augmente et quand la température diminue[13].

Tableau I.3 : Perméabilité du PEHD [13]

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

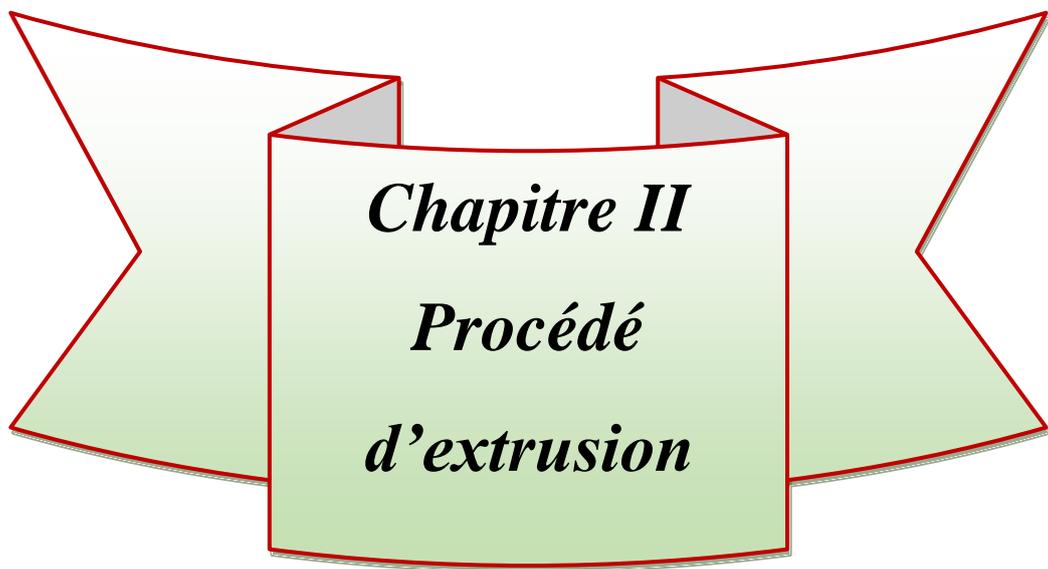
I.3.7.4. Propriétés électriques

Le polyéthylène à haute densité présente d'excellentes propriétés électriques quelles que soient sa masse molaire et sa cristallinité. Ces propriétés, rassemblées dans le tableau (I.4) ont fait un matériau de choix en isolation électrique[13].

Tableau I.4 : Propriétés électriques du polyéthylène haute densité [13]

Propriétés	Normes	Valeurs
Résistivité transversale	CEI 93 NF C 26-215	> 10 ¹⁶ ohm.cm
Résistivité superficielle	CEI 93 NF C 26-215	10 ¹⁴ ohm
Rigidité diélectrique	CEI 243 NF C 26-226	~ 150 kV/mm
Permittivité relative	CEI 250 NF C 26-230	2,3 - 2,5
Tangente de l'angle de perte à 10 ⁶ Hz	CEI 250 NF C 26-230	~ 10 ⁻⁴
Indice de résistance au courant de cheminement	CEI 112 NF C 26-220	CTI 600

Le polyéthylène à haute densité a une excellente résistance électrique et un caractère hydrophobe marqué. Il a de ce fait, tendance à accumuler des charges électriques en surface, et les pièces ainsi chargées risquent d'attirer les poussières. Une formulation adaptée, à base de composés hygroscopiques, qui migrent lentement en surface, permet de diminuer cette attraction. Pour obtenir un caractère conducteur permanent, l'incorporation de 10 à 15% de noir de carbone est indispensable, les caractéristiques mécaniques sont toutefois altérées [13].



Chapitre II

Procédé

d'extrusion

Chapitre II : Procédé d'extrusion

II.1. Notion de l'extrusion

L'extrusion est un procédé industriel thermomécanique. Il permet de transformer la matière première, comme le polyéthylène haute densité, à l'aide d'une extrudeuse. Le procédé d'extrusion est le plus important des procédés de mise en forme des polymères [35].

II.1.1. Extrudeuse monovis

Le principe de base de l'extrusion monovis est l'utilisation d'une vis sans fin, qui tourne à l'intérieur d'un fourreau cylindrique. L'extrusion est un procédé continu, utilisée pour fabriquer des produits finis ou des semi-produits de section constante (films, plaques, tubes, profilés...) par passage au travers d'un outillage, appelé filière. Dans ce cas, les fonctions principales du procédé sont d'assurer la fusion du polymère solide, puis la mise en pression et le mélange du polymère fondu, afin d'alimenter dans de bonnes conditions la filière, qui donnera sa forme au produit fabriqué. L'extrusion est aussi utilisée, en dehors de la mise en forme, pour des étapes de granulation, de compoundage ou de polymérisation [36].

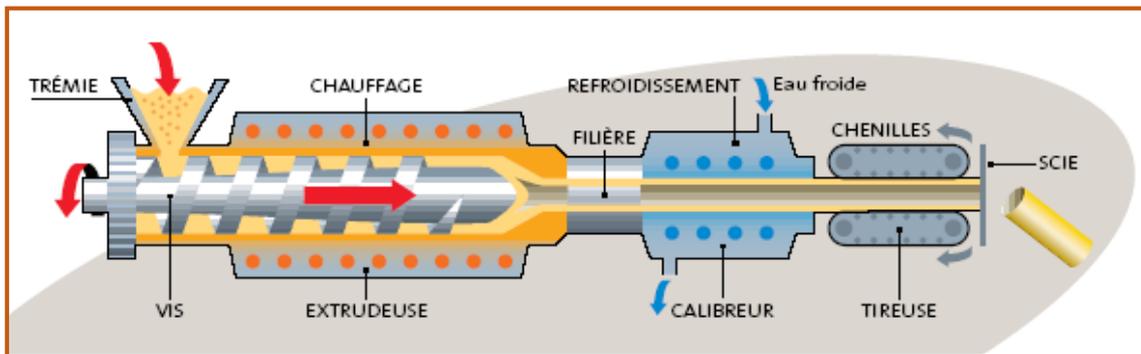


Figure II .1 : Extrudeuse monovis[36]

La principale fonction de l'extrudeuse est de convoier le polymère, de le fondre et de le mettre en pression, pour qu'il puisse franchir la filière placée à son extrémité. D'un point de vue industriel, on cherche à obtenir à la sortie de la machine un débit régulier, avec un matériau homogène, à la température contrôlée, et des conditions de production satisfaisantes (débit maximal, consommation énergétique limitée). Pour cela, la compréhension des mécanismes mis en jeu, ainsi que leur modélisation sont un point capital [37].

D'après les observations qui ont été faites sur l'état du polymère dans la machine, on peut distinguer trois zones phénoménologiques :

- La zone de convoyage solide, dans laquelle le polymère est entièrement solide ;
- La zone de fusion, dans laquelle coexiste du polymère encore solide et du polymère déjà fondu ;
- La zone de pompage, dans laquelle le polymère est totalement fondu.

L'énergie nécessaire à la fusion et à la mise en pression du polymère est issue de deux sources principales :

- L'énergie mécanique, fournie par la rotation de la vis, qui engendre des déformations au sein d'un milieu très visqueux ;
- L'énergie thermique, fournie par la régulation du fourreau.

II.1. 1. 1.Géométrie du système vis/fourreau

La géométrie de la vis est définie pour permettre au procédé de travailler dans des conditions optimales en fonction du polymère utilisé. Le diamètre du corps de la vis augmente généralement de l'arrière à l'avant de la machine, soit sur toute la longueur, soit sur l'arrière à l'avant de la machine, soit sur toute la longueur, soit sur une partie seulement de la longueur. Dans ce dernier cas, qui est le plus courant, on peut distinguer trois zones géométriques :

- La zone d'alimentation, où la profondeur du chenal est constante ;
- La zone de compression, où la profondeur du chenal diminue progressivement ;
- La zone de pompage, où la profondeur du chenal est à nouveau constante, mais plus faible qu'en alimentation. On trouve parfois dans cette zone de pompage des éléments de mélange.

Les zones géométriques essentielles de l'extrudeuse monovis sont indiquées sur la figure(II.2) [38].

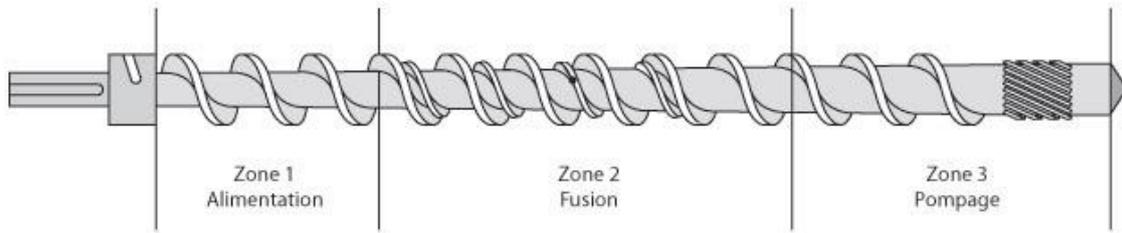


Figure II. 2: Différentes zones d'une vis d'extrusion [38]

✓ **Zone d'alimentation**

La matière première afflue de la trémie vers la zone d'alimentation de la vis. La rotation de la vis fait avancer la matière première vers la zone de compression. Pour que la matière avance, il est important que celle-ci ne tourne pas avec la vis. L'état de surface de la vis et du cylindre qui l'entoure a été étudié afin que la matière soit retenue par le cylindre et glisse le plus possible sur la vis. Les frottements de la matière contre la paroi du cylindre vont provoquer un échauffement. Par conséquent, la pression de la matière augmente et la fait avancer plus rapidement.

De ce fait, pour avoir un déplacement optimal de la matière, il faut que le coefficient de frottement sur le cylindre soit maximal et que celui-ci sur la vis soit minimal.

✓ **Zone de compression**

Cette partie de la vis suit la zone d'alimentation. Elle est aussi appelée zone de fusion. C'est ici que toute la matière première atteint sa température de transition vitreuse. On peut observer que, dans cette zone, le filetage de la vis change progressivement de profondeur. Sa géométrie a été conçue afin qu'en diminuant l'espace entre la vis et le cylindre qui l'entoure, la matière doit se répartir dans le volume disponible. Ce changement de profondeur s'avère nécessaire pour assurer une augmentation de la pression, vu qu'en changeant d'état, la matière occupe un volume plus réduit.

✓ **Zone de pompage:**

C'est la dernière zone de la vis. Elle a pour but de mélanger de façon homogène la matière première résultant de la zone de compression, mais c'est aussi la partie qui va permettre de régler avec exactitude la pression de la matière pour l'extrusion. Pour cette raison, la géométrie de la vis est caractérisée par un filetage peu profond et constant afin de permettre une bonne répartition de la chaleur tout en ramenant une pression adéquate.

L'efficacité de la zone de pompage a été améliorée par la suite, par des vis avec des reliefs particuliers [37].

II.1. 1. 2. Système de dosage de la matière première

La matière première est amenée dans un compartiment située au-dessus de l'extrudeuse, qui est nommé la trémie. La trémie va contrôler le passage du matériel dans l'extrudeuse tout en dosant simultanément la quantité de matière. Elle fonctionne par un système de dosage soit volumétrique, soit pondéral.

Le premier système utilise une vis de dosage, dont le débit par tour est connu, tandis que le deuxième prend une mesure du poids à des intervalles réguliers. Parfois, la production nécessite un dosage de plusieurs composants pour le mélange de matière. Chaque composant a sa propre trémie qui en détermine la quantité. Les différents composants sont par la suite déposés dans une zone qui peut être une chambre de mélange, qui permet d'obtenir une bonne répartition des divers composants avant que le matériau ne soit avalé par la vis d'extrusion.

A cause de la géométrie de la trémie et de la forme de la matière première, qui est souvent sous forme de poudre ou de granulés, des blocs de matière peuvent se former, ce qui peut empêcher le flux vers la vis d'extrusion. Des solutions ont été développées pour faire face à ces problèmes. On utilise notamment des trémies qui sont équipées avec des systèmes de vibration, pour éviter la formation de blocs. Des trémies existent aussi, qui sont munies d'une vis de Crammer qui pousse la matière en tournant. La figure (II.2) illustre une trémie munie d'une vis de Crammer [37].

II.1. 1. 3. Homogénéisation de la matière

Le mélange de la matière peut être défini de manière générale comme le moyen de diminuer la non-uniformité de l'extrudât. Le principe de base du mélangeage est de produire des déplacements physiques aléatoires des ingrédients. Dans le cas général, ces types de déplacement peuvent être de trois origines :

- La diffusion moléculaire ;
- Le mélange de type turbulent ;
- La diffusion convective.

Les deux premiers s'appliquent plutôt aux gaz et aux liquides de faible viscosité, ce qui n'est pas le cas des polymères fondus. Le troisième est celui qui concerne les liquides à viscosité élevée. Le mélange convectif, dans le cas d'écoulement laminaire, va être appelé dans la suite mélange distributif.

Dans le cas de l'extrusion, il se peut que l'on introduise aussi des composants de matériaux différents de la matière principale. Ces composants sont en général des charges (talc ou carbonate de calcium), des colorants ou des agents chimiques (pour faire des mousses par exemple). Ces matériaux resteraient agglomérés si aucune action mécanique de type cisaillement n'était effectuée. Dans le cas de pigments colorants, on pourrait donc se retrouver avec des points colorés répartis de manière uniforme (bon mélange distributif), mais séparés par de vastes parties de matrice non colorée. Le type de mélange nécessaire, associant des actions mécaniques de cisaillement sur les agrégats avec une distribution des particules, est appelé mélange dispersif. Il permet de réduire la taille des grains d'inhomogénéités [38].

II.1.1.4. Problèmes dus principalement à l'extrudeuse

1. Produit trop chaud

La température du produit est jugée trop importante quand :

- Le produit fume ou se décompose ;
- Le produit se déforme après réception (viscosité trop faible ne permettant plus son maintien) ;
- Le produit ne possède plus de bonnes caractéristiques mécaniques.

2. Produit trop froid

Le produit est mat, froid, ne se tire pas, ne sort pas complètement de la filière. Les remèdes sont les suivants.

- Augmenter la température sur le corps de l'extrudeuse, particulièrement sur la partie finale du fourreau, cet apport de chaleur par conduction ne peut marcher que pour des vitesses de rotation faibles (en dessous de 10 m/min).
- Si la machine n'atteint pas les températures affichées sur les régulateurs :
 - vérifier les éléments chauffants et les thermocouples ;
 - Augmenter la contre-pression (utilisation de tamis plus serrés, de têtes plus petites) afin d'augmenter le travail mécanique dans l'extrudeuse ;
 - Si une vis barrière est utilisée, diminuer le jeu barrière afin d'augmenter le cisaillement au passage de celui-ci.
- Essayer plusieurs vitesses de rotation afin de voir si le problème n'est pas lié à un manque d'apport de chaleur sous forme de dissipation visqueuse ; dans ce cas, des vitesses de rotation plus élevées vont augmenter le cisaillement, donc le travail de la matière et sa température.

- Pour augmenter le cisaillement de la matière, on peut diminuer la profondeur du chenal de la vis, ce qui donne un taux de cisaillement plus élevé et donc une température plus importante.

3. Problèmes de débit

- Variation du débit et de la température de la zone d'alimentation.
- Variation régulière du débit et de la pression en bout de Vis.
- Variation de débit liée à une variation irrégulière de la hauteur de granulés dans la trémie.

4. Autres défauts

- Couleurs différentes dans l'extrudât.
- Apparition de bulles, pour éviter ce problème on doit vérifier l'humidité des granulés introduits dans la trémie, les sécher éventuellement avant extrusion (il faut noter que cette étape d'étuvage est indispensable pour certains polymères, comme les polyamides ou les polyesters) ;
- Faibles caractéristiques mécaniques du matériau extrudé et des valeurs trop faibles d'allongement à la rupture et de module d'élasticité [39].

II.1.2. Procédé d'extrusion bivis

Le procédé d'extrusion consiste à fabriquer en continu des produits finis ou des semi-produits, ou à transformer des matériaux, au sein d'un système vis/fourreau.

On parle d'extrusion monovis lorsqu'il existe une vis unique, tournant au sein d'un fourreau cylindrique et d'extrusion bivis lorsque l'on a affaire à deux vis, généralement parallèles, tournant à l'intérieur d'un fourreau dont la section a la forme d'un huit [40]. Alors que les machines contrarotatives, issues des mélangeurs internes pour l'industrie du caoutchouc ou le pétrissage de la pâte, sont apparues vers les années 1880, les extrudeuses corotatives sont nées vers 1935 en Italie. On utilise l'extrusion bivis en particulier pour la transformation du PVC rigide [39].

II.1.2.1. Différents types d'extrudeuses bivis

On a deux types : extrudeuses corotatives et extrudeuses contrarotatives.

❖ Extrudeuses bivis contrarotatives:

Les extrudeuses contrarotatives sont utilisées principalement pour l'extrusion du PVC rigide et la fabrication de tubes et de profilés. Ce type d'extrudeuse est caractérisée par deux

vis d'extrusion, qui ont un sens de rotation opposé l'une par rapport à l'autre. On peut en observer la géométrie à la figure (II.3). Il est courant d'utiliser des extrudeuses bavis contrarotatives à filets interpénétrés. Grâce à l'interpénétration des filets, la matière est convoyée dans deux chambres fermées et délimitées par l'espace entre chaque vis et le fourreau. Les spécificités caractérisant les extrudeuses bavis sont :

- L'avancement de la matière dans ce type d'extrudeuse est dicté par la valeur du pas du filet par tour de vis. Ainsi, contrairement à l'extrudeuse monovis, ce système fournit un débit constant, indépendamment du coefficient de frottement de la matière première sur le fourreau et sur la vis.
- Le système permet un chauffage et un mixage homogène de la matière. En effet, la température du système est gérée par des éléments électriques chauffants tandis que le système de refroidissement est géré par des liquides, qui circulent et qui récupèrent l'énergie thermique [40].

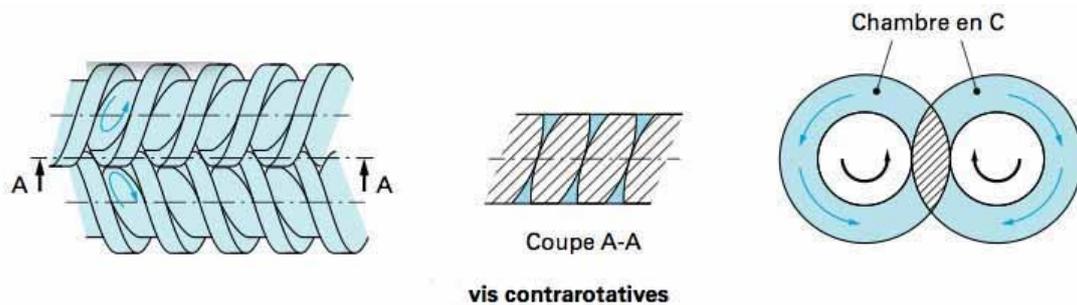


Figure II.3 : Extrudeuse bavis contrarotative [40]

❖ **Extrudeuses bavis corotatives:**

Ce type d'extrudeuse est caractérisé par deux vis d'extrusion, qui ont le même sens de rotation. Contrairement à la bavis contrarotative, la matière n'est pas délimitée en deux chambres. La matière peut circuler facilement en suivant une trajectoire hélicoïdale. Cette extrudeuse est donc principalement utilisée dans le cas d'un mélange. Un exemple de mélange est l'ajout de noir de carbone qui ajoute une protection UV à la paroi du tube extrudé.

Le fourreau d'une extrudeuse bavis corotative, qui comporte deux alésages cylindriques lisses sécants en forme de huit, sert d'enceinte à la matière sous pression. Il peut être chauffé de l'extérieur par des résistances et refroidi grâce à des trous de circulation de fluide et

transmet sa température au produit extrudé. À l'intérieur du fourreau tournent dans le même sens deux vis de géométrie identique, qui engrènent l'une dans l'autre et dont le diamètre extérieur est identique, au jeu près, à celui des alésages du fourreau [41].

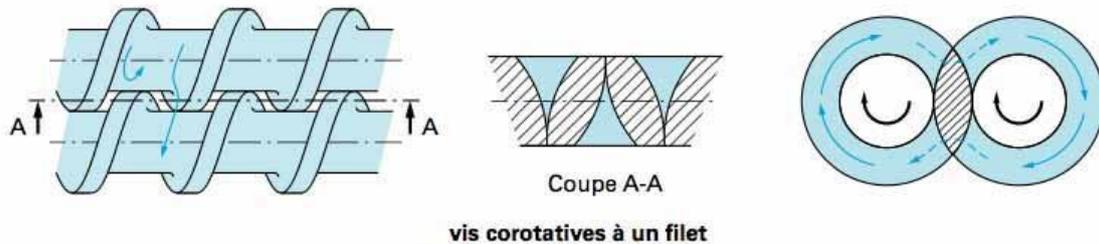


Figure II.4 : Extrudeuse biviscorotative[41]

II.1.3. Avantages et inconvénients de l'extrudeuse bivis

II.1.3.1. Avantages de l'extrudeuse bivis:

- Meilleure homogénéité dans la fusion de la matière,
- Meilleure homogénéité du mélange de la matière,
- L'utilisation peut se faire par remplissage partiel de l'extrudeuse.

II.1.3.2. Inconvénients de l'extrudeuse bivis:

- Prix plus élevé.
- La pression à la tête d'extrusion est plus faible, car elle est limitée par l'espace entre les Filets[42].

II.2. Les défauts de l'extrusion

Les défauts d'extrusion sont des déformations d'extrudât, souvent observées pendant l'extrusion à grande vitesse des matériaux thermoplastiques. Diverses formes de déformations d'extrudât peuvent être identifiées. Typiquement une distinction est faite entre les déformations localisées sur la surface et les déformations concernant le volume entier de l'extrudât.

Les défauts du premier type sont communément désignés « peau de requin » et ceux du deuxième type sous le vocable « rupture d'extrudât ». Les combinaisons des déformations de surface et de volume se produisent également et sont connues sous le nom de défaut « bouchon » ou « défaut oscillant » (en anglais : « spurt » ou « stick-slip melt fracture »). Cependant, dans la pratique industrielle, les déformations de surface sont perçues comme le problème le plus important parce qu'elles apparaissent en premier et qu'elles limitent le débit de l'extrusion. L'objet extrudé (film, feuille, tube, câble ou corps creux) n'est plus conforme aux standards de qualité. Des mesures correctives permettent de différer l'apparition des déformations d'extrudât à des débits d'extrusion plus élevés : diverses solutions sont disponibles mais elles ne sont intéressantes que si elles demeurent économiquement acceptables[43].

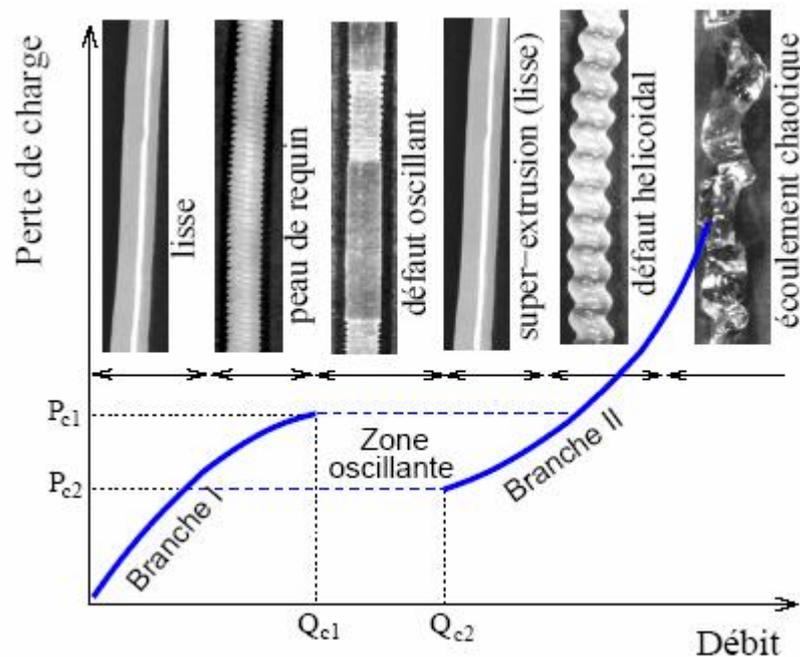


Figure II .5. Défauts de l'extrusion sur la courbe d'écoulement d'un polyéthylène linéaire [43]

II.2.1. Déformations de surface

La plupart des recherches sur les défauts d'extrusion se concentrent sur l'écoulement dans des filières capillaires ou dans des filières plates. On observe des déformations de surface sous forme d'ondulations à haute fréquence et de petite amplitude superposée à un noyau d'extrudât uniforme.

Les fissures peuvent être significatives et ressemblent à une couche de peau étirée, qui périodiquement « ramenée en arrière » ou tourne en spirale autour du noyau uniforme. Les déformations à haute fréquence de petite amplitude sont souvent connues sous le nom de « peau de requin » [44].

II.2.2. Déformations de volume

Les déformations de volume diffèrent des déformations de surface principalement parce qu'elles se produisent dans tout l'extrudât. Elles peuvent avoir un aspect onduleux de forme hélicoïdale (figure II.5). La spirale peut être extrêmement régulière, et présente une périodicité reproductible et elle a souvent une surfacelisse [44].

II.2.3. Défaut « bouchon » ou « défaut oscillant »

En fait, le défaut bouchon est un état dynamique pendant l'extrusion des polymères fondus avec alternance des déformations de surface et de volume.

- Déformations de surface et de volume.
- Leur discrimination peut devenir difficile.

On peut par exemple confondre un défaut de « peau de requin » très marqué avec un défaut volumique de type hélicoïdal. L'aspect des défauts d'extrusion est fortement lié aux débits d'extrusion à la température du polymère fondu, à la géométrie de la filière et au type de polymère utilisé. Parfois, en particulier avec du polyéthylène linéaire, avec l'augmentation de la vitesse d'écoulement les déformations de surface apparaissent d'abord, suivies du défaut oscillant puis des déformations de volume. Dans d'autres cas, typiquement pour le polyéthylène ramifié (PEBD), le polypropylène (PP) et le polystyrène (PS), on observe d'abord des déformations de volume, parfois en combinaison avec des déformations de surface [45].

II.2.4. Lignes de soudure

La ligne de soudure est générée lors de la rencontre de deux fronts d'écoulement de matière fondue et la relaxation n'est pas suffisante. C'est également à cet endroit que s'accumulent toutes les impuretés. Ce défaut affaiblit considérablement les performances mécaniques du produit fini (pression exercée sur les tubes).

Les filières hélicoïdales sont généralement utilisées afin d'éviter la formation des lignes de soudure normale à la surface (figure II.6). Ainsi, on obtient des lignes de soudure réparties sur la circonférence de manière à supporter les pressions normales à la surface du tube [46].

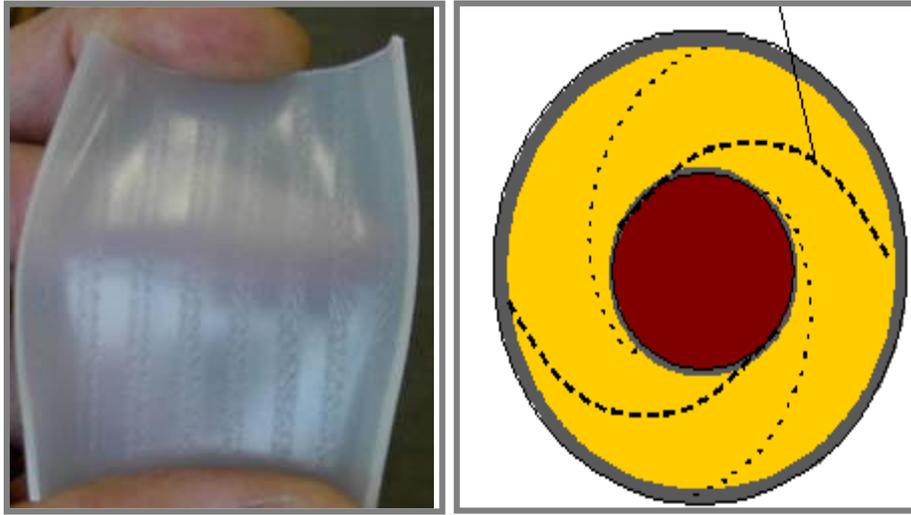


Figure II. 6. Lignes de soudure [46]

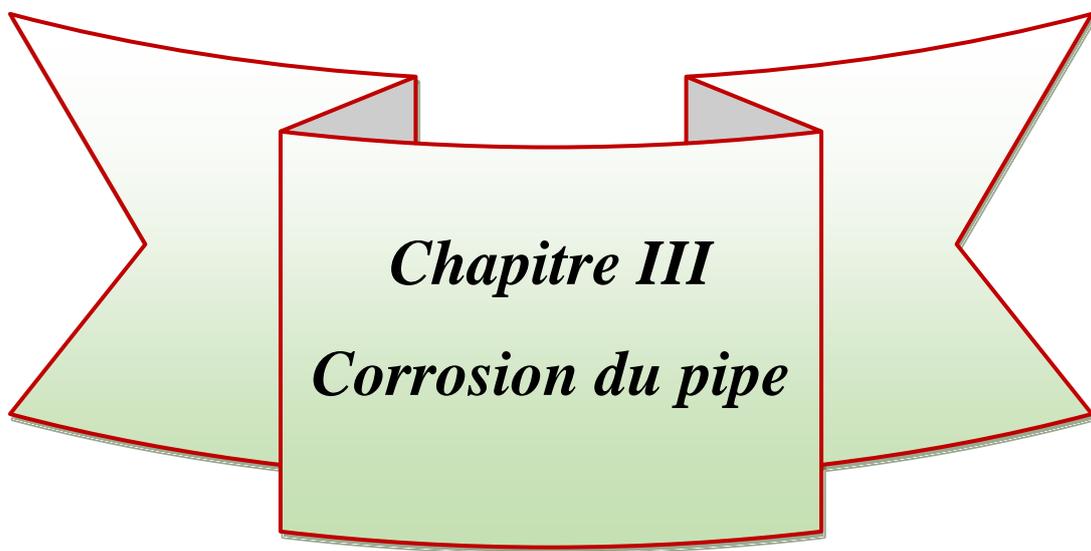
II.2.5. Les surépaisseurs (mauvaise répartition des vitesses)

Le rôle principal que doit assurer une filière d'extrusion est de fournir à la sortie de l'outillage un produit, parfaitement uniforme du point de vue de la répartition des vitesses et des températures. L'écoulement dans une filière est donc un problème de distribution et la conception géométrique de ces outillages doit permettre de réaliser cette distribution au mieux, pour des conditions de débit le plus élevé possible. Le phénomène de la mauvaise distribution des vitesses se traduit souvent par une vitesse plus importante dans une partie et moins dans l'autre, considérant la vitesse d'étirage, ce phénomène engendre la présence à la sortie des surépaisseurs, une surconsommation de matière préjudiciable d'un point de vue économique.

Ce défaut de mauvaise répartition des vitesses est dû à la mauvaise conception du canal de répartition, provoquant ainsi pour des filières plates ou de tubes, des épaisseurs nonhomogènes suivant toute la largeur ou le périmètre de la filière(figure II.7). Pour des filières de câblerie cela se traduit par l'obtention d'une couche d'isolant non uniforme[47].



Figure II .7. Répartition des épaisseurs dans un tube [47]



Chapitre III
Corrosion du pipe

Chapitre III : Corrosion du pipe

III.1. Notions théoriques sur la corrosion

III.1.1. Définition de la corrosion

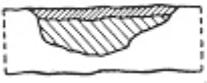
La corrosion est définie comme étant l'interaction physico-chimique entre un métal et son milieu environnant, entraînant des modifications dans les propriétés du métal et souvent une dégradation fonctionnelle du métal lui-même.

Une autre définition, considère que ce phénomène n'est autre que le retour des métaux et alliages à leurs états naturels de minerais. Dans tous les cas, quelle que soit la définition adoptée, la corrosion est une dégradation. Selon le milieu, la corrosion est dite sèche quand elle apparaît dans les environnements gazeux et humide, lorsqu'elle a lieu dans les électrolytes liquides [48].

III.1.2. Types de corrosion

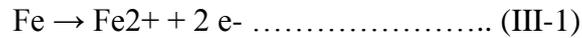
La corrosion peut affecter le métal par une multitude de moyens, qui dépendent de sa nature et des conditions environnementales. Il existe une large classification des diverses formes de corrosion dans lesquelles cinq types principaux ont été identifiés (tableau III.1) [48].

Tableau (III.1) : Différents types de corrosion[48]

Types	Caractéristiques	Exemples
 1. uniforme	Attaque de toute la surface du métal. C'est la forme la plus courante.	Oxydation; dissolution active dans l'acide; oxydation et passivité anodiques; polissage chimique et électrochimique; Corrosion atmosphérique.
 2. localisée	Certains secteurs de la surface du métal se corrodent à des taux plus élevés que d'autres dus à l'hétérogénéité de surface dans le métal, l'environnement ou dans la géométrie de la structure dans l'ensemble.	Corrosion par crevasse; corrosion bimétallique ; Corrosion intergranulaire.
 3.corrosion par piquûres	Attaque fortement localisée aux secteurs spécifiques ayant pour résultat des petits puits qui pénètrent dans le métal et peuvent mener à la perforation	Corrosion par Piquûre des métaux passifs tels que les aciers inoxydables, alliages d'aluminium, etc., en présence des ions spécifiques, par exemple ions Cl ⁻ .
 4.dissolution sélective	Un composant d'un alliage (habituellement les plus actifs) est sélectivement enlevé d'un alliage	Dézincification des laitons (Cu-Zn)
5. Corrosion sous contrainte	Attaque ou rupture localisée due à l'effet d'un facteur mécanique et d'une corrosion. Action conjointe de la corrosion et d'un facteur mécanique	Corrosion- Érosion, corrosion sous tension, corrosion par fatigue

III.2. Corrosion de l'acier

La corrosion électrochimique de l'acier peut être décrite de manière simplifiée, l'acier se dissout selon la réaction suivante :



Quand le fer se corrode, la vitesse est généralement contrôlée par la réaction cathodique, qui en principe est beaucoup plus lente (contrôle cathodique).

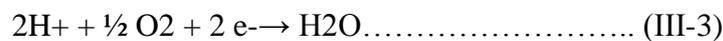
En solution désaérée, la réaction cathodique est la suivante :



Cette réaction est assez rapide dans les acides, mais elle est lente dans les milieux aqueux, neutres ou basiques.

La réaction cathodique peut être accélérée par l'oxygène dissous suivant la réaction suivante:

(Processus appelé dépolariation)



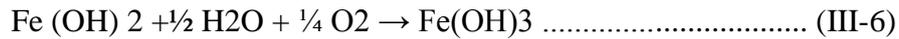
En ajoutant les équations (III-1) et (III-3) qui font intervenir la réaction:



On obtient l'équation suivante :



L'hydroxyde ferreux, $\text{Fe}(\text{OH})_2$ compose la barrière de diffusion à l'interface métal solution à travers la quelle l' O_2 doit se diffuser. Le pH de $\text{Fe}(\text{OH})_2$ saturé est d'environ 9.5. La couleur de $\text{Fe}(\text{OH})_2$ bien que blanche quand il est pur, et normalement verte ou noir-vert à cause d'un début d'oxydation à l'air. La surface extérieure du film d'oxyde exposée à l'oxygène dissous, se transforme d'hydroxyde ferreux en hydroxyde ferrique hydraté ou en hydroxyde ferrique :



L'hydroxyde ferrique hydraté de couleur orange à brun-rouge compose la plus grande partie de la rouille ordinaire. Le $\text{Fe}(\text{OH})_3$ saturé a un pH presque neutre[48].

III.3. Revêtement du pipe

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

- 1ère couche époxy poudre (FBE)
- 2ème couche : adhésif copolymère
- 3ème couche : polyéthylène extrudé (PEHD) par le passage d'une extrudeuse monovis.

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

- Faible résistivité des sols.
- Variation des niveaux des nappes aquifères.
- Pollution des sols (acidité, nitrates) [49].

III.3.1. Caractéristiques principales du revêtement

- Très grande inertie chimique.
- Alliance des performances de l'époxy aux qualités du polyéthylène.
- Excellente adhérence du revêtement sur le corps en acier (préparation de surface par grenailage - SA 2.5)
- Haute rigidité diélectrique.
 - Très grande stabilité dans le temps[50].

III.3.2. Application du revêtement extérieur

Le revêtement polyéthylène extrudé tri couche est conforme à la norme Européenne NF EN ISO 21809-1 Juin 2012. Le revêtement est constitué de deux couches d'accrochage et d'une couche de polyéthylène extrudé, appliquées sur l'acier après préparation de surface au degré de soin SA 2.5 (Norme ISO 8501.1 : 2007) et obtention d'une rugosité de 50 à 100 μm .

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

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

- La troisième couche est constituée par le revêtement polyéthylène à haute densité extrudé appliqué sur le tube préalablement enduit des couches 1 et 2 de façon à ce que le revêtement soit homogène et compact[51]

- **Epoxy**

Le revêtement en époxy est constitué de deux composantes: une résine et un durcisseur. La résine est généralement de couleur vert, alors que le durcisseur est de couleur plus foncé. Ce type de revêtement est reconnu pour sa durabilité, sa solidité et sa résistance aux produits chimiques. Les résines époxy sont des oligomères réactifs dont le motif de base est un cycle oxirane[52]

Le polymère époxy diglycidyl éther de bisphénol A (DGEBA) est largement répandu. La DGEBA est obtenue par condensation du bisphénol A (C₁₅H₁₆O₂) en milieu alcalin avec l'épichlorohydrine (C₃H₅ClO)[53]

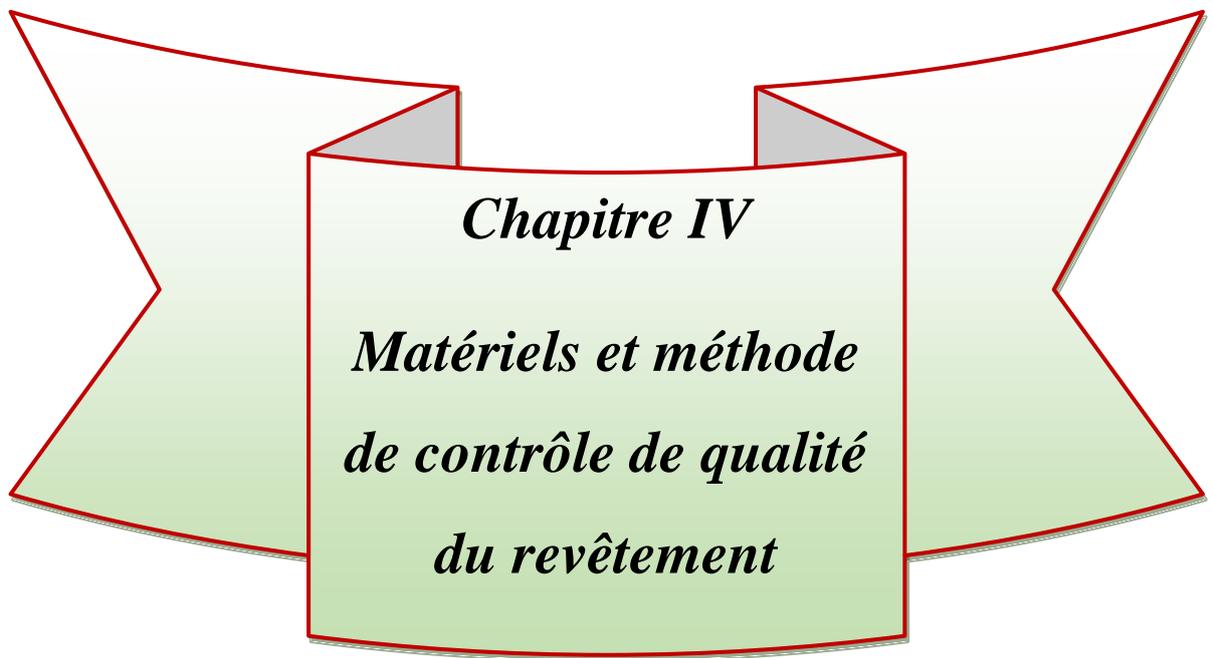
- **Adhésif**

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

- **Polyéthylène haute densité**

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

Les principales qualités du polyéthylène à haute densité : résilience même à basse température, résistance aux produits chimiques, faible sensibilité à l'eau, imperméabilité à la vapeur d'eau, excellentes propriétés électriques[53]



Chapitre IV

***Matériels et méthode
de contrôle de qualité
du revêtement***

Chapitre IV : Matériels et méthode de contrôle de qualité durevêtementextérieur

IV.1. Contrôle de qualité du revêtement

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

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

A la suite du contrôle, le contrôleur qualité va rédiger un rapport sur le déroulement du contrôle et les mesures à prendre pour améliorer la production et réduire les cas de non-conformité [54].

IV.2. Les essais de contrôle de qualité du revêtement extérieure

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

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

Le matériel utilisé est constitué par:

- Un four ou un bain chauffant, dont la température peut être contrôlée à $80\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$.
- De la verrerie, de taille appropriée pour recevoir les échantillons, avec un couvercle en verre/plastique pour minimiser l'évaporation.
- Un couteau.
- Eprouvettes[54].

Déroulement de l'essai :

- Les échantillons doivent être découpés à froid sous forme d'éléments de 150 mm x 100 mm, avec le petit côté dans la direction perpendiculaire à l'axe du tube.
- Les surfaces exposées doivent être préparées par polissage humide avec un papier abrasif de 120.
- Trois échantillons doivent être préparés à partir de l'échantillon de tube, pour chaque essai.

- Les éprouvettes doivent être placées dans un récipient en verre, remplie d'eau distillée préalablement chauffée à 80°C.
- S'assurer que les éprouvettes sont recouvertes par une hauteur d'au moins 50 mm d'eau.
- Maintenir l'eau et les éprouvettes à 80 °C pendant 48 heures.
- Après la période de conditionnement, les échantillons doivent être retirés du bain, séchés au moyen de papier ou d'un linge.
- Les échantillons doivent être examinés après avoir été refroidis à la température ambiante.
- Les échantillons doivent être soumis à un examen visuel pour évaluer la perte d'adhérence à l'interface revêtement/substrat sur les quatre faces. Ne pas tenir compte de tout décollement de revêtement de 5 mm sur chaque face au niveau des coins de l'échantillon[54].

IV.2.2. Essai de décollement cathodique

L'essai consiste à évaluer la résistance au décollement d'un revêtement endommagé, exposé à une polarisation cathodique. L'essai doit être réalisé sur spécimen d'essai prélevé dans les éléments revêtus préalablement soumis à une détection des porosités, dans lequel un défaut artificiel d'une taille définie a été percé. L'essai peut être réalisé sur l'élément revêtu sans découper les spécimens d'essai.

L'équipement de l'essai doit consister en:

- Une source électrique en courant continu, redressé, avec une sortie à tension contrôlée ;
- Une plaque chauffante, avec un récipient en acier, contenant du sable ou de la grenaille d'acier dont la température est maintenue à 3°C ou un four dont la température est maintenue à 3 °C;
- Une électrode de référence au calomel ;
- Un fil électrode, en platine, de 0,8 mm à 1 mm ;
- Un cylindre en plastique, de diamètre intérieur 75 mm \pm 3 mm ;
- Une solution de chlorure de sodium à 3 % dans l'eau distillée ;
- Un couteau ;
- Un foret, de 6 mm (voir figure IV.1)[54].

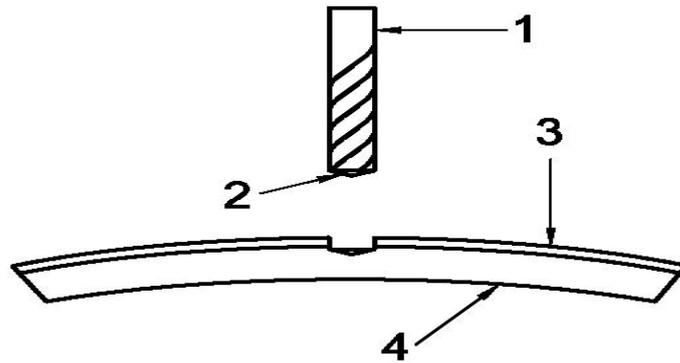


Figure IV.1. Perçage du défaut artificiel [54]

1. Foret conique Ø6 mm
2. Extrémité conique
3. Revêtement
4. Acier

Déroulement de l'essai :

- Les éprouvettes prélevées dans des anneaux d'essai doivent être approximativement de 100 mm x 100 mm x l'épaisseur du tube.
- Un défaut de diamètre 6 mm doit être percé au travers du revêtement au centre de l'éprouvette pour exposer le substrat en acier (voir la figure IV.1).
- Le cylindre en plastique doit être centré sur le défaut et un produit d'étanchéité doit être appliqué pour constituer un joint étanche à l'eau.
- Le cylindre doit être rempli à une hauteur d'au moins 70 mm avec la solution de chlorure de sodium à 3 %, qui a été préchauffée à la température d'essai.
- Le niveau de la solution doit être marqué sur le cylindre.
- L'électrode doit être insérée dans la solution et branchée à la borne positive de la source électrique du courant continu.
- La borne négative de la source électrique du courant continu doit être connectée à une zone dénudée de l'éprouvette.
- La tension (négative par rapport à l'électrode de référence au calomel) doit être appliquée à l'éprouvette, maintenue constante dans une ou plusieurs conditions d'essai.
- L'essai doit être réalisé une fois que la température est atteinte :
 - a) 1,5 V, 20 °C ± 3 °C, pendant 28 j ; de la source électrique du courant continu.
 - b) 3,5 V, 65 °C ± 3 °C, pendant 24 h ;
 - c) 1,5 V, température maximale de service (avec un maximum de 90°C), pendant 28 j.

- Maintenir le niveau de la solution en ajoutant de l'eau distillée comme requis
- A la fin de l'essai, la cellule doit être démontée, l'éprouvette refroidie à l'air à $20^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ et les caractéristiques de décollement cathodique de l'éprouvette évaluées en au plus 1 h après retrait du milieu d'essai.
- Au moyen du couteau, 12 incisions radiales doivent être faites au travers du revêtement jusqu'au substrat. De telles incisions doivent s'étendre d'au moins 20 mm à partir du centre du défaut.
- La pointe de la lame du couteau doit être insérée sous le revêtement au niveau du défaut en procédant à une action de levier.
- Continuer jusqu'à ce que le revêtement montre une ferme résistance à l'action de levier.
- La longueur sur laquelle il y a perte d'adhérence doit être mesurée à partir du bord du défaut le long de chaque incision radiale et la moyenne de ces valeurs mesurées doit être calculée [54].

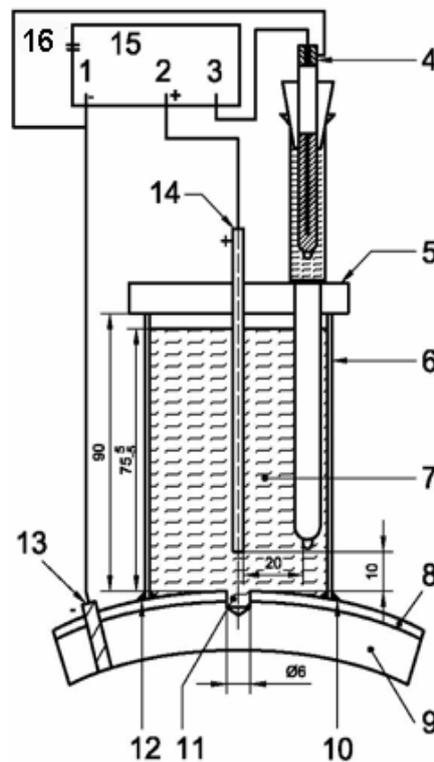


Figure IV.2. Cellule électrolytique [54]

- | | |
|-----------------------------|--|
| 1 Electrode de travail | 2 Electrode (anode) |
| 3 Electrode (référence) | 4 Electrode de référence |
| 5 Couvercle en plastique | 6 Tube en plastique (\varnothing intérieur 75 mm minimum) |
| 7 Électrolyte ≥ 300 ml | 8 Revêtement |

- 9 Eprouvette d'acier
- 10 Matériau d'étanchéité
- 11 Défaut artificiel
- 12 Matériau d'étanchéité
- 13 Électrode (cathode)
- 14 Électrode en platine Ø 0,8 mm à 1,0 mm (anode)
- 15 Source de courant continu redressé
- 16 Alimentation électrique.



Figure IV.3. Appareillage d'essai d'écoulement cathodique (photo originale)[54]

IV.2.3. Indice de fluidité de la matière(IF)

On détermine l'indice de fluidité de la matière(IF) par mesure de la masse de la matière thermoplastique traversant une filière donnée sous l'action d'une pression fixée, pendant un temps donné et à une température fixée

L'indice de fluidité à chaud (IF) est donné, en grammes durant le temps de référence, par la formule :

$$IF(T, M) = (S \times m) / t \text{ Avec :}$$

T : température d'essai (°C)

M : charge nominale (kg)

S : temps de référence (s)

m : masse moyenne des extrudât obtenus (g)

t : intervalle de temps (s) entre les deux coupes d'un extrudât

Lorsque l'indice de fluidité est faible, on déduit que la viscosité et la masse molaire du polymère sont élevées[55].

IV.2.4. Calorimétrie différentielle (DSC)

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

L'enregistrement d'un signal proportionnel à la différence de flux de chaleur entre ces deux éléments permet de déterminer l'enthalpie de fusion [55].

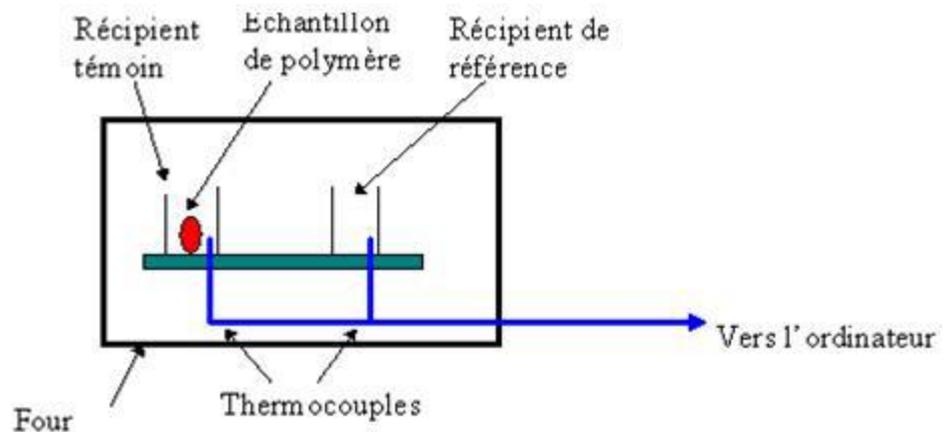


Figure IV.4. Principe de fonctionnement de la DSC [55]

Cette technique est utilisée pour la détermination de la stabilité thermique du polyéthylène (PE). L'oxydation est surveillée en mesurant la différence de flux de chaleur (ΔQ°) ou la différence de température (ΔT) entre la cellule contenant l'éprouvette et la cellule de référence d'un analyseur thermique par rapport au temps écoulé. L'exploitation des résultats de mesure enthalpique est réalisée à partir de diagrammes, représentant l'évolution du flux thermique en fonction de la température.

Les changements de phase observés dans un diagramme sont des processus endothermiques ou exothermiques, c'est à dire qu'ils produisent respectivement une absorption ou un dégagement de chaleur. Dans le cas de polymères cristallins ou semi-cristallins, le diagramme montre trois transitions de phase : les transitions vitreuses, les cristallisations et les fusions[55].

Pour notre étude, l'analyse a été réalisée au moyen d'un calorimètre différentiel d'analyse (DSC 200 F3 NETZSCH), illustrée sur la figure (IV.5), sous un flux d'azote, à une vitesse de chauffage de 20°C/min. L'indium a été utilisé comme matière de référence. La masse des échantillons varie entre 10 et 15mg.



Figure IV.5. Calorimètre différentiel d'analyse (DSC200 F3 NETZSCH)[55]

Cette technique permet de déterminer la chaleur de fusion ΔH_f endothermique (aire sous le pic dans la figure (IV.6) et la température de fusion T_f (position du sommet du pic). La température de fusion permet d'estimer la taille des cristaux et la masse molaire du matériau. Ainsi, une température de fusion élevée implique généralement de gros cristaux issus d'une masse molaire élevée et d'un degré d'enchevêtrement faible. Le taux de cristallinité (X_c) correspond au rapport entre l'enthalpie de fusion du polymère (ΔH_f) et celle de ce même polymère considéré comme 100 % cristallin[55].

IV.2.4.1. Détermination de T_f et ΔH_f par DSC pour le PE

La cristallinité du PEHD a été déterminée à partir de l'équation :

$$X_c = (\Delta H / \Delta H^\circ) \times 100\% \quad (\text{IV. 1})$$

Avec ΔH l'enthalpie de fusion du PEHD et ΔH° est l'enthalpie de fusion du PEHD de cristallinité 100% ($\Delta H^\circ = 290\text{J/g}$).

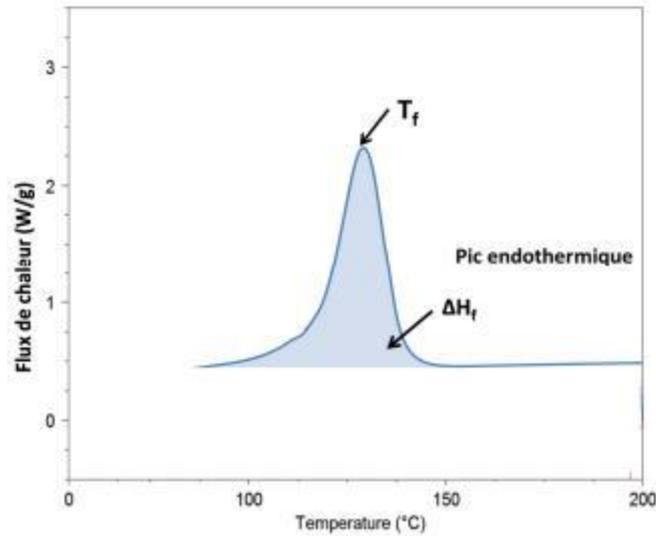


Figure IV.6. Détermination de T_f et ΔH_f par DSC pour le PE[55]

IV.2.5. Essai de traction

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

Les essais de traction ont été effectués sur une machine de type ADAMEL LHOMARGY (DY 22, Cellule 500daN) à une vitesse de 50 mm/min et à une température ambiante, en utilisant 5 éprouvettes d'essai pour chaque échantillon en forme d'haltère, suivant la norme ISO 1798- 1983(f). Ce dispositif permet d'enregistrer la force en fonction du déplacement de la traverse (sans extensomètre).

Le dépouillement des résultats nous a permis d'obtenir le module élastique (ou module de Young), la contrainte à la rupture et l'allongement à la rupture[56].

Les dimensions de l'éprouvette sont:

L_0 = Longueur de référence ;

L = Ecartement entre outillages ;

l_1 = Longueur de la partie calibrée étroite ;

L_2 = Ecartement entre les parties parallèles larges ;

l_3 = Longueur totale ;

b_2 = Largeur dans la zone d'épaulement ;

b_1 = Largeur dans la zone de la longueur de référence ;

h = épaisseur de l'éprouvette.

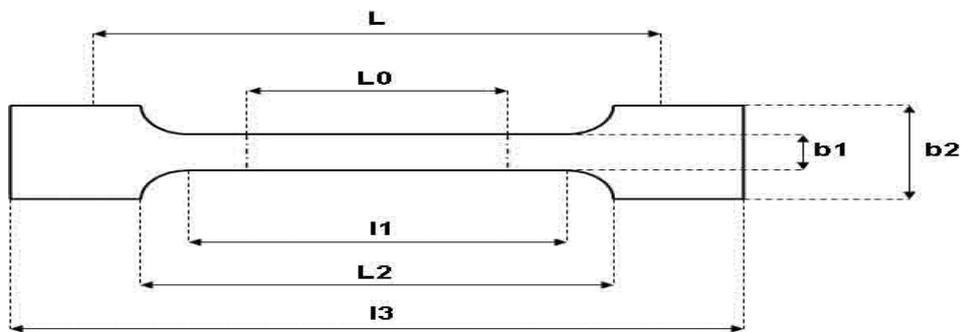
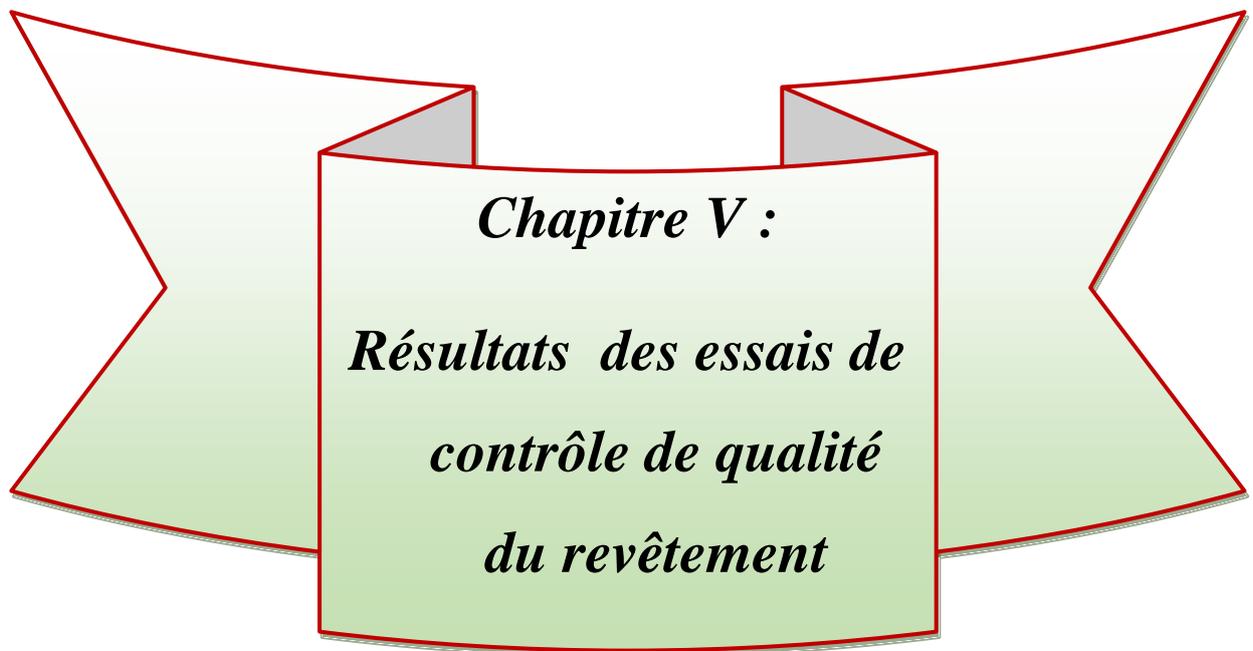


Figure IV.7. Epreuve d'essai de traction de PEHD[56]



Chapitre V :

Résultats des essais de

contrôle de qualité

du revêtement

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

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

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

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

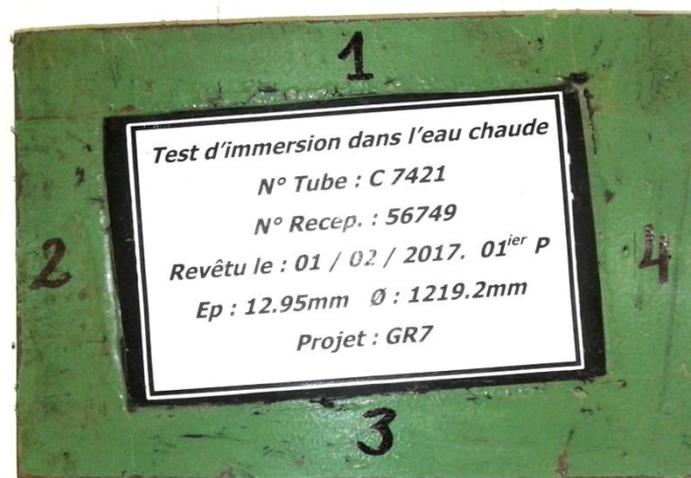


Figure V.1. Eprouvette de l'essai d'immersion dans l'eau chaude [54]

Tableau V.1 : Résultats d'essai d'immersion dans l'eau chaude [54]

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

V.2.Essai de décollement cathodique du revêtement extérieur

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

- Tension de l'essai :-3.5 Volt
- Concentration de la solution aqueuse (NaCl) : 3%
- Température de l'essai : 23°C/65°C
- Diamètre du trou Ø : 6.0 mm
- Durée de l'essai : 24 heures
- Caractéristiques appliquées à 65 °C/ 24 h ; - 3,5 V : Rayon décolle \leq 7mm

Tableau V.2:Résultats d'essais DSC [54]

Date	01/02/17					02/02/17		
	11h	12h	13h	14h	15h	08h	09h	10h
Température (°C)	65	65	64	65	64	65	65	65
Intensité (mA)	59.4	60.3	60.9	61.7	62.2	73.4	74.1	74.8
Rayon décollé (mm)	1.5	1.0	1.5	2.0	1.5	1.5	1.7	1.8

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

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

- Température de déroulement de l'essai : 190°C
- Poids:2.16 kg
- L'unité: g/10 min
- L'intervalle de tolérance: 0.35 – 0.45

Tableau V.3:les résultats d'essais d'indice de fluidité de la matière(IF)[54]

Nombres d'essai	N°01	N°02	N°03	N°04	N°05	La moyenne
Valeur de IF	0.3670	0.3712	0.3974	0.3556	0.3677	0.3718

Les résultats de la valeur de IF est dans l'intervalle 0.35-0.45 selon l'exigence de la norme ISO 1133.

V.4.Calorimétrie différentielle (DSC)

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

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

Notes :

- Peser 23 mg avec une exactitude de 0,1 mg. Le récipient est hermétiquement fermé avec le couvercle. Déterminer la masse finale après fermeture.
- Placer l'échantillon et l'échantillon de référence dans la cellule du DSC (machine DSC 822°) et purger avec de l'azote sec et maintenir la vitesse de chauffage 20°C/mn
- Plage de l'essai : 30°C à 240°C
- Réaliser les cycles de chauffages suivants, en commençant par le cycle (a) comme opération de conditionnement seulement pour la poudre époxy,
 - Cycle (a) Chauffer l'échantillon de 25 °C ± 5 °C à 70 °C ± 5 °C à une vitesse de 20 °C/min, puis refroidir immédiatement l'échantillon à 25 °C ± 5 °C.
 - Cycle (b) Chauffer l'échantillon de 25 °C ± 5 °C à 275 °C ± 5 °C à une vitesse de 20 °C/min, puis refroidir immédiatement l'échantillon à 25 °C ± 5 °C.
 - Cycle (c) Chauffer l'échantillon de 25 °C ± 5 °C à Tg + 40 °C (typiquement 150°C) à une vitesse de 20 °C/min, puis refroidir immédiatement l'échantillon à 25 °C ± 5 °C.

-Pour certains époxy, des cycles de chauffage différents peuvent être nécessaires conformément aux instructions du fabricant d'époxy[54].

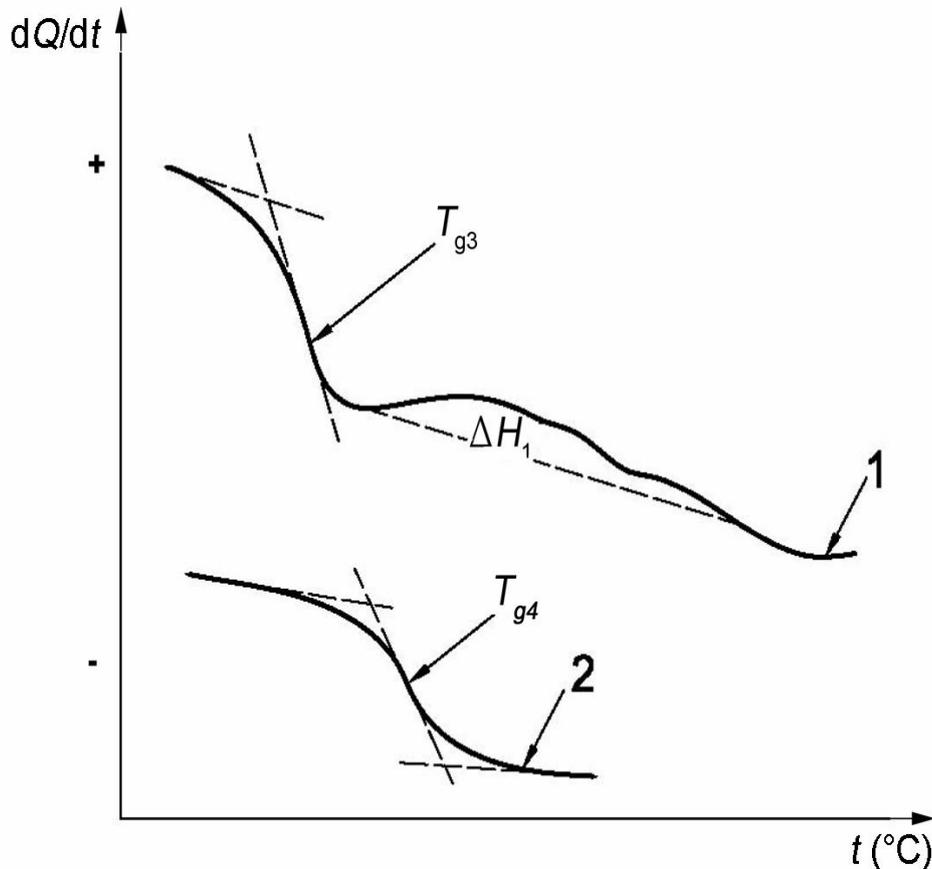


Figure V.2. Courbe de balayage thermique sur la poudre époxy[54]

Nombre de passage : trois passages pour la poudre vierge d'époxy.

T_g : Température de transition vitreuse

T_g doit être calculé d'après la courbe de la même façon pour le cycle (b) et le cycle (c) de la T_{g3} et T_g du cycle (b) deuxième passage.

T_{g4} et T_g du cycle (c) troisième passage.

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

$$\Delta T_g = T_{g4} - T_{g3}$$

ΔT_g est le changement de la valeur de T_g (°C).

ΔT_g (PV) = $T_{g3} - T_{g2} = 111,48 - 110,88 = 0,60$ °C (voir les graphes dans l'annexe).

Remarque : ΔT_g (PV) est inclus dans la tolérance du ΔT_g donné par le fabricant.

V.5.Essai de traction :

L'essai consiste à soumettre une éprouvette à un effort de traction suivant son axe, généralement jusqu'à la rupture en vue de déterminer une ou plusieurs caractéristiques mécaniques. La vitesse d'essai est 100 mm/min, conformément à la norme du produit polyéthylène à haute densité.

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

F : les forces s'exprime en Newton ;

ΔL : L'allongement de l'éprouvette ;

L₀ : est la longueur initiale ;

ε : la déformation ;

δ : contrainte à la rupture ;

σ_M: contrainte à la rupture maximal ;

ε_M: la déformation maximal.

$$\varepsilon = \frac{\Delta L}{L_0} \dots \dots \dots (V-1)$$

$$\delta = \frac{F}{S_0} \dots \dots \dots (V-2)$$

Tableau V.4 : Résultats d'essai de traction[54]

Nombres d'essai	σ _M (N/m ²)	σ _B (N/m ²)	ε _M (%)	S ₀ (m ²)
01	17.26	16.91	874.16	14.1
02	18.72	18.65	892.12	13.56
03	19.75	19.71	831.76	13.86
04	20.83	20.83	924.72	13.38
05	18.47	18.45	832.12	13.2

Graphique de séries:

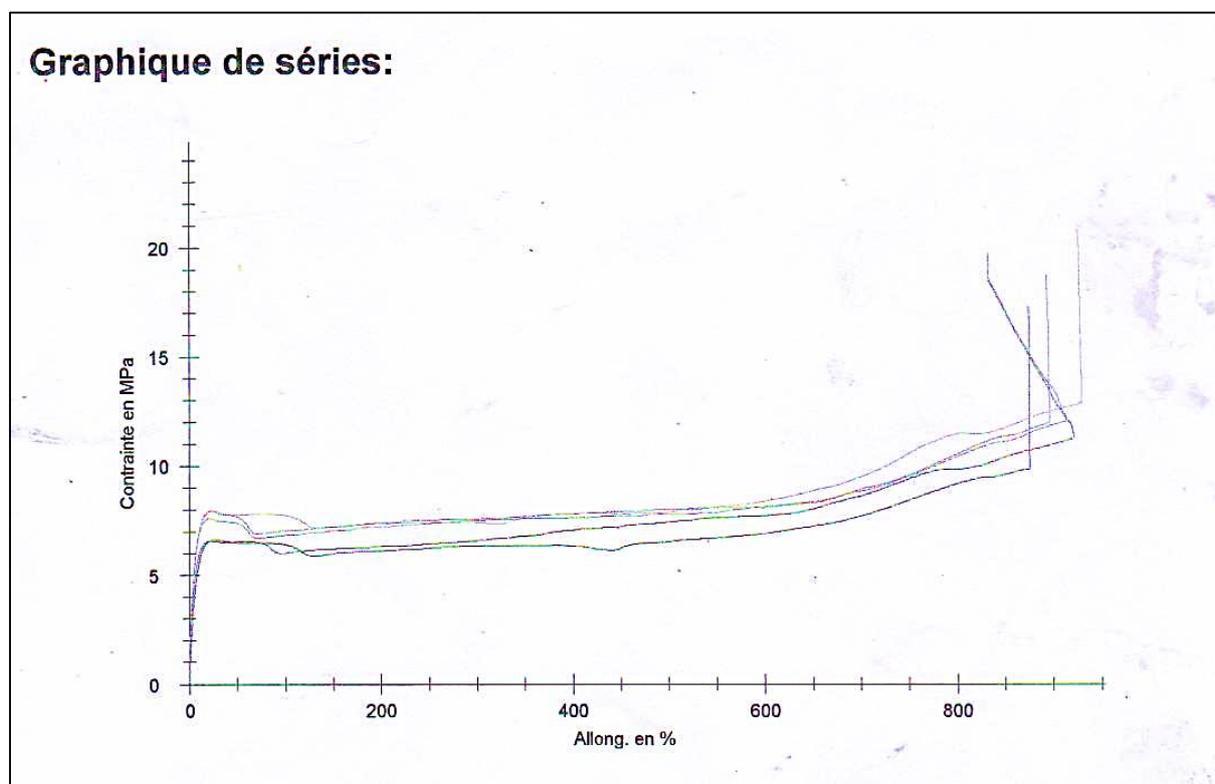
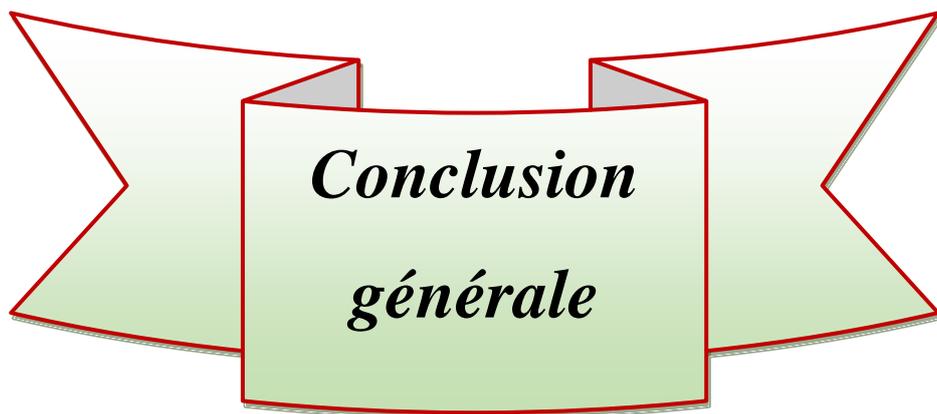


Figure V.3 :La courbe d'essai de traction



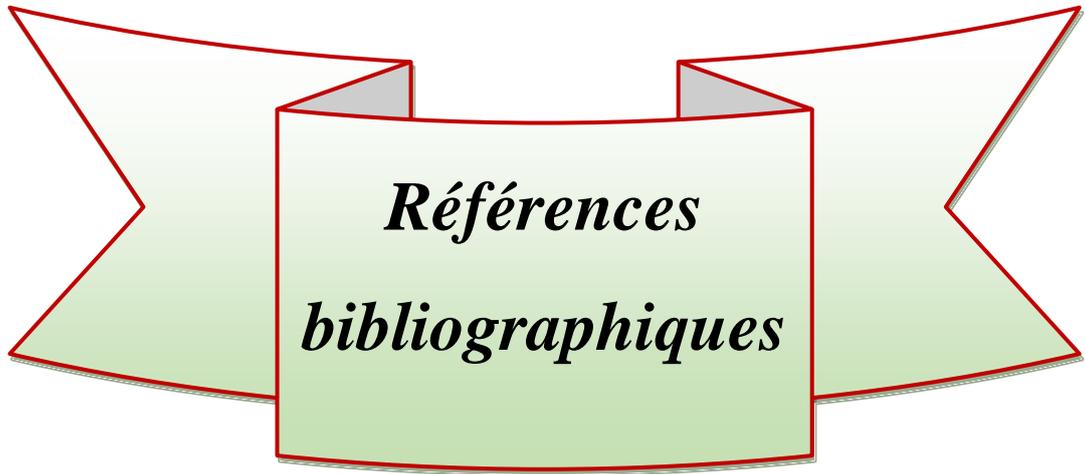
***Conclusion
générale***

Conclusion générale

Les canalisations du transport des gaz et des fluides subissent souvent plusieurs facteurs, qui provoquent des fissures, des enfoncements, des éraflures et un défaut combiné (enfoncement + éraflures), ce qui engendre le problème de corrosion avec le milieu extérieur. Le polymère possède des caractéristiques mécaniques, qui font de lui le matériau exemplaire pour la protection de l'acier contre la corrosion et les agressions extérieures. L'assemblage de l'acier par le polymère permet de garder ses caractéristiques mécaniques et prolonger la durée de vie des pipes de pétrole et des gaz et les protège de la corrosion et des agressions extérieures.

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

Donc, la qualité du revêtement est bonne et résiste à la corrosion, et respecte les normes exigées. C'est pour cette raison, la société ALFAPIPE possède la certification ISO 9001-2008 au niveau du service de contrôle de la qualité.



*Références
bibliographiques*

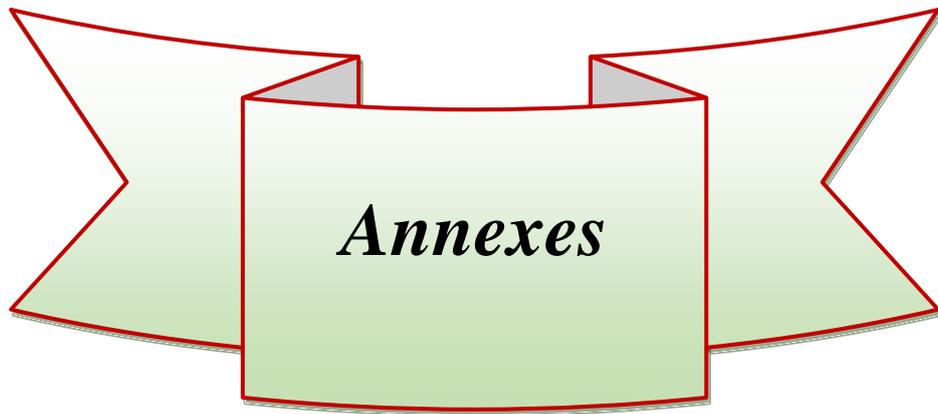
Références bibliographiques

- [1] Revue de production d'ALFAPIPE.
- [2] Gottfried W. Ehvenstein, Fabienne Montagne, Matériaux polymères, Structure, propriétés et application, Hermès, Paris 2000.
- [3] Marc Carrega, les polymères de la molécule à l'objet, EDP , Grenoble 1999.
- [4] Hans-Henning Kausch, Nicole Heymans, Christopher John Plummer et Pierre Decroly, Matériaux polymères : Propriétés mécaniques et physiques. Principe de mise en oeuvre, Lausanne 2001.
- [5]: E. Bardal; corrosion and protection; Springer (2004).
- [6] : B. Normad, B. Balland ; prévention et lutte contre la corrosion une approche scientifique et technique; presses polytechniques. (2004).
- [7]: H. H. Uhlig; Corrosion and Corrosion Control; Wiley, New York. (1971).
- [8] : A. Chekkat ; « Etude de l'efficacité inhibitrice de la corrosion sur l'acier, le cuivre, et l'aluminium dans un milieu aqueux par (2- Benzylamino éthanol) » ; Thèse de magister.Ecole militaire polytechnique, Alger (2006).
- [9] - Optimisation de la tête d'extrusion pour la fabrication de pièces thermoplastique par NADHIR LEBAAL Institut National Polytechnique de Lorraine - INPL, 2007.
- [10] : Jacky Aubry. Technologie, Les matériaux.
- [11] : Hans-Henning Kausch et al ; Matériaux polymères ; Propriétés mécaniques et physiques ; 2001.
- [12] : Patrick Combette ; Isabelle Ernoult ; Physique des polymères ; Volume 1. 2005.
- [13] : Technique de ingénieur chapitre de polyéthylène a haute densité
Martin Robstein ; Chantal Soerensen ; Chimie Avancée ; 2011.
- [14] : Michel Fontanille ; Yves Granou ; Chimie et physico-chimie des polymères 2e et 3e cycles ; 2002.
- [15] : Christophe Chassanier ; Hervée Lefebvre ; Sagario Pascual ; L'indispensable en polymères ; 2008.
- [16] : J. Dorlot ; J. Massounave et al, Des matériaux ; 1995.
- [17] : J. Martin et al ; Traité des matériaux Tome 14 ; 2001.
- [18] : [http://www.orgapolym.com/PDF/Cahier 6 / 2 –Structures macromoléculaires.](http://www.orgapolym.com/PDF/Cahier%206%20-%20Structures%20macromoléculaires)
- [19] : Pierre Pirson ; Alain Bribosia. Claude Martin ; André Tadino ; René Vanelsuwe ; Chimie 5e / 6e ; Manuel : Sciences de base ; 2004.

- [20] : JacqueBeson ; Anne-Francoise ; Gourgues-Lorenzon ; Matériaux pour l'ingénieur ; 2006.
- [21] : Makdour Mohamed ; Polymères, Synthèse Macromoléculaire ; Tome 1 ; Office des publications universitaires O.P.U. Alger. 1982.
- [22] : [pdf. CreatedwithpdfFactoryProtrial version /wwwPDFFactory .com] ; Rencontres Géosynthétiques ; 2006.
- [23] : Groupe CTT- Division Geosynthetiques (Sageos), ST- Hyacinthe; Solmax international, varennes (Quebec), Canada ; La spécification des géomenbranes de polyéthylène vis-à-vis de la durabilité.
- [24] :A.Mohamed Nadia ; W.SabaaMagdy ; Thermal degradationbehaviour of Poly (vinyl chloride) – Poly (vinylbutyral) ; EuropeanPolymer Journal ; Vol.35 ; 1999.
- [25] :R.Bocologlu .M.Fisch ; « DegradationStabilization of poly (vinylchloride), réaction mechanism of poly (vinylchloride) dégradation », PolymerDegradation and Stability, vol .47 1995.
- [26] H. H. Uhlig, Corrosion et protection, Dunod Paris, 204(1970).
- [27] A. Zaabar, Thèse de Doctorat. «Electrodéposition, par voltampérométrie et cémentation, des métaux cuivre et zinc en présence d'extrait de la plante d'ortie (Urticadioica L.). Application de l'extrait à la corrosion», Université de Bejaia (2014).
- [28] B. Stanislas, Mémoire de fin d'études ; « Etude du dimensionnement optimal d'un système de protection cathodique, alimenté par énergie solaire », Université de Boumerdès (2010).
- [29] D. Landolt, « Corrosion et chimie des surfaces des métaux » Presses Polytechniques et Universitaires Romandes (2003).
- [30] N. Koura, J. Appl. Phys. 34 (1995) 1643-1647.
- [31] S. B. Abolmaali, J.B. Talbot, J. Electrochem. Soc. 140 (1993) 443-445.
- [32] M. S. J. Gani, IndustrialCeramics 14 (1994) 163-174.
- [33] I. Zhitomirsky, J. Europ. Ceram. Soc. 18 (1998) 849-856.
- [34] K. J. Stevenson, G.J. Hurtt, J. T. Hupp, Electrochemical and Solid-State Lett. 2 (1999) 175-177. [80] K. Kuwabara, K. Sugiyama, M. Ohno, Solid State Ionics 44 (1991) 313-318.
- [35] S. Peulon, D. Lincot, J. Electrochem. Soc. 145 (1998) 864-874.
- [36] I. Zhitomirsky, NanoStructured Materials 8 (1997) 521-528.
- [37] P. Sarkar, P.S. Nicholson, J. Am. Ceram. Soc. 79 (1996) 1987-2002.
- [38] P. Stefanov, G. Atanasova, D. Stoychev, T.S. Marinova, Surf. Coat. Technol. 446 (2004) 180–181. [85] Y. Zhou, J. A. Switzer, J. Alloys Compd. 237 (1996) 1-5.
- [39] M. Balasubramaniam, C.A. Melendres, A. N. Mansour, Thin Solid Films 347 (1999)

178-183.

- [40] F. B. Li, R. C. Newman, G. E. Thompson, *Electrochim. Acta.* 42(1997)2455-2464.
- [41] J. Crous, F. Brezault, C.Rebere, M.Gadouleau, *Surf. Coat.Tech.*200(2006)4636-4645.
- [42] I. Zhitomirsky, A. Petric, *Ceram. Int.* 27 (2001) 149-155.
- [43] S. Virtanen, M. B. Ives, G. I. Sproule, P. Schmuki, M. J. Graham, *Corr. Sci.*, Vol. 39 (1997) 1897-1913.
- [44] F. B. Li, G. E. Thompson, *J. Electrochem. Soc.* 146 (1999) 1809-1815.
- [45] J. F. Jue, J. Jusko, A.V. Virkar, *J. Electrochem. Soc.* 139 (1992) 2458-2465.
- [46] Hicham E., Etude de l'inhibition de la corrosion de l'acier doux au carbone en milieu acide orthophosphorique par un antibiotique organique, Mémoire d'Etudes Supérieures Approfondies, Université de Oujda (Maroc), 2000.
- [47] Corrosion des métaux, ENSPM formation industrie - IFP training, France, 2005.
- [48] Francois R., Corrosion and deposits course, Master of science in oil and gas production engineering, France, 2005.
- [49] Coombs J., Fundamentals of corrosion mechanisms, Chevron corporation, New york 1999.
- [50] Corrosion et prevention, Institut algérien du pétrole-corporateuniversity, Algérie, 2006.
- [51] Einar B., Corrosion and protection, Norway, 2003.
- [52] Jacques L., Protection contre la corrosion, Techniques de l'ingénieur, France, 1990.
- [53] Radhia Y., Synthèse de nouveaux composés de l'acide phosphonique et mise en évidence de leur acidité affinité de chélation et de leurs propriétés inhibitrices de corrosion, Mémoire de Magister, Université de Setif (Algérie), 2012.
- [54] Documentation ALFA PIPE GHARDAIA
- [55] Documentation technique de l'unité ALFAPIPE (Ex : TUS, EN Sider)
- [56] Faiza K., Etude de l'efficacité de deux inhibiteurs de corrosion dans les milieux multiphasiques (eau, huile et gaz), Mémoire de Magister, Université de Boumerdès (Algérie), 2008.



Annexes

