

UNIVERSITÉ DE NANTES
FACULTÉ DES SCIENCES ET DES TECHNIQUES

ÉCOLE DOCTORALE
SCIENCES POUR L'INGENIEUR, GEOSCIENCES, ARCHITECTURE
DE NANTES

Année 2013

Analyse de l'homogénéisation thermique et cinétique d'un écoulement d'élastomère

THÈSE DE DOCTORAT
Discipline : Sciences pour l'ingénieur
Spécialité : Thermique

*Présentée
et soutenue par*

Julien LAUNAY

Le 25 Mars 2013, devant le jury ci-dessous

Président du Jury	René MULLER, Professeur, Université de Strasbourg
Rapporteurs	Jean-François AGASSANT, Professeur, Ecole des Mines de Paris Jean-Christophe BATSALE, Professeur, ENSAM
Examineurs	Yvon JARNY, Professeur Emérite, Université de Nantes Yves BERAUX, Maître de conférences - HDR, INSA de Lyon
Membre invité	Patrick DUJON, Ingénieur, Société SACRED

Directeur de thèse : Pierre MOUSSEAU, Professeur, Université de Nantes
Co-directeur de thèse : Rémi DETERRE, Professeur, Université de Nantes
Co-encadrante : Nadine ALLANIC, Maître de conférences, Université de Nantes

Remerciements

Je remercie en tout premier lieu mes encadrants de thèse avec qui j'ai eu le plaisir de travailler durant ces trois années : Pierre Mousseau, Rémi Deterre et Nadine Allanic. Leur rigueur, leur intérêt pour mon travail et la disponibilité dont ils ont fait preuve a rendu cette thèse des plus agréables, notamment grâce à leur constante bonne humeur. J'ai énormément appris à leur contact, techniquement et humainement, et ne les en remercierai jamais assez.

Je souhaite vivement remercier Messieurs Jean-François Agassant et Jean-Christophe Batsale d'avoir accepté de rapporter mon travail et leur intérêt pour celui-ci. Merci également à tous les membres du jury, Yvon Jarny et Yves Béreaux, ainsi que René Muller, qui, en plus de m'avoir reçu dans son laboratoire par le passé, le LIPHT, a également accepté de présider le jury. Merci à eux.

Je suis très reconnaissant aux partenaires industriels du consortium RHEOTEL de m'avoir accordé leur confiance, et sans qui cette thèse n'aurait pu avoir lieu : Cooper Standard, le LRCCP, Geficca, Hutchinson, Sacatec, Sacred, REP, SDC, Spencer Moulton et Standard Gum. Je remercie en particulier Christian Aubert et Christophe Chamel de la société SDC, ainsi que Philippe Dujon de la société SACRED, qui, malgré la distance, m'ont été d'une très grande aide durant ces trois années.

Ce travail s'est effectué à l'IUT de Nantes, et a bénéficié de l'aide de nombreuses personnes, appartenant à différents départements. En particulier je souhaite vivement remercier Christophe Plot, Jordan Champlon, Julien Grison et Julien Simonneau, du service technique de l'IUT de Nantes, Jean-Luc Bailleul et le département GTE (mes premiers formateurs...), Christine Bouthet, Yohann Legendre, Loïc Leroy, Christophe Pannetier, et Yannick Graton du Service Informatique, Philippe Moret et de manière générale l'équipe de Synervia, Eric Foucher et l'ensemble du département GMP, et toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin au déroulement de cette thèse.

J'adresse tous mes remerciements à l'équipe du département SGM de l'IUT de Nantes, qui m'a chaleureusement accueilli et aidé, toujours dans le sourire et la bonne humeur, et dont le contact a été très enrichissant. En particulier leur chef à l'époque de ma thèse, Dominique Marquet, véritable chef d'orchestre du département. Bon en réalité, je me demande toujours si ce n'est pas Malika Marchand, secrétaire du département qui maintient le tout en place... En tout cas merci à SGM et à toutes les personnes de ce département, pour leur accueil et leur bonne humeur, grâce à vous travailler ici fut des plus agréables.

Je remercie chaleureusement les voisins de l'IFOCA, Corinne Billerault, Marie Afaure, Manuel Carvalho et Didier Kessab, qui m'ont permis de réaliser toutes les expérimentations décrites dans ce travail, qui m'ont fourni de précieux conseils, et chez qui j'ai toujours eu grand plaisir à aller travailler. Tout ça en échange de... viennoiseries...

Merci également à Sébastien Gallet, du LIPHT, qui m'a accueilli dans son laboratoire, et a accepté de réaliser de nombreux tests même si nous nous trouvions à distance.

Enfin, merci bien sûr au laboratoire GEPEA, et en particulier l'équipe OPERP, l'ensemble des personnes qui le composent, pour leur sympathie, leur bonne humeur et leur disponibilité quelle que soit la demande. C'est une équipe avec laquelle il a été très agréable de travailler, pas très étonnant vu la bonne ambiance qui y a toujours régné.

Et dans cette équipe, il y a des amitiés qui se sont formées, et je pense en particulier à Yannick, Anouar et Zied, compagnons de route de ces trois années. Mais la relève n'est pas loin, avec la bonne ambiance, avec Franck, Ali et Paul.

Un paragraphe spécial pour Yannick Madec, c'est le minimum, afin de le remercier d'avoir perdu sans doute quelques dixièmes de vue à instrumenter les micro-thermocouples, à s'être arraché les cheveux lors de l'instrumentation des CMT, et également à s'être parfois brûlé les mains avec du caoutchouc à 140°C. Travailler à ses côtés a toujours été un plaisir, et sans lui, il aurait probablement fallu renoncer à quelques chapitres.

Enfin je terminerai non pas par le moins important, mais bien par le plus important puisqu'il s'agit de ma famille. Je souhaite remercier mes parents, toujours là quand il le faut, toujours disponibles et à l'écoute. Merci à tous les deux. Merci à ma sœur Erika, et mon beau-frère Pascal, également toujours présents malgré la distance, et puis une pensée au petit Valentin dernier arrivé.

Enfin, merci à Marion, ma compagne, qui a su me supporter, dans les deux sens du terme, et qui, quelle que soit la difficulté, a toujours été là pour moi, à l'écoute. Je crois bien que j'ai trouvé la personne sans qui cette thèse n'aurait jamais pu aboutir !

Merci à vous tous.

Résumé

La dissipation visqueuse intervenant lors de la mise en œuvre des polymères est à l'origine d'importantes disparités thermiques, et cinétiques dans le cas de matériaux réactifs comme les élastomères. Une réaction de cuisson prématurée de la matière, appelée « grillage », ou une mauvaise qualité de pièce peut en résulter.

L'objectif de ce travail consiste à développer un dispositif expérimental, adaptable en sortie d'extrudeuse ou de presse à injecter, permettant l'étude du comportement thermique de l'écoulement d'un polymère dans des canaux de géométrie diverse. L'originalité repose sur la conception d'un outil de mesure intrusif, appelé « Cellule de Mesure de Températures » (CMT).

L'instrumentation de deux CMT, une en entrée et une seconde en sortie de la filière, associée à des mesures de températures, de pression et de débit permet le suivi de l'évolution du champ thermique. Une première étude expérimentale sur une extrudeuse alimentée en élastomère EPDM, dans une géométrie d'écoulement droite, permet d'étudier les phénomènes thermiques intervenant dans la filière, et dans le système vis-fourreau de l'extrudeuse. L'utilisation conjointe des mesures et de l'outil numérique permet la validation des mesures effectuées avec les CMT.

Une démarche similaire est ensuite appliquée à des géométries différentes : coude, division, changements de diamètre. Les phénomènes liés aux modifications de géométrie font l'objet d'une comparaison expérimentale et numérique avec le canal droit.

La liaison des mesures et des simulations permet pour l'ensemble des géométries la détermination du potentiel énergétique, c'est-à-dire la quantité d'énergie produite par dissipation visqueuse.

Table des Matières

Nomenclature	xi
Introduction	11
Chapitre I. Etat de l'art	17
I.1 Généralités sur les écoulements de fluides visqueux et leur mise en forme.....		18
I.1.1 Quelques mots sur les élastomères		18
I.1.2 Comportement en écoulement.....		20
I.1.3 Mise en œuvre des élastomères		25
I.2 Etude de la dissipation visqueuse		29
I.3 Méthodes de mesure de température dans les écoulements		42
I.3.1 Mesures non-intrusives.....		42
I.3.2 Mesures intrusives.....		45
Chapitre II. Outils de caractérisation	53
II.1 Introduction.....		54
II.2 Caractérisation thermo-rhéo-cinétiques du matériau élastomère.....		55
II.2.1 Rhéologie		55
II.2.2 Propriétés thermo-physiques des matériaux.....		60
II.2.3 Cinétiques de vulcanisation		62
II.2.4 Modélisation des propriétés thermo-rhéo-cinétiques du matériau		64
II.3 Caractérisation des écoulements : cellules de mesure de température.....		65
II.3.1 Description de la CMT.....		66
II.3.2 Dimensionnement thermique.....		67
II.3.3 Réalisation de la cellule de mesure en température		81
II.4 Caractérisation des écoulements : conception du dispositif expérimental		85
II.4.1 Dispositif expérimental.....		86
II.4.2 Adaptation du dispositif sur une extrudeuse caoutchouc		98
II.5 Conclusion		101
Chapitre III. Etude détaillée du canal droit	103
III.1 Mesures expérimentales et exploitation		104
III.1.1 Protocole expérimental		104
III.1.2 Description des essais réalisés.....		107

III.1.3	<i>Exemple de mesures avec le canal droit</i>	108
III.1.4	<i>Problématique du profil de température d'entrée du canal</i>	112
III.1.5	<i>Analyse du profil de température en sortie d'écoulement</i>	119
III.2	Modélisation du canal droit et comparaison	120
III.2.1	<i>Logiciel de simulation ANSYS POLYFLOW</i>	120
III.2.2	<i>Modélisation du canal droit</i>	122
III.2.3	<i>Conditions limites</i>	124
III.2.4	<i>Comparaison mesures / simulations numériques</i>	125
III.2.5	<i>Résultats de la validation numérique</i>	130
III.2.6	<i>Etude de l'influence de la dissipation dans le canal</i>	133
III.3	Etude thermo-rhéo-cinétique	134
III.3.1	<i>Démarche de calcul</i>	134
III.3.2	<i>Résultats obtenus</i>	135
III.4	Conclusion	138
Chapitre IV.	Etude de géométries modulaires	139
IV.1	Coude 90°	140
IV.1.1	<i>Géométrie d'écoulement et essais réalisés</i>	140
IV.1.2	<i>Comparaison avec la configuration de référence</i>	142
IV.1.3	<i>Modélisation et comparaison</i>	143
IV.2	Diviseur	147
IV.2.1	<i>Géométrie d'écoulement et essais réalisés</i>	147
IV.2.2	<i>Comparaison avec la configuration de référence</i>	149
IV.2.3	<i>Modélisation et comparaison</i>	150
IV.3	Divergent	155
IV.3.1	<i>Géométrie d'écoulement et essais réalisés</i>	155
IV.3.2	<i>Comparaison avec la configuration de référence</i>	156
IV.3.3	<i>Modélisation et comparaison</i>	157
IV.4	Convergent	160
IV.4.1	<i>Géométrie d'écoulement et essais réalisés</i>	160
IV.4.2	<i>Comparaison avec la configuration de référence</i>	161
IV.5	Etude comparative des différents éléments et conclusion.....	162
IV.5.1	<i>Influence de la dissipation visqueuse et potentiel énergétique</i>	162
IV.6	Conclusion	165

Conclusions & Perspectives	167
Conclusion.....	168
Prédiction du champ de température et d'avancement dans des géométries complexes..	169
Vers l'homogénéisation thermique et cinétique de la matière.....	170
Extensions possibles à partir de la cellule de mesure.....	176
Annexes	177
Annexe 1 : Description des appareils de mesure.....	177
Annexe 2 : Dimensionnement mécanique de la CMT.....	181
Annexe 3 : Variation de température imposée dans l'étude de sensibilité de la CMT	184
Annexe 4 : Instrumentation de la CMT d'entrée	186
Annexe 5 : Enveloppes de refroidissement	187
Références bibliographiques	189

Nomenclature

Notations grecques

α_s	Taux de stagnation	λ	Conductivité thermique
β	Avancement dans l'induction	λ_t	Temps caractéristique
$\dot{\gamma}$	Vitesse de cisaillement	ξ	d'enchevêtrement
Γ	Paroi du canal d'écoulement	ρ	Energie
Δ	Ecart	σ	Masse volumique
δ	Ecart imposé (numérique)	τ	Contraintes
ε_s	Epaisseur de grillage	Φ	Fonction de dissipation, puissance dissipée
η	Viscosité	Ω	Sous-domaine (modèle numérique)
κ	Facteur de conversion d'énergie		

Notations latines

a	Diffusivité thermique	Q	Débit
C	Paramètre de thermodépendance	R, r	Rayon ou position radiale
Cp	Capacité thermique massique	S	Section de l'écoulement
E_a	Energie d'activation	T	Température
K, K₀	Consistances	t_i	temps d'induction anisotherme
L	Longueur de fibre neutre	t₀	constante de la loi d'induction
N	Vitesse de rotation de la vis	v	Volume
n	Indice de pseudoplasticité	V	Vitesse
P	Pression		

Indices

Expérimental

E	Entrée
EXT	Extérieur ou extrudeuse
INT	Intérieur
L	Paroi extérieure de la filière
P	Paroi du canal
REG	Régulation
S	Sortie

Numérique

O	Entrée
F	Fluide
L	Sortie
P	Paroi du canal
S	grillage (« scorch »), ou solide

Introduction

Contexte de l'étude

Le marché des polymères est en pleine expansion. Sa courbe de production a dépassé celle des métaux en 1988 et n'a, dès lors, cessé d'augmenter. On peut supposer qu'avec le développement des nouveaux matériaux, notamment les biopolymères dont l'évolution de production européenne est de 13% entre 2010 et 2011, ainsi que le besoin de matériaux légers dans des domaines comme l'aéronautique, l'automobile, ou les nouvelles technologies, cette tendance perdure pendant longtemps.

La récente crise économique a cependant bouleversé l'équilibre industriel, et les enjeux environnementaux viennent s'ajouter à une branche fortement productrice de gaz à effet de serre et grande consommatrice d'énergie. L'importance sur le marché de pays comme la Chine pèse de plus en plus fortement sur la balance et les producteurs européens sont constamment en recherche de gain de productivité et d'économie d'énergie. Un grand nombre de recherches s'appliquent à la compréhension des phénomènes en vue de limiter la consommation de la matière, réduire l'énergie et le temps nécessaire à la production du produit fini, et améliorer la qualité des produits conçus. Les possibilités en ce sens sont multiples, entre autres :

- L'optimisation des utilisations des machines au sein d'une même usine
- La réduction des phases de démarrage des machines de mise en œuvre
- Leur isolation ou la récupération de l'énergie « perdue »
- La réduction des temps de refroidissement ou de cuisson
- L'économie de matière

La présente étude, ainsi motivée, s'inscrit dans le programme de recherche RHEOTEL¹. Projet regroupant dix industriels, dont des fabricants de pièces élastomères, un mouliste, un fabricant de machines d'injection, et deux laboratoires (LRCCP, GEPEA OPERP), son objet vise à une meilleure compréhension du comportement thermique, rhéologique et cinétique de la matière lors de son écoulement dans la machine de mise en forme.

Au centre de l'étude : les transferts de chaleur. Ce paramètre est l'un des plus importants, puisqu'il intervient sur la rhéologie du matériau (donc son comportement en écoulement), sur la qualité finale du produit tout comme sa possible dégradation. Le contrôle du procédé ainsi que son efficacité, en particulier le temps et l'énergie dépensés pour réaliser le produit et le refroidir, ou le cuire, sont aussi fortement dépendant de l'évolution de la température du mélange.

Problématique industrielle

Dans les procédés d'extrusion et d'injection, le matériau s'écoule dans une filière, ou dans des canaux dont la géométrie peut être plus ou moins complexe. Cette phase donne les conditions thermiques et cinétiques de la matière avant son durcissement (polymères thermoplastiques), son chauffage (polymères thermodurcissables), ou sa cuisson (élastomères).

Dans le cas de mélanges hautement visqueux, c'est-à-dire la majorité des polymères, et aux débits élevés lors de la mise en œuvre, d'importants gradients de vitesses interviennent dans l'écoulement. Les auto-échauffements résultant de ces frottements entre les couches de fluide peuvent mener à des hausses de température locales de plusieurs dizaines de degrés.

¹ RHEOlogie et Thermique des ELastomères

Bien que ce phénomène, appelé « dissipation visqueuse », soit parfaitement connu et maîtrisé numériquement, les outillages ne permettent pas la connaissance précise de la température du mélange en tout point. Les machines industrielles sont en effet équipées de thermocouples de contrôle qui donnent une information en température moyenne, ou dans la plupart des cas locale et qui ne reflète donc pas la température réelle du matériau.

La connaissance de cette donnée représente un enjeu industriel très important, puisqu'elle permettrait par exemple la diminution des températures de régulation, dans le cas où la température réelle du mélange est supérieure à celle prévue, ainsi que la diminution des temps de cycles, en ajustant par exemple le temps de refroidissement ou le temps de chauffage.

Mais la connaissance et la maîtrise du niveau de la température est aussi cruciale, notamment pour éviter les défauts d'extrusion (Figure 1a) ou une mauvaise qualité de pièce (Figure 1b).

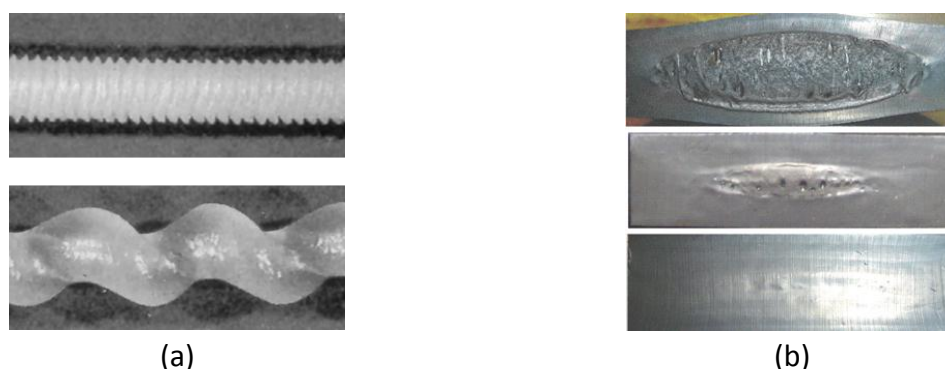


Figure 1 : Défaut lors de la mise en forme, (a) Défaut d'extrusion [Agassant, 1996], (b) pièce élastomère avec différents avancements de cuisson [El Labban, 2008]

Les élastomères sont une branche à part de la famille des polymères, puisque pour acquérir leurs caractéristiques mécaniques, ceux-ci subissent une réaction chimique appelée vulcanisation, à partir de l'ajout d'un système à base de soufre, et d'accélérateurs. La réaction de vulcanisation intervient lors de la cuisson après une phase appelée temps d'induction qui est elle-même directement liée à l'histoire thermique de la matière.

La dissipation visqueuse peut ainsi être à l'origine d'un démarrage prématuré de la réaction de vulcanisation dans les canaux d'alimentation des moules. Ce phénomène est appelé grillage. Dans ce cas, l'écoulement est perturbé, la production doit être arrêtée et la machine purgée. Par ailleurs, les auto-échauffements étant à l'origine d'importantes disparités thermiques dans le fluide, la cuisson de la pièce ne peut être homogène (Figure 2).

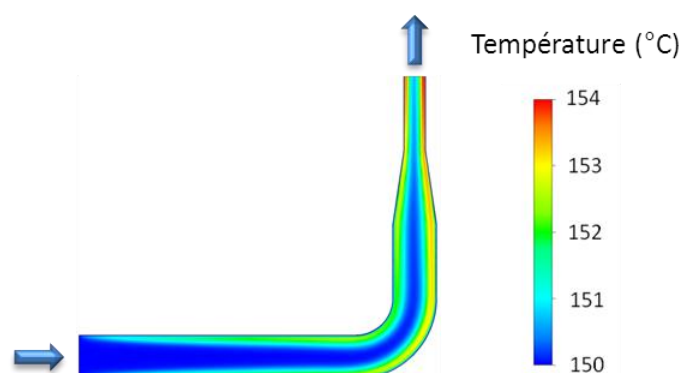


Figure 2 : Exemple d'échauffement par dissipation visqueuse dans un canal d'écoulement

Des avancées significatives ont été réalisées ces dernières années sur le plan de la simulation numérique. De nombreux logiciels permettent de prédire la température du mélange lors de son écoulement et il est par ailleurs possible de déterminer l'influence des diverses géométries de canaux sur le profil de température. Cependant les équations mises en jeu peuvent être difficiles à résoudre, notamment lorsque le couplage entre la mécanique et la thermique est présent. C'est le cas pour les élastomères, où la viscosité du matériau dépend à la fois de la vitesse de cisaillement mais également de la température. Il est donc rare que les industriels se lancent dans des campagnes de simulation lourdes et coûteuses.

La création d'un outil de caractérisation de la thermique de l'écoulement, outil précis et applicable au monde industriel fut le principal enjeu de cette thèse.

Objectifs

Notre travail concerne l'étude et l'analyse de l'écoulement de mélanges élastomères. Il vise à prédire le comportement thermique, rhéologique et cinétique du mélange dans des conditions industrielles de mise en œuvre. Les objectifs visés sont les suivants :

- Mesurer et comparer le niveau d'auto-échauffements de la matière dans diverses géométries d'écoulement
- Déterminer le potentiel de grillage en déterminant la consommation de l'induction de la réaction

Pour y arriver, un dispositif expérimental permettant la mesure de température, de débit et de pression est développé. Sa conception s'appuie sur les résultats de trois thèses précédentes. La thèse de Karkri [Karkri, 2004] a permis l'étude du profil de température d'entrée d'un écoulement stationnaire (extrusion) de thermoplastique dans un canal de section rectangulaire. Celle de Pujos [Pujos, 2006] a permis de convoluer les effets thermiques et mécaniques sur la rhéologie du matériau, dans des conditions d'écoulement identiques à celles de Karkri. La thèse de Wielhorski [Wielhorski, 2009], durant laquelle un outil similaire a été développé, de section cylindrique, a permis l'étude d'un écoulement transitoire (injection). Ceux-ci s'appuient principalement sur des mesures pariétales ou locales.

L'objectif central des mesures avec le dispositif développé est la possibilité de déterminer les champs de température directement dans l'écoulement, et leur évolution à travers diverses géométries. C'est dans ce cadre que le principe de mesure de température intrusive est utilisé, dans un concept novateur appelé Cellule de Mesures de Températures (CMT) (Figure 3).



Figure 3 : Photographie d'une cellule de mesure température (CMT)

Démarche d'étude

Dans un premier temps, nous présentons un état de l'art reprenant les généralités d'un écoulement d'élastomère. Les deux procédés de mise en forme concernés par l'étude, l'extrusion et le moulage par injection sont présentés, avec un focus sur l'importance de la température de la matière. Après un rapide historique des connaissances sur le phénomène de dissipation visqueuse, nous nous intéressons à certaines études numériques le concernant. Les travaux antérieurs cités plus haut sont ensuite présentés, autant du point de vue des dispositifs expérimentaux développés que de la démarche suivie pour la détermination du champ thermique dans l'écoulement. Dans notre travail, nous souhaitons déterminer les températures dans l'écoulement de manière directe. C'est pourquoi, un intérêt particulier est apporté aux méthodes de mesures de température développées par le passé. Ces méthodes peuvent être non-intrusives, c'est-à-dire en dehors de la matière en écoulement ou intrusives. Nous verrons dans les deux cas les avantages et inconvénients de ces méthodes, et expliquerons les nouveautés apportées par notre étude.

Le second chapitre de cette thèse traite de la caractérisation du matériau utilisé. Il s'agit d'un élastomère EPDM (éthylène-propylène-diène-monomère). Ses caractéristiques thermophysiques, rhéologiques et son comportement réactionnel sont déterminées. L'outil de mesure intrusif développé dans notre travail est dimensionné à partir d'une étude de sensibilité. Cette étude, menée au moyen de simulations numériques permet d'évaluer la réponse du capteur aux variations de température dans l'écoulement. Le dispositif expérimental, filière adaptable en sortie de machine de mise en forme, est ensuite entièrement décrit. Sa conception s'est réalisée autour des CMT, et chaque élément de l'outillage a été pensé de façon à répondre aux exigences en termes de tenue mécanique et de contrôle thermique. Nous détaillons alors son instrumentation.

Dans le troisième chapitre, nous présentons les expérimentations menées avec une géométrie d'écoulement cylindrique droite. L'objectif de ces premières mesures est de développer une méthode depuis les expérimentations jusqu'à l'exploitation des résultats. Les mesures effectuées en entrée de l'écoulement sont exploitées et rapprochées du comportement thermomécanique du système vis-fourreau de l'extrudeuse. Un traitement des mesures est effectué dans le but d'évaluer l'évolution des températures dans le canal d'écoulement. A l'aide du logiciel numérique ANSYS POLYFLOW, nous effectuons une comparaison avec les mesures. Enfin, l'utilisation conjointe de l'outil numérique et des mesures nous permet d'évaluer le potentiel énergétique de la géométrie canal droit, c'est à dire l'énergie dissipée dans l'écoulement, et nous menons une étude cinétique à partir d'un suivi de particules.

En se basant sur la géométrie de canal cylindrique présentée dans le chapitre 3 comme référence, nous appliquons la méthode d'expérimentations et de traitement développée sur diverses autres géométries (coude, té, changements de diamètre). Les résultats correspondants font l'objet du chapitre 4. Dans cette partie, nous comparons les résultats obtenus à l'écoulement cylindrique droit, et utilisons l'outil numérique afin d'exploiter au mieux les mesures effectuées, et expliquer les phénomènes observés expérimentalement. Ce chapitre est par ailleurs l'occasion d'effectuer une comparaison des géométries testées d'un point de vue énergétique.

Enfin, le bilan de notre étude est fait et nous donnons quelques perspectives de poursuite, ou de travaux approchés durant la thèse et nécessitant des recherches complémentaires.

Chapitre I. Etat de l'art

I.1	Généralités sur les écoulements de fluides visqueux et leur mise en forme.....	18
I.1.1	<i>Quelques mots sur les élastomères</i>	18
I.1.2	<i>Comportement en écoulement</i>	20
I.1.3	<i>Mise en œuvre des élastomères</i>	25
I.2	Etude de la dissipation visqueuse	29
I.3	Méthodes de mesure de température dans les écoulements	42
I.3.1	<i>Mesures non-intrusives</i>	42
I.3.2	<i>Mesures intrusives</i>	45

Dans ce chapitre, nous proposons un état de l'art sur les écoulements de fluides visqueux, sur le phénomène de dissipation visqueuse et enfin sur les mesures de température dans les écoulements.

I.1 Généralités sur les écoulements de fluides visqueux et leur mise en forme

Il existe trois grandes familles de polymères : les thermoplastiques, les thermodurcissables et les élastomères. Les thermoplastiques sont des polymères qui deviennent plastiques sous l'action de la chaleur, de façon réversible, tandis que les thermodurcissables le deviennent de manière irréversible. Les élastomères sont des polymères amorphes, dont la principale caractéristique est la grande longueur des chaînes moléculaires qui les constituent. Ayant la particularité de présenter une température de transition vitreuse largement inférieure à la plage de température d'utilisation (de -110°C à -20°C selon le type d'élastomère) [Ifoca, 1984], ils sont par ailleurs les seuls matériaux industriels qui recouvrent leurs dimensions initiales après avoir subi une déformation importante. Ces particularités en font un matériau indispensable à de très nombreuses applications. Sa production en 2011 fut de 7,7 millions de tonnes en Europe dont 930 milles en France².

Dans ce travail nous utiliserons un élastomère. Nous détaillons ici des généralités sur ce type de matériau, ainsi que son comportement en écoulement.

I.1.1 Quelques mots sur les élastomères

L'élastomère le plus connu est le caoutchouc naturel ou polyisoprène. Il est issu de la récolte de latex principalement sur les *hévéa brasiliensis*, d'où il tire son nom³. Bien que l'arbre soit originaire d'Amazonie, la plus grande partie de la production de latex provient du sud-est de l'Asie. A noter que le latex peut être récolté à partir d'autres plantes, notamment la *guayule* et le *kok-saghyz* (pissenlit de Russie). Ces derniers ont été largement utilisés lors de la seconde guerre mondiale pour pallier la pénurie de caoutchouc naturel provenant de l'Asie, et font aujourd'hui encore le sujet de recherches pour contrer la demande croissante de caoutchouc naturel notamment par la Chine [Buranov, 2010][Dalton, 2013].

Apporté pour la première fois par Charles Marie de la Condamine en 1745, il fallut attendre le début du 19^{ème} siècle avant que Charles Goodyear découvre le procédé de vulcanisation en 1839 et le brevète quelques années plus tard [Goodyear, 1844]. La vulcanisation des caoutchoucs procurera aux élastomères les caractéristiques mécaniques et la résistance aux attaques ambiantes suffisantes pour les applications auxquelles ils sont destinés [Oudet, 1993], et sera à l'origine de leur essor depuis ce jour. En raison de la forte demande de produits élastomères (en particulier en raison du développement intense de l'automobile), et avec parfois des spécificités techniques que le caoutchouc naturel ne peut fournir, une nouvelle famille apparut au début du 19^{ème} siècle, avec le travail de Fritz Hofmann qui développa le tout premier caoutchouc synthétique [Hofmann, 1913]. Ceux-ci sont conçus à partir d'hydrocarbures et ont permis durant tout le 20^{ème} siècle de répondre à des demandes spécifiques industrielles, par exemple de présenter une meilleure résistance aux conditions extérieures, à l'usure, etc. Ils représentent actuellement les 2/3 du marché des élastomères.

Dans sa forme de base, un élastomère est un enchevêtrement de chaînes macromoléculaires, formées d'un ou plusieurs motifs élémentaires appelés monomères. Sous l'action de contraintes, ces

² Syndicat national du caoutchouc et des polymères

³ Son appellation française est liée au nom que donnait les indiens Tupi à l'arbre : "*Cao-o-tchu*", littéralement *le bois qui pleure*, le nom anglais fait quant à lui référence à sa capacité à effacer l'encre (« to rub » : froter)

chaînes peuvent très aisément se désenchevêtrer et amener le caoutchouc à un écoulement visqueux (Figure I-1a). L'étape de vulcanisation, à l'aide d'un agent de vulcanisation (généralement du soufre) et de chaleur, permet la liaison chimique des chaînes en un réseau, par création de pontages entre les chaînes (Figure I-1b). Le caoutchouc est ainsi transformé en un solide élastique, rendant son écoulement impossible et augmentant fortement ses caractéristiques mécaniques.

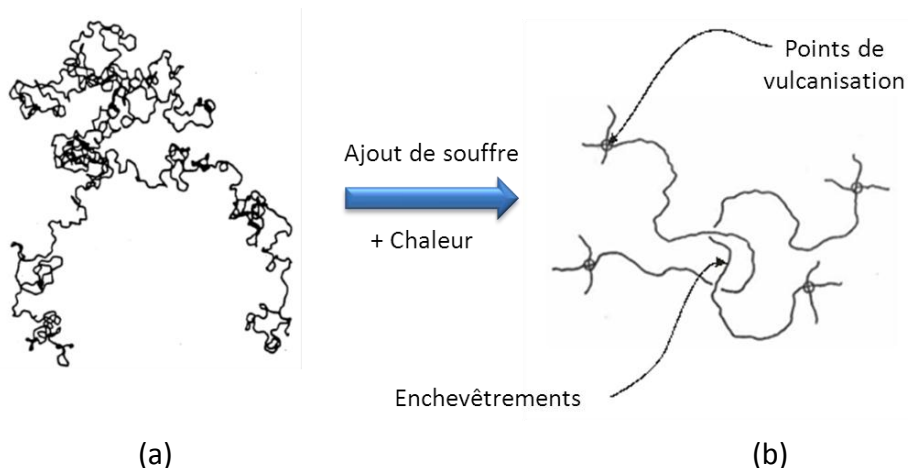


Figure I-1 : Principe de la vulcanisation d'un élastomère, (a) élastomère cru [Treloar, 2005], (b) élastomère vulcanisé, pontages et enchevêtrement [Gent, 2005]

La vulcanisation d'un élastomère se déroule en trois étapes, présentées sur la Figure I-2.

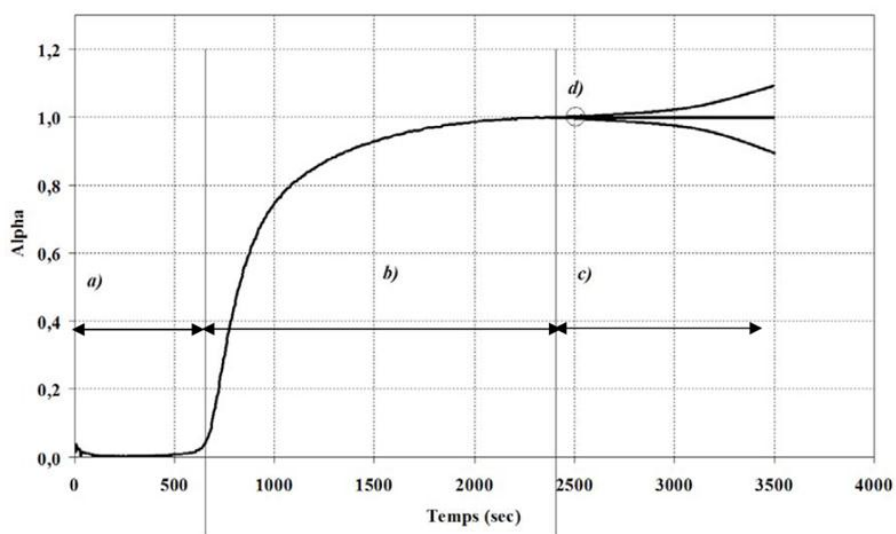


Figure I-2 : Principales étapes de la réaction de vulcanisation, (a) phase d'induction, (b) phase de cuisson, (c, d) phase de réversion

- une étape d'induction, durant lequel le mélange est mis en chauffe, mis en forme (extrusion par exemple), ou introduit dans un moule (moulage par injection). Durant cette étape, la matière ne subit, en théorie, aucune modification de ses caractéristiques physiques (Figure I-2, a)
- une étape de cuisson, durant laquelle des ponts de soufre sont créés entre les macromolécules de l'élastomère (Figure I-2, b)
- une dernière phase, durant laquelle la matière peut subir une réversion ou une dégradation (Figure I-2, c,d)

Les cinétiques sont dépendantes de la température de la matière. On considère classiquement que pour chaque dizaine de degrés supplémentaires, le temps d'induction est réduit par moitié. Ce phénomène est illustré sur la Figure I-3 qui présente des cinétiques de cuisson mesurées sur un caoutchouc naturel à différentes températures [El Labban, 2008].

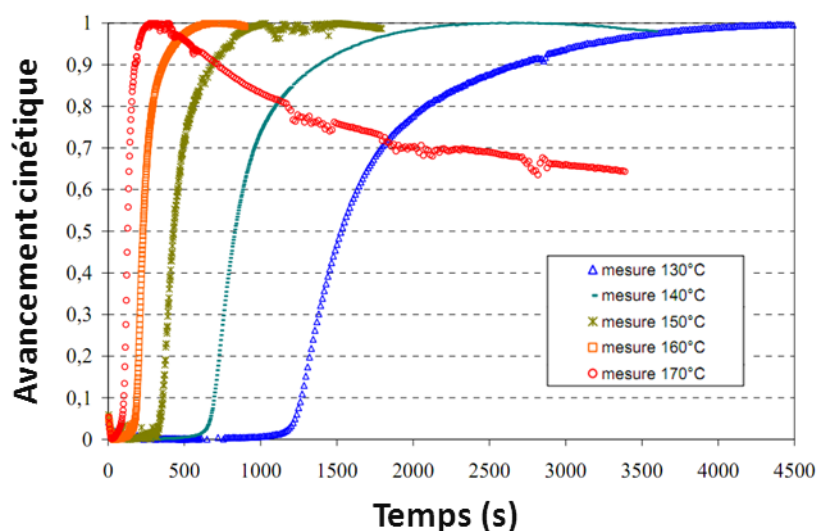


Figure I-3 : Cinétiques de vulcanisation d'un caoutchouc naturel [El Labban, 2008]

La température impacte fortement le déroulement de la vulcanisation du caoutchouc. Le temps de démarrage de la réaction, c'est-à-dire la phase d'induction, est fortement réduit et le temps de cuisson est largement diminué.

On comprend donc que la connaissance de la température sera fondamentale pour prédire le temps nécessaire de cuisson du mélange, avant son démoulage. Pour les mêmes raisons, il est nécessaire de connaître parfaitement la température de l'écoulement pour éviter toute cuisson prématurée de la matière. En effet, si le temps d'induction est dépassé alors que la matière est encore dans les canaux d'injection d'un moule, la viscosité augmente considérablement et les canaux d'alimentation se retrouvent bloqués. La production est alors arrêtée, et le moule doit être entièrement vidé.

I.1.2 Comportement en écoulement

I.1.2.1 Viscosité et rhéologie

Lorsqu'un fluide est considéré comme newtonien, on suppose que les contraintes de cisaillement sont proportionnelles au gradient de vitesse. On considère donc que :

- Les seules contraintes dans l'écoulement sont les contraintes de cisaillement
- La viscosité est indépendante de la vitesse de cisaillement
- La viscosité est indépendante du temps

Lorsqu'au moins l'une de ces hypothèses est erronée, nous sommes dans le cas d'un fluide non-newtonien. C'est le cas de la plupart des polymères dont la viscosité est fortement dépendante de la vitesse de cisaillement et présente un comportement très dépendant de sa structure. On peut noter entre autres les fluides au comportement rhéofluidifiant ou pseudoplastique, au comportement rhéoépaississant, ou les fluides dits de Bingham qui ne s'écoulent qu'à partir d'une contrainte seuil (Figure I-4).

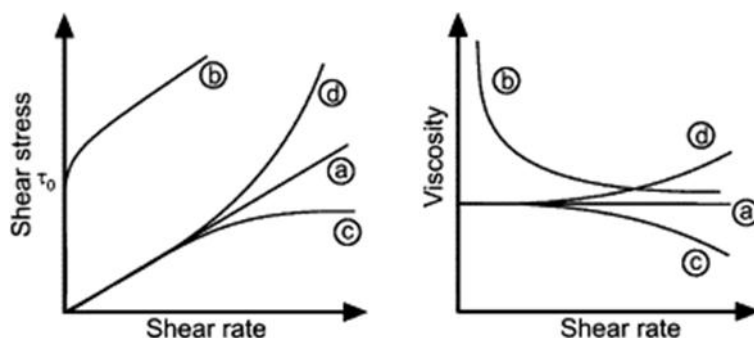


Figure I-4 : Comportement rhéologique des fluides dits « complexes » [Sommer, 2007] :
 (a) newtonien, (b) de Bingham, (c) rhéofluidifiant ou pseudoplastique, (d) rhéoépaississant

Le fluide qui sera utilisé durant notre étude présente un comportement pseudoplastique. Une explication de la pseudoplasticité des polymères est fournie par Graessley et Bueche [Graessley, 1967] [Bueche, 1968] sur la base du concept d'enchevêtrement des macromolécules formant le polymère. Il existe un temps λ_t en dessous duquel les contraintes subies n'entraînent qu'une déformation momentanée du matériau. Une fois les sollicitations terminées, celui-ci reviendra à sa forme initiale, tandis que dans le cas d'une contrainte d'un temps supérieur à λ_t , les chaînes se désenchevêtrent et le matériau s'écoule. Le comportement d'un matériau pseudoplastique est illustré par le schéma d'un rhéogramme sur la Figure I-5.

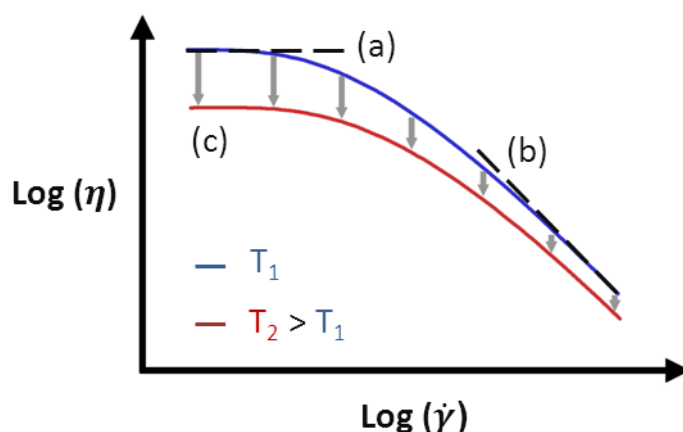


Figure I-5 : Evolution de la rhéologie en fonction des vitesses de cisaillement dans le cas d'un fluide pseudoplastique

Un temps inférieur à λ_t correspond en effet au plateau newtonien parfois observé pour de très faibles vitesses de cisaillement (Figure I-5, a), tandis qu'au-delà on observe l'écoulement pseudoplastique : la déformation sera de plus en plus facilitée à mesure que les vitesses de cisaillement augmentent (Figure I-5, b). On attribue ce phénomène à l'enchevêtrement des macromolécules, des sollicitations durant un temps suffisant permettent de les délier et donc de permettre leur écoulement. Un autre paramètre influe de façon importante sur la viscosité du mélange : la température. Plus celle-ci est élevée plus la viscosité diminue (Figure I-5, c). C'est d'ailleurs pourquoi la matière est portée à haute température afin de faciliter sa mise en forme ou son écoulement.

Un comportement non-newtonien important est la viscoélasticité. La réponse du fluide à une déformation présente à la fois un aspect visqueux (où les contraintes sont proportionnelles aux vitesses de déformation) et un aspect élastique (où les contraintes sont proportionnelles aux déformations). Les élastomères sont en effet des matériaux qui peuvent réagir même après des

temps longs en fonction de l'historique des contraintes subies. Le comportement viscoélastique des élastomères est par exemple à l'origine d'effets tels que l'effet Weissenberg [Dealy, 1977], ou le gonflement en sortie de filière [Liang, 1995]. La viscoélasticité d'un mélange a une influence directe sur la qualité de la pièce, par exemple ses dimensions finales en extrusion, d'où le nombre très important d'études visant à sa prédiction [Normandin, 1999] [Aloku, 2010]. Mais les effets sont reconnus comme tout aussi importants lors de contractions (changements de dimensions de la conduite) dans l'écoulement [Ardakani, 2011], par exemple en rhéométrie capillaire avant l'entrée dans les filières [Sombatsompop, 2001] [Liang, 2005] [Borg, 2008] [Ansari, 2012]. On retrouve aussi des études sur le comportement viscoélastique de la matière dans les vis d'extrusion [Braun, 2008] ainsi que pour l'étude de la phase de remplissage de la matière [Baltussen, 2010]. Dans la majorité des études, la viscoélasticité n'est cependant pas prise en compte [Kang, 2002] [Ghoreishy, 2005] [Connelly, 2007] [Ha, 2008] [Hassan, 2008], et nous nous intéresserons dans notre étude uniquement au comportement visqueux de notre matériau.

1.1.2.2 Vitesse d'écoulement d'un fluide pseudoplastique

Lors de l'écoulement d'un fluide, la forme de son profil de vitesse est liée à sa viscosité. Contrairement aux fluides newtoniens, le profil de vitesse d'un fluide à forte viscosité n'est pas parabolique. Au centre de l'écoulement existe un plateau, dont la taille dépend directement de la pseudoplasticité du mélange. On parle d'écoulement de poiseuille laminaire. La Figure I-6 présente l'influence de la pseudoplasticité sur le profil de vitesse.

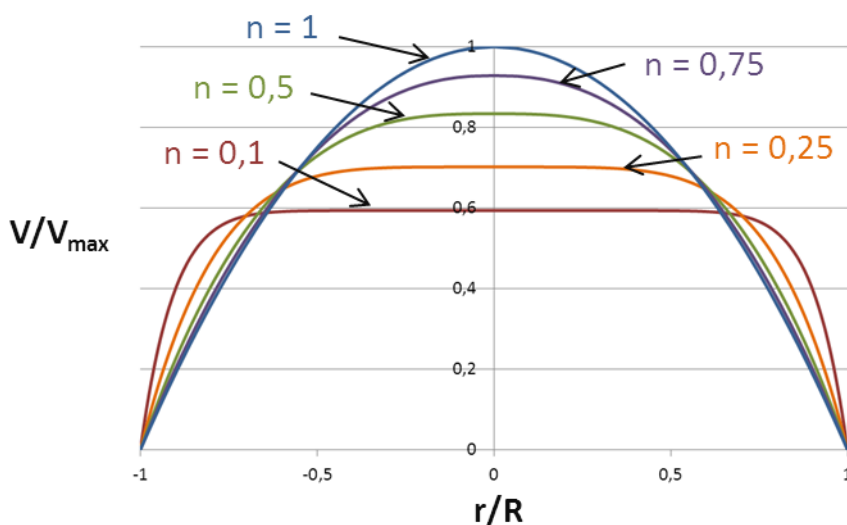


Figure I-6 : Profil de vitesse dans un écoulement de Poiseuille laminaire

Pour caractériser la dépendance de la viscosité aux vitesses de cisaillement, les rhéologues utilisent un indicateur, appelé indice de pseudoplasticité n . Plus n est faible, plus la viscosité du mélange décroît avec l'augmentation du cisaillement, et plus le profil de vitesse adoptera un profil avec plateau pseudoplastique au centre de l'écoulement. Si bien que dans le cas d'un mélange fortement pseudoplastique, les vitesses de cisaillement sont concentrées près des parois. À l'inverse un écoulement newtonien, dont la viscosité ne dépend pas des vitesses de cisaillement, où $n = 1$, présentera un profil de vitesse de forme parabolique.

Remarque sur les vitesses de glissement

Les vitesses de glissement du polymère à la paroi sont un problème récurrent de l'étude des écoulements de polymères. D'une part car leur influence peut se retrouver sur les dimensions finales

de produit [Ha, 2008], d'autre part car elles peuvent influencer de façon importante lors des essais rhéométriques. Une récente revue d'articles revient sur les avancées en matière de détermination du glissement à la paroi, des paramètres l'influant, et sur les avancées théoriques à son sujet [Sochi, 2011]. Dans notre travail, nous considérons que la matière ne glisse pas à la paroi, comme la majorité des études réalisées par le passé [Li, 2000] [Jaluria, 2002] [Ghoreishy, 2005] [Connelly, 2007] [Hassan, 2008] [Karkri, 2008] [Pujos, 2008] [Ganvir, 2009] [Aloku, 2010] [Mitsoulis, 2010].

I.1.2.3 Thermique de l'écoulement

Lors de la mise en œuvre d'un polymère, l'énergie mécanique fournie par la vis en rotation ou par le piston, est utilisée pour la déformation du fluide, sa mise en mouvement, mais une partie est également convertie en énergie interne. Cette énergie interne est le résultat de frottements entre les couches de fluides et est à l'origine d'une élévation de température au sein de la matière, appelée dissipation visqueuse, qui est le résultat des contraintes τ dans le fluide et des gradients de vitesse. La fonction de dissipation Φ s'écrit [Denn, 2008] :

$$\Phi = \tau : \nabla V \quad (1)$$

Les auto-échauffements par dissipation visqueuse sont concentrés là où les vitesses de cisaillement sont les plus importantes, près de la paroi. Cette énergie dissipée dans l'échauffement entraîne une évolution de la thermique de l'écoulement que nous allons détailler, en nous appuyant sur la Figure I-7.

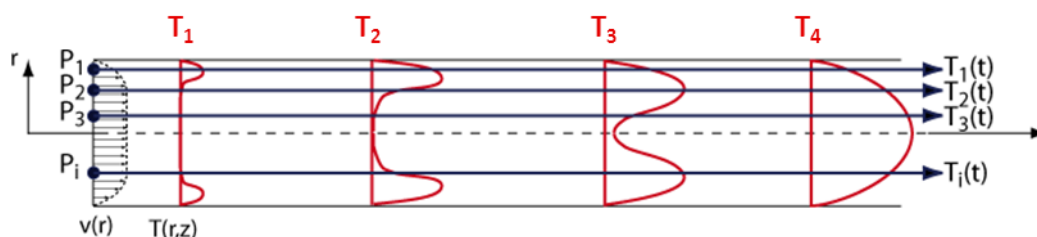


Figure I-7 : Profil de vitesse dans un écoulement de Poiseuille laminaire

Nous pouvons distinguer trois régimes thermiques différents.

Au début de l'écoulement, les auto-échauffements sont encore faibles, et l'énergie est consacrée à l'échauffement du fluide. Les flux de pertes à la paroi sont encore inexistantes, c'est pourquoi on parle de **régime adiabatique**. Ces faibles échauffements sont toutefois déjà à l'origine d'élévations de température localisées près de la paroi (Figure I-7, d). A noter que dans la littérature anglophone, les auteurs ont tendance à utiliser le terme « shoulder » (littéralement « épaule ») pour parler de ces pics. Dans ce manuscrit nous emploierons le terme « pics de dissipation visqueuse ».

Plus loin dans l'écoulement, l'énergie dissipée est à l'origine d'un gradient de température entre la paroi et le mélange en écoulement qui rend la conduction à la paroi non-négligeable. La dissipation visqueuse se répartit entre les flux de pertes et l'échauffement du fluide, on parle de **régime transitoire**. Les pics de dissipation sont de plus en plus importants, et la température peut évoluer au centre de l'écoulement par conduction radiale (Figure I-7, T_2, T_3).

Enfin, très loin dans l'écoulement, on parle de **régime d'équilibre** lorsque les flux de pertes équivalent la dissipation dans le fluide. Dans ce cas, on ne distingue plus les pics de dissipation visqueuse mais le profil de température est centré dans l'écoulement (Figure I-7, T_4). Dans la réalité ce régime est rarement atteint. Il faudrait des longueurs d'écoulement très élevées, ou des vitesses d'écoulement très faibles.

Pour évaluer le type de régime d'écoulement dans lequel on se trouve, on peut utiliser le nombre de Cameron (équation 2).

$$Ca = \frac{aL}{\bar{V}R^2} \quad (2)$$

Avec $a = \frac{\lambda}{\rho c_p}$ la diffusivité thermique, \bar{V} la vitesse moyenne d'écoulement du fluide et R le rayon de la conduite. Ce nombre, qui est en réalité l'inverse du nombre de Graetz [Graetz, 1889] [Winter, 1975], représente le rapport entre la conduction radiale et la convection dans la direction de l'écoulement. Une valeur de Cameron inférieure à 10^{-2} signifiera que la conduction vers les parois est négligeable devant la convection dans la direction de l'écoulement (régime adiabatique), et une valeur de Cameron supérieure à 1 indiquera que l'évolution de la température dans le sens d'écoulement est faible devant la conduction transverse (régime d'équilibre). Entre ces deux valeurs, le régime thermique de l'écoulement sera considéré comme transitoire.

1.1.2.4 Comportement en écoulement d'un fluide pseudoplastique dans des conditions de mise en œuvre

Très schématiquement, nous pouvons résumer les effets combinés de la vitesse et de la température sur la viscosité, dans le cas d'un fluide pseudoplastique en écoulement de poiseuille laminaire, et dans des conditions de mise en œuvre sur la Figure I-8.

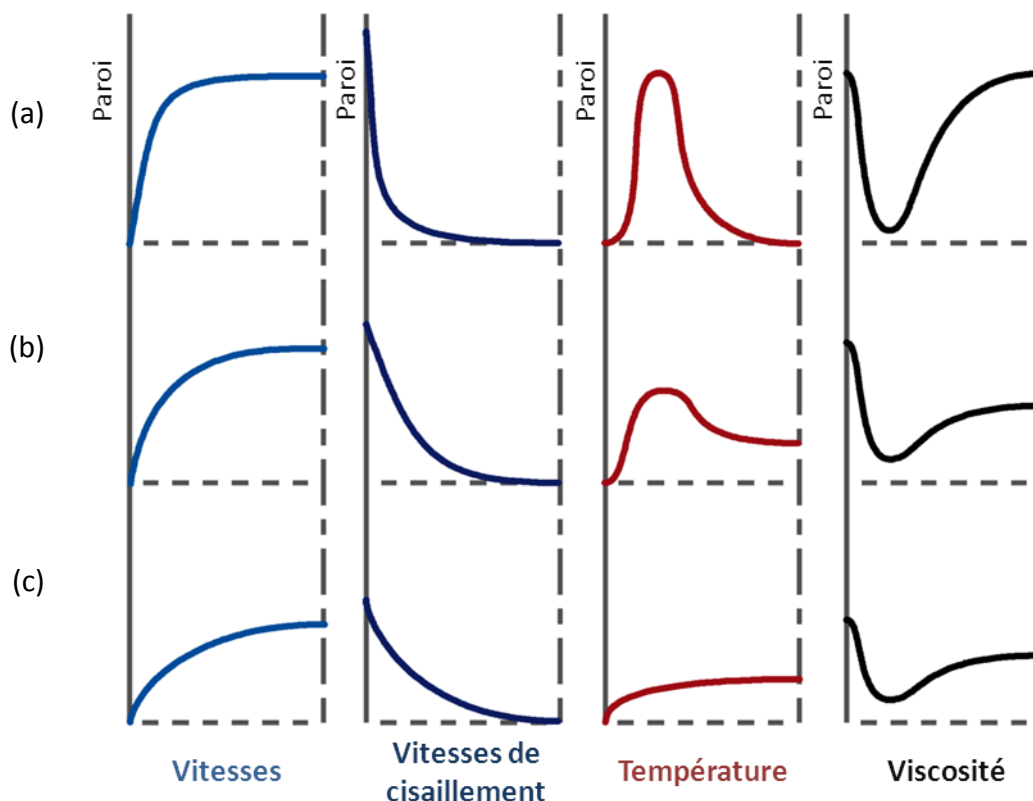


Figure I-8 : Profils de vitesse, de vitesse de cisaillement, de température et de viscosité pour un écoulement poiseuille laminaire pseudoplastique, à fort débit (a), débit moyen (b) et faible débit (c)

A faible débit (Figure I-8, c), le comportement pseudoplastique n'est pas trop marqué sur le profil de vitesse car les vitesses de cisaillement restent faibles. La température augmente légèrement, et est transmise par conduction transverse au centre de l'écoulement. La viscosité

décroît là où les vitesses de cisaillement sont les plus élevées, et légèrement au centre en raison de la température plus importante.

A moyen débit (Figure I-8, b), le comportement pseudoplastique est plus marqué de par l'augmentation des vitesses de cisaillement. Des pics de dissipation visqueuse apparaissent, même si l'influence de la conduction transverse dans l'écoulement est toujours présente. La viscosité est plus impactée par les vitesses de cisaillement à la paroi et par la température sur l'ensemble du profil.

A fort débit, (Figure I-8, a), le profil de vitesse est très marqué par la pseudoplasticité. Les vitesses de cisaillement sont concentrées à la paroi. La conduction radiale devient négligeable en raison des vitesses très élevées, et l'élévation de température est essentiellement concentrée en paroi. La viscosité est principalement impactée par les vitesses de cisaillement et le pic de dissipation. Au centre de l'écoulement l'absence de hausse de température ou de vitesse de cisaillement conséquente n'entraîne aucune variation notable de la viscosité.

1.1.3 Mise en œuvre des élastomères

Il existe de nombreux procédés de mise en œuvre des élastomères : l'extrusion, qui permet entre autres de réaliser des profilés en continu, l'injection, opération cyclique permettant de réaliser des pièces complexes en une seule opération, le soufflage de corps creux, pour la création de bouteilles par exemple, le filage textile et le calandrage. Dans cette partie, nous présentons des rappels sur les deux procédés liés à l'étude : l'extrusion, et le moulage par injection. Dans chaque cas, le regard est porté sur l'importance de la température du mélange mis en œuvre.

1.1.3.1 Extrusion

Bien que le principe de l'extrusion, c'est à dire l'utilisation d'une vis sans fin soit connu depuis longtemps, et ait notamment été utilisé au 16^{ème} siècle par Léonard de Vinci pour transporter de l'eau, il fallut attendre le milieu du 19^{ème} siècle avant que ce procédé ne soit adapté aux matières polymères. Le premier brevet sur l'extrusion fut déposé en Angleterre par Brooman en 1848 [Brooman, 1848] pour l'isolation de câbles télégraphiques. Le procédé consistait alors en un piston situé dans un fourreau chauffé à la vapeur. L'extrusion à vis débuta en 1879 [Gray, 1879] et fut alors utilisée dans le même but d'isolation de câbles télégraphiques notamment avec du caoutchouc naturel. De nombreuses améliorations furent apportées au 19^{ème} et au 20^{ème} siècle avec entre autres :

- L'apparition de vis à pas variable [Desgoffe, 1883]
- Le principe de vis multi-étagée
- Le développement des extrudeuses alimentées à froid
- L'amélioration des vis d'extrusion pour obtenir une meilleure homogénéisation et un meilleur mélangeage de la matière, comme la vis barrière de Maillefer, avec la présence d'un filet supplémentaire
- Le développement d'extrudeuses bi-vis permettant un meilleur mélangeage avec notamment des systèmes co-rotatifs, interpénétrés ou aux profils conjugués [Agassant, 1996]

De nos jours le procédé d'extrusion est très largement utilisé dans la mise en forme des polymères, ainsi que dans d'autres domaines tels que le bâtiment ou l'agro-alimentaire. Dans le cadre de la mise en œuvre des élastomères, l'extrusion est utilisée à tous les stades : elle permet l'alimentation d'équipements de mise en forme (mélangeurs internes, calandres), la préparation de produits « semi-finis » (c'est-à-dire qu'ils subissent encore des opérations après la sortie du procédé) et « finis » (les produits sont vulcanisés en ligne). Elle permet de réaliser des pièces telles que des

câbles électriques, des tuyaux, des joints d'étanchéité, etc. Le procédé d'extrusion s'est imposé sur le marché pour les nombreux avantages qu'il offre :

- Possibilité de réaliser des profils très complexes avec grande précision
- Seul procédé permettant d'obtenir des pièces de très grande longueur
- Aptitude à extruder autour de matériau, par exemple pour le gainage de fils, ou à ajouter des inserts métalliques
- La production peut atteindre des vitesses très élevées (par exemple, 3000 m/min de câbles électriques)
- Bien que le procédé nécessite une phase de réglage au préalable, une fois la production lancée celle-ci peut se dérouler de façon continue pendant très longtemps

Une extrudeuse, également appelée boudineuse, est une machine qui permet de mettre en pression de la matière afin de la forcer à passer à travers une filière de section précise, lui procurant sa forme finale. Le type le plus commun est l'extrudeuse monovis dont le principe pour l'extrusion de thermoplastique est présenté schématiquement sur la Figure I-9.

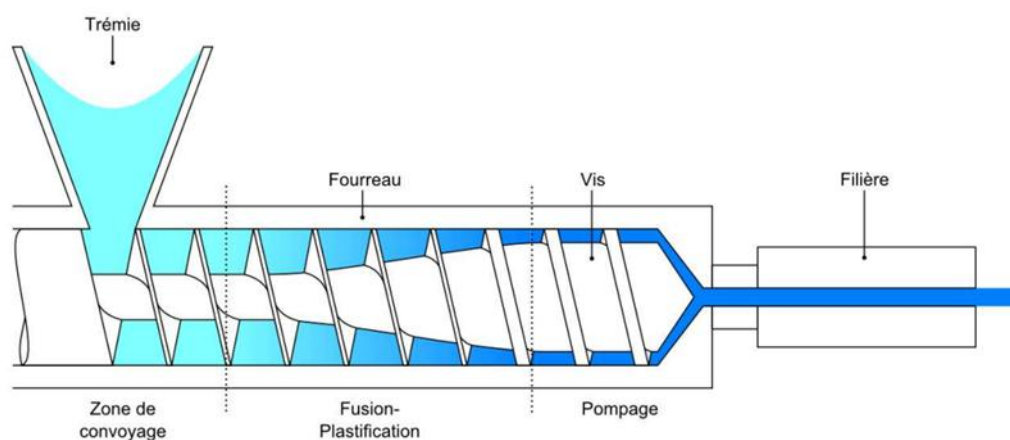


Figure I-9 : Schéma d'une extrudeuse monovis pour les thermoplastiques

La matière est introduite par une trémie sous la forme de granulés ou de bandes. L'utilisation d'un galet bourreur, cylindre placé tangentiellement à la vis, permet de stabiliser l'alimentation de celle-ci et permet d'éviter les irrégularités dans l'alimentation. Une vis sans fin, mue par un groupe motoréducteur, permet d'acheminer le mélange jusqu'à la tête d'extrudeuse où est positionnée une filière qui procurera au mélange sa forme finale. On note la présence de trois zones fonctionnelles correspondant à un état différent de la matière. La zone de convoyage, où la profondeur de chenal reste constante, permet d'entraîner le mélange vers la filière. La zone de fusion/plastification est une zone où les transferts de chaleur depuis le fourreau et la vis régulés en température, ainsi que les frottements, entraînent la fusion du polymère. En général, une réduction de la taille du chenal dans cette zone permet d'augmenter la pression de façon à réduire la part de matière solide. Le mélange atteint ensuite la zone de pompage sous un état entièrement fondu. La profondeur du chenal y est faible et le mélange est ensuite forcé à travers la filière.

Dans le cas de l'extrusion d'élastomère, la matière ne subit pas de changement de phase. Son état dans la zone de plastification peut être assimilé à celui d'un polymère dans la zone de pompage, où il est complètement fondu. Il existe un grand nombre de types de vis, nous allons nous intéresser en particulier à celle qui sera utilisée dans ce travail, qui est une vis de type COLMEC de diamètre 45 et de rapport longueur sur diamètre 22. Sa photographie et les fonctions des différentes parties la composant sont présentées sur la Figure I-10.

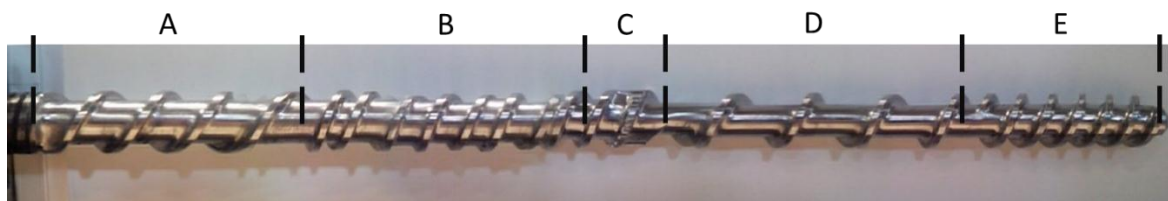


Figure I-10 : Description de la vis utilisée lors des expérimentations, de type COLMEC, $\varnothing 45$, $L/D = 22$, (A) zone d'alimentation, (B et D) zones de compression, (C) zone de dégazage, (E) zone de pompage

La vis se décompose en cinq zones [Cheymol, 2006]:

- La zone d'alimentation (Figure I-10, A), où la vis est formée d'un simple filet de pas et de profondeur constants, permet d'approvisionner le mélange
- Une première zone de compression (Figure I-10, B), est formée d'un double filet avec une profondeur du chenal variable et permet de cisailier, de chauffer et d'homogénéiser le mélange initialement introduit à froid
- La zone de dégazage (Figure I-10, C), où la matière est déchirée et ne remplit plus la vis en raison de l'augmentation de la profondeur du chenal, une prise de vide permet alors de réaliser un dégazage
- Une seconde zone de compression (Figure I-10, D), ayant le même rôle que la première (plastification, homogénéisation et montée en pression)
- La zone de pompage (Figure I-10, E), aux dimensions de filet et de chenal constantes permet d'alimenter la filière à pression constante

Le procédé d'extrusion a fait l'objet de très nombreuses recherches visant à accéder à un meilleur contrôle de celui-ci, majoritairement dans le domaine des plastiques. L'industrie des élastomères ne dispose pas d'autant de recul et de connaissances sur ce procédé, pourtant très complexe. Sont par exemple en jeu la qualité d'homogénéisation thermique de la matière selon les vis [Stevens, 1995] [Lawal, 1997] [Limper, 2002] [Rauwendaal, 2002] [Ghoreishy, 2005] [Chang, 2012], et les paramètres imposés, comme la vitesse de rotation de la vis, la température de régulation ou encore le type de vis [Koscher, 2003]. Koscher observa par exemple une augmentation de la température de 30°C en sortie d'extrudeuse avec une augmentation de la vitesse de rotation de 10 à 60 tr/min. Ce paramètre est crucial puisque lors de la vulcanisation en ligne des produits extrudés, des temps très larges de démarrage de réaction (temps d'induction) sont prévus. Mais une telle augmentation de température pourrait mener au grillage de la matière. Une connaissance précise de l'historique thermique permettrait d'un autre côté de réduire ces temps, et donc d'accéder à de meilleurs débits de production.

Par ailleurs de nombreuses études s'intéressent aux instabilités d'extrusion [Black, 2000] [Kumar, 2001] [Dubrock-Baritaud, 2008]. Certaines ont mis en relation leur apparition avec l'effet de la température [Petrie, 1976] [Tordella, 1969] [Baik, 1998] [Liang, 2004], en soulignant l'aptitude de la température à repousser l'apparition des instabilités volumiques, bien qu'il soit généralement admis qu'elle ne présente qu'un effet négligeable [Combeaud, 2004]. Ce phénomène reste cependant intimement lié aux vitesses glissement en paroi, qui fait l'objet d'études pour la prédiction de la forme des pièces extrudées, et dont la relation avec la température a été mise en évidence [Liang, 2004B] [Ha, 2008]. Un dernier aspect est le gonflement en sortie de filière qui reste un problème industriel important pour la qualité des produits conçus. Liang [Liang, 1996] démontra, qu'à taux de cisaillements égaux, l'augmentation de température entraînait une diminution du gonflement de l'extrudat. Certaines études permettent de prédire le gonflement à partir de la connaissance de la filière [Ha, 2008] ou à l'inverse de concevoir la filière à partir de la forme souhaitée [Vaddiraju, 2004] [Ridene, 2010].

I.1.3.2 Moulage par injection élastomère

A la différence du procédé d'extrusion, le moulage par injection est un procédé cyclique, permettant de fabriquer des pièces de géométrie complexe en une seule opération [Ifoca, 1984]. Une vis permet d'alimenter le procédé en matière ainsi que la plastification de celle-ci. Le mélange est introduit dans une chambre intermédiaire, un piston assure ensuite l'injection de la matière dans le moule (Figure I-11).

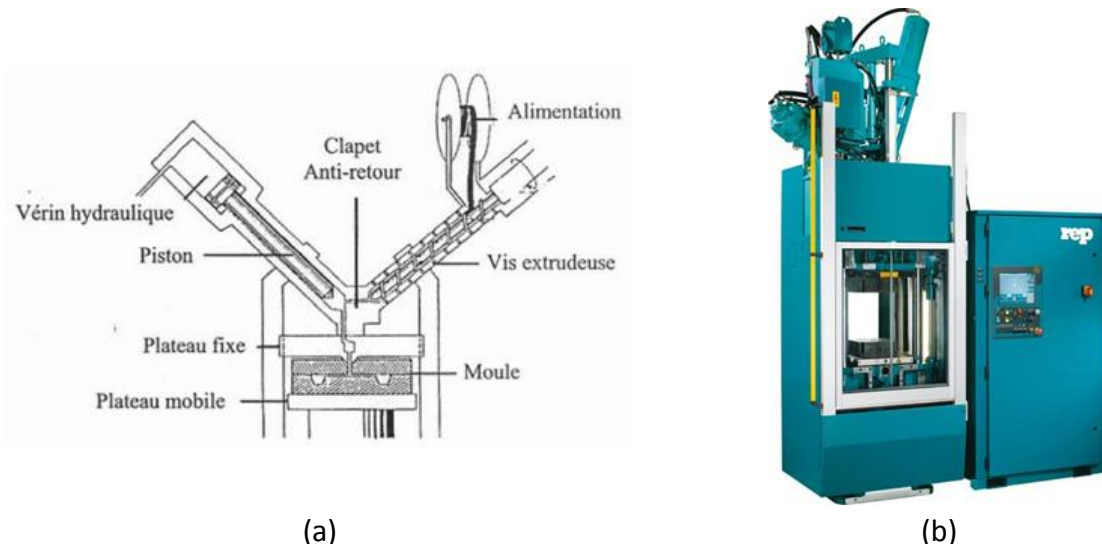


Figure I-11 : (a) schéma de principe du moulage par injection avec extrudeuse et piston, (b) presse à injecter REP⁴ V49 utilisant cette architecture

La matière adopte sa forme finale dans les cavités d'injection où elle est vulcanisée. Le moule est composé d'une partie statique, et d'une partie mobile qui est ouverte pour l'extraction de la pièce conçue. Sa cuisson est contrôlée par trois paramètres : la température, la pression et la durée. En effet, lorsque le moule est rempli, une pression est appliquée afin d'éviter tout retrait de la matière dans la cavité de moulage. La température et le temps sont les deux paramètres affectant le temps de vulcanisation.

Une variante de ce procédé, appelé moulage par transfert consiste à placer le mélange dans une cavité spéciale appelée « chambre de transfert », sans utiliser d'extrudeuse, où il sera mis en température puis injecté successivement dans les canaux d'alimentation et les cavités de moulage à l'aide d'un piston. Le phénomène reste bien entendu cyclique et les phénomènes intervenant lors de l'écoulement de la matière dans les canaux restent identiques à ceux rencontrés dans le cas du moulage par injection.

Les procédés de moulage par injection et moulage par transfert peuvent sembler simples dans le fonctionnement. Mais de nombreuses recherches sont en cours pour permettre de mieux prédire le comportement de la matière. En particulier en ce qui concerne les auto-échauffements par dissipation visqueuse dans les canaux d'injection. Dans le cas des thermoplastiques, cette énergie supplémentaire nécessite un temps de refroidissement plus long [Hassan, 2008], et dans le cas des élastomères il subsiste un risque de cuisson prématuré de la matière dans les canaux. D'autre part ces auto-échauffements étant localisés, l'écoulement devient inhomogène. Cet aspect a deux principales conséquences :

⁴ REP INTERNATIONAL, fabricant de presses à injecter, spécialisée dans le domaine du caoutchouc, partenaire du projet, www.repinjection.fr

- une inhomogénéité de la viscosité dans le profil d'écoulement, et donc un risque de mauvais équilibrage du moule en flux de matière
- dans le cas d'un élastomère, une inhomogénéité de l'avancement réactionnel dans le moule

I.2 Etude de la dissipation visqueuse

I.2.1.1 Historique

La première étude expérimentale de la dissipation visqueuse remonte à la fin du 18^{ème} siècle, sur une expérience menée par Benjamin Thomson qui travaillait alors sur la fabrication des canons d'artillerie. Son expérience consista à faire tourner un cylindre dans une chambre remplie d'eau, à la vitesse de 32 rotations par minute afin de déterminer la quantité d'énergie thermique dissipée lors de la fabrication d'un canon. Après 2h30 d'expériences, l'eau fut amenée à ébullition [Thomson, 1798]. Le principe de l'appareil créé fut repris plus tard par Joule [Joule, 1845], qui développa un dispositif de conversion de l'énergie mécanique en énergie thermique, connue sous le nom de machine de Joule, concept toujours d'actualité notamment adapté dans le cadre de machines utilisant l'énergie mécanique éolienne [Chakirov, 2011].

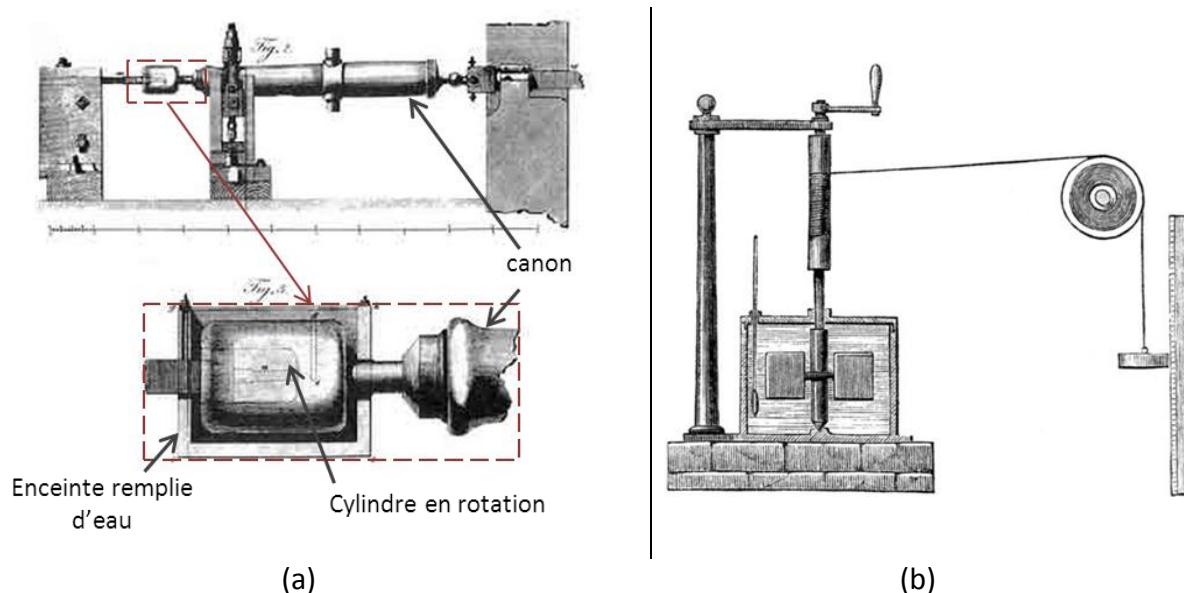


Figure I-12 : Expériences menées par (a) Thomson [Thomson, 1798] et (b) Joule [Joule, 1845] mettant en jeu l'importance du phénomène de dissipation visqueuse

Ces expériences ont permis de mieux appréhender le principe de la conversion mécanique en énergie thermique. Mais il fallut attendre plusieurs décennies avant que la dissipation visqueuse soit étudiée en tant que telle, et plus précisément que son importance soit réellement appréhendée, notamment lors de l'écoulement de fluides visqueux en tubes. La prise en compte de la dissipation visqueuse intervient dans un premier temps dans l'étude d'échangeurs, et est alors dénommée « friction » [Colburn, 1933] [Chilton, 1934].

L'importance de la dissipation visqueuse lors de l'écoulements de fluides hautement visqueux, ou dans des canaux de taille très réduite a été observée expérimentalement dans les mêmes années par P.W. Bridgman, qui confia dans une communication personnelle avec M.D. Hersey [Hersey, 1936], avoir observé lors de son travail sur les fluides sous hautes pressions, que lors de l'éjection de kérosène, une partie du fluide avait subi un important échauffement et s'échappa sous forme de

fumée de combustion. Hersey estimait déjà la dissipation visqueuse comme un problème très important puisqu'il devenait impossible d'étudier la rhéologie d'un écoulement visqueux en capillaire sans échauffement, et donc sans modification des caractéristiques rhéologiques. Il propose ainsi, une suite d'équations analytiques permettant de déterminer la température en tout point d'un écoulement ainsi que la modification de viscosité associée. Bien que des hypothèses assez éloignées de la réalité aient été nécessaires pour arriver à ces équations, notamment que l'échauffement visqueux était indépendant de la géométrie de la filière, on retrouve dans ses travaux les prémices des questions actuelles concernant le problème de la thermodépendance en rhéologie [Liang, 1999] [Kang, 2002] [Laun, 2004] [Carreras, 2006] [Piau, 2006].

Quelques années plus tard, Phillipoff [Phillipoff, 1942] présenta un traitement de la dissipation visqueuse et de son influence sur la rhéologie plus poussé mais avec quelques erreurs, d'après Brinkman [Brinkman, 1951]. Ce dernier reprit entièrement le travail débuté par ses prédécesseurs et offrit le premier tracé des températures en fonction du rayon, dans le cas d'une température constante en paroi (Figure I-13a) et d'une condition adiabatique (Figure I-13b).

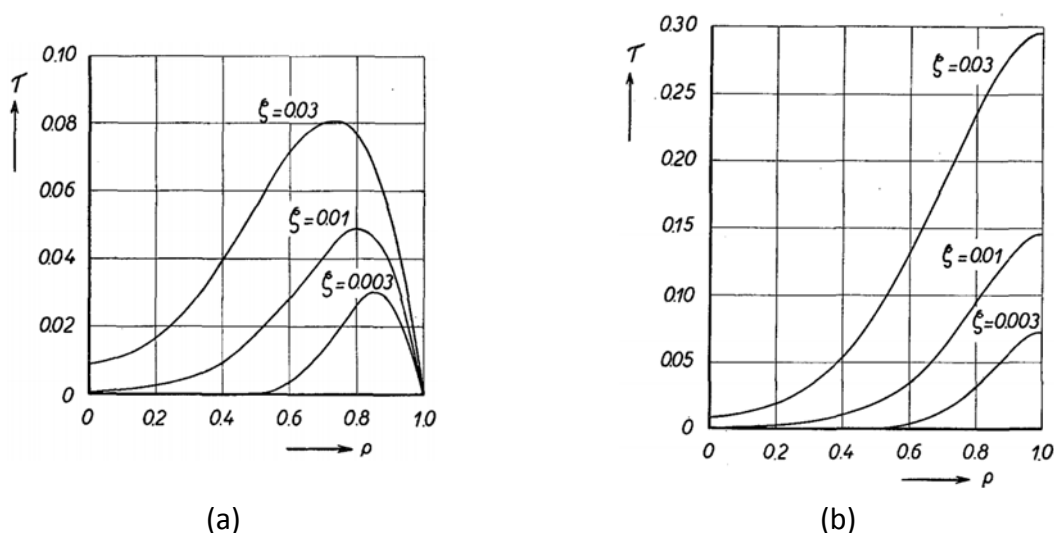


Figure I-13 : Premiers tracés d'un profil de température avec dissipation visqueuse dans un tube par Brinkman [Brinkman, 1951] avec condition de température constante en paroi (a) et condition adiabatique en paroi (b)

Pour arriver à ces résultats, Brinkman a considéré un fluide newtonien, et a étudié de très faibles échauffements afin d'éviter les problèmes de thermodépendance de la rhéologie. Dans la réalité, les échauffements sont bien plus importants, mais ces études ont posé les bases de toutes les recherches sur la dissipation visqueuse dans le cas d'écoulement à viscosité élevée.

Depuis ce temps et l'avènement de l'outil informatique à partir des années 1960, la dissipation visqueuse est parfaitement appréhendée et totalement intégrée aux outils de simulation des écoulements non-isothermes.

1.2.1.2 Etude numérique de la dissipation visqueuse

Dans cette partie, nous nous intéressons aux évolutions de la connaissance du phénomène de dissipation visqueuse. Les études à ce sujet sont très nombreuses et touchent des domaines très divers et éloignés de notre étude, comme l'écoulement de produits alimentaires liquides [Yataghene, 2009], ou encore d'air [Zueco, 2008], et même de magma [Costa, 2003].

Dans le cadre des polymères, les logiciels numériques permettent l'étude du comportement de la matière à tous les stades de mise en œuvre : de la préparation de la matière dans les unités de

mélangeage [Connelly, 2004] [Connelly, 2007] [Kajiwara, 2011], en passant par le mélangeage dans les vis d'extrusion [Kalyon, 1999] [Chen, 2011], le remplissage des canaux d'injection ou des empreintes des moules [Baltussen, 2010] [Mitsoulis, 2010], à la forme des pièces finales [Aloku, 2010] [Ha, 2008] [Sienz, 2010], la prédiction de la cuisson dans les moules [Nozu, 2008] [El Labban, 2008] [Ramorino, 2010] [Javadi, 2011], et même à la structure de la matière mise en forme [Wo, 2012].

La majorité de ces études font partie du domaine de la recherche appliquée, et nécessitent souvent une comparaison à partir d'essais expérimentaux. Pour que cette validation soit effective, les caractéristiques thermiques et rhéologiques du matériau doivent être parfaitement connues. Mais celles-ci sont fortement dépendantes de la température [Pinabarsi, 2009]. Le comportement en écoulement de la matière est ainsi déterminé au préalable à l'aide d'appareils rhéométriques. Or la dissipation visqueuse intervient dans les tests et rend la détermination précise du comportement rhéométrique du matériau compliqué. Ce fait est compris depuis très longtemps puisque Hersey l'évoquait déjà en 1936. Son influence a été étudiée en détail sur les différents outils rhéométriques existants, par exemple pour les rhéomètres cône-plan [Olagunju, 2002] ou les rhéomètres capillaires [Laun, 2003]. Laun a mis au point une technique de traitement des courbes de Bagley en les corrigeant de la dissipation visqueuse à l'aide d'un logiciel de simulation numérique, travail poursuivi par Carrerras et al. [Carrerras, 2006]. Laun a alors déterminé que les variations de température locales pouvaient atteindre 50°C près de la paroi sur des filières de petit rayon et de longueur importante ($L/D = 30$, $R = 0,6$ mm) (Figure I-14).

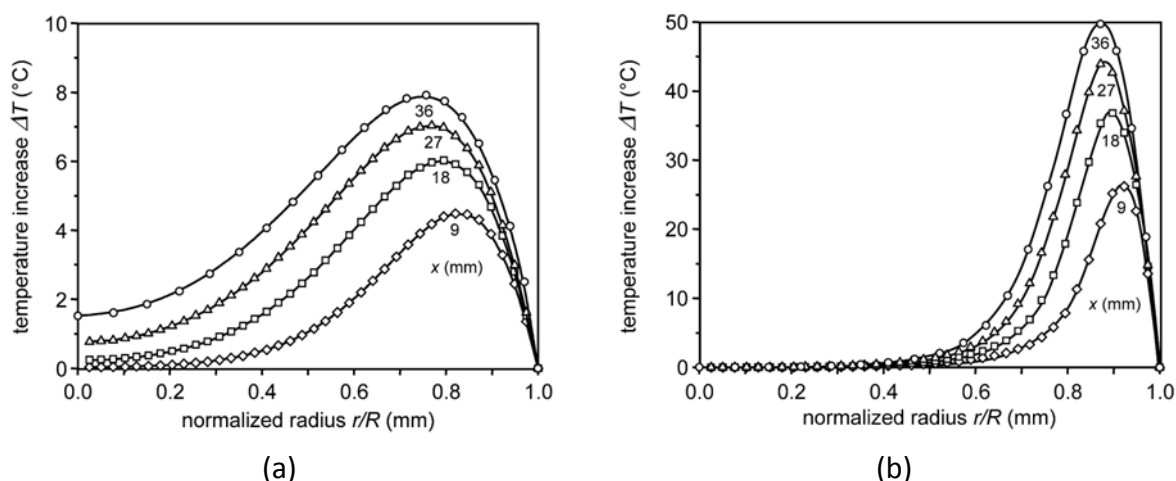


Figure I-14 : Augmentations spatiales de températures obtenus numériquement à différentes longueurs dans une filière, pour une vitesse de cisaillement apparente de (a) 500 s^{-1} et (b) 5000 s^{-1} [Laun, 2004]

Toujours en rhéométrie, la détermination des vitesses de glissement est elle aussi impactée et des méthodes sont développées pour s'en affranchir [Rosenbaum, 1997] [Kang, 2002].

En ce qui concerne les phases de mise en œuvre des élastomères, les diamètres d'écoulement sont généralement plus importants et les élévations de températures moins élevées. Mais elles peuvent intervenir sur de longues distances et des temps longs, notamment dans les vis d'extrudeuses et dans les canaux des moules d'injection. Ghoreishy et al [Ghoreishy, 2005] ont étudié numériquement l'écoulement d'un élastomère thermoplastique autour d'une vis d'extrusion. Ils ont abouti à une hausse de la température autour de la vis, augmentant de façon quasi-linéaire avec la vitesse de rotation. Cette hausse atteint localement 7°C pour une vis de 19 mm de diamètre, avec une vitesse de rotation de 60 tr/min.

L'étude dans les canaux d'écoulements, cœur de notre travail, est assez rare. Deux études numériques à ce sujet sont celles de Zdanski [Zdanski, 2006], qui étudia le développement du profil thermique de la matière, et celle de Hassan [Hassan, 2008], qui sur la base d'une étude similaire à celle de Zdanski, compara le comportement thermique de deux matériaux (Figure I-15).

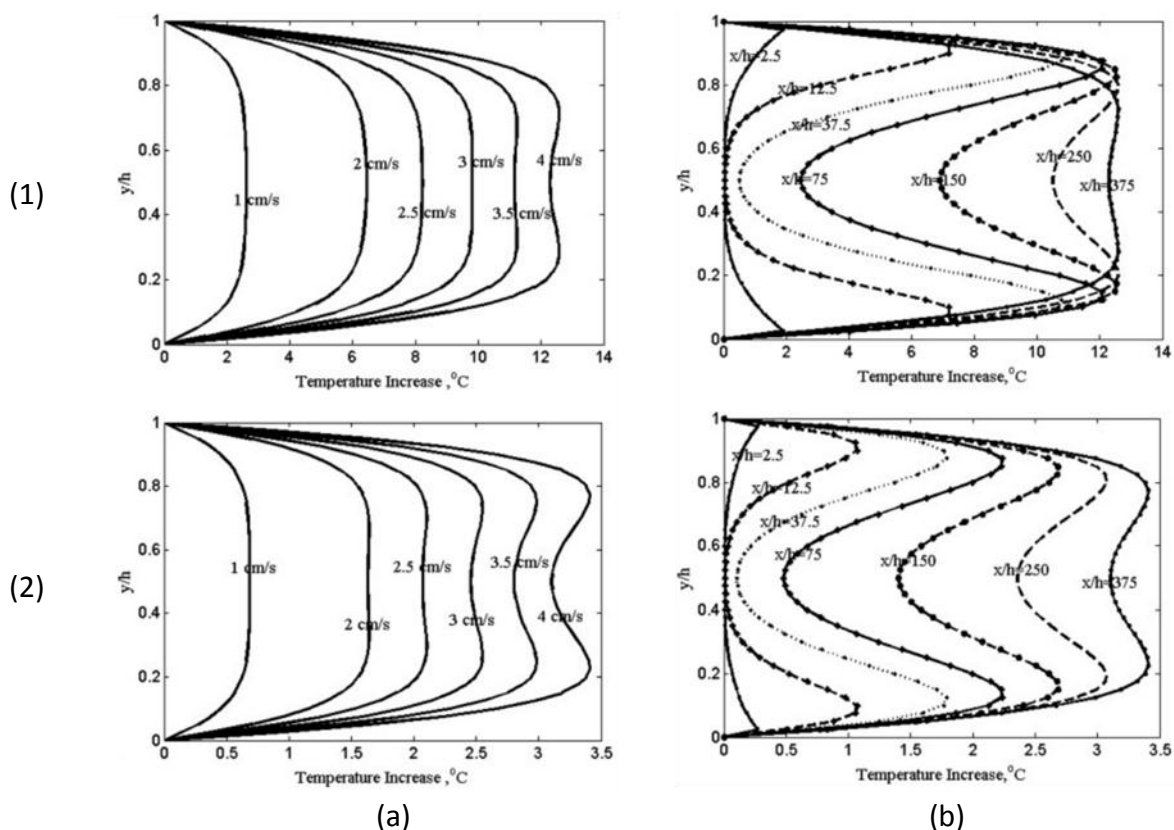


Figure I-15 : Profils de température calculés numériquement [Hassan, 2008], (a) en fonction de la vitesse d'injection, (b) en fonction de la position dans le canal pour deux polymères : du polystyrène (1) et du polyéthylène (2)

Ces résultats sont très intéressants car ils montrent plusieurs phénomènes associés à la dissipation visqueuse. D'une part l'énergie créée dépend directement de la viscosité, les auto-échauffements peuvent ainsi varier de façon importante d'un mélange à l'autre, ici jusqu'à plus de 12°C pour du PS contre 3,5°C pour du PE. Par ailleurs le débit d'écoulement ainsi que la distance parcourue sont responsables d'une modification importante du profil. On entrevoit dans ces résultats les différents régimes thermiques évoqués précédemment (adiabatique, transitoire et équilibre). Cette étude offre une vision industrielle intéressante : pendant la phase de remplissage la dissipation visqueuse procure un délai avant que la matière ne se solidifie, mais elle rend cette phase de solidification, une fois que le moule est rempli, plus longue. En faisant le parallèle avec un élastomère, matière qui nous intéresse, l'énergie dissipée dans l'écoulement pourrait être réutilisée pour diminuer les temps de cycles.

Dans ce sens nous allons nous intéresser à un exemple de travail très applicatif, et très abouti, l'étude de Ramorino et al. sur la dernière phase de mise en œuvre en injection d'un élastomère: la qualité de la pièce moulée, aussi bien au niveau du remplissage que de sa cuisson [Ramorino, 2010]. Cette étude consiste en une comparaison entre le numérique (logiciel MOLDFLOW) et l'expérimental, du comportement thermo-rhéo-cinétique du moulage d'une pièce en caoutchouc naturel. Ce travail a abouti à une prédiction très efficace du remplissage du moule (Figure I-16a) mais aussi de la cuisson (Figure I-16b).

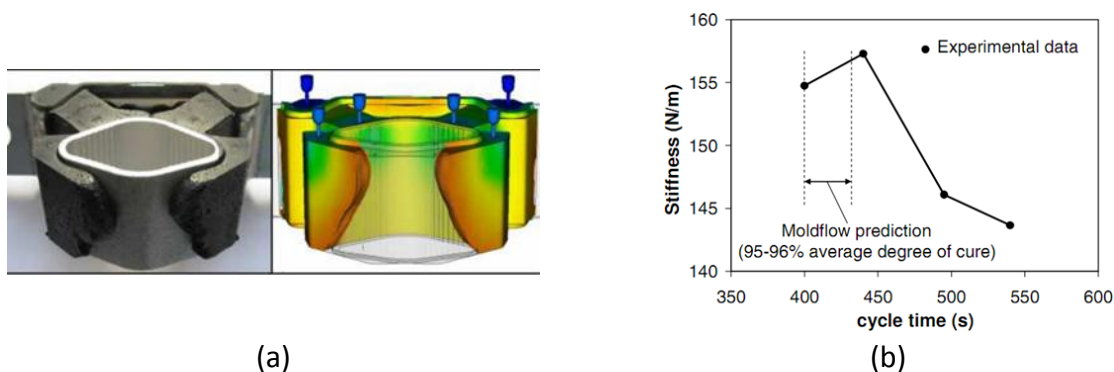


Figure I-16 : Comparaison expérimentale et numérique de la phase de remplissage d'une pièce en élastomère (a) et de la prédiction de la cuisson (b) [Ramorino, 2010]

La Figure I-16b présente l'évolution de la raideur (résistance à la déformation) de la pièce réalisée à partir d'un essai en traction, en fonction du temps de cycle, et le temps de cuisson optimal prédit par le logiciel de simulation. Le logiciel semble avoir prédit très efficacement l'optimum de cuisson (95-96% de degré de cuisson), traduit expérimentalement par une raideur optimale de la pièce. Ce genre d'étude, complète, n'est pas fondamentalement compliquée à mener avec l'outil numérique actuel. La grande difficulté consiste à trouver la propriété physique mesurable expérimentalement qui servira de référence pour la comparaison à l'expérimental, menée avec efficacité et réussite par Ramorino.

Conclusion

Même si les études de validation sont peu nombreuses, les modèles numériques semblent bien prendre en compte la dissipation visqueuse. Ils permettent la prédiction des temps de cycles ou des formes de produits finis. Elles permettent également d'aider à corriger l'expérimental, comme l'a montré Laun sur ses essais rhéométriques en s'affranchissant de la dissipation visqueuse [Laun, 2004]. Les recherches numériques actuelles s'intéressent à présent à la simplification des modèles qui nécessitent encore un temps très important de résolution. On peut citer entre autres le développement des techniques de résolution sans maillage [Hu, 2010] [Zhang, 2008] [Zhang, 2012] permettant des temps de résolution largement réduits, tout en conservant une qualité de résultat très élevée. La prise en compte de phénomènes physiques plus complexes (viscoélasticité, glissement, couplage thermo-cinétique) contribue aujourd'hui à l'amélioration des modèles.

Sur un plan applicatif, un domaine non évoqué ici, et pourtant faisant partie intégrante de la thermique de l'écoulement est l'étude thermorhéologique de la matière dans les micro-canaux. En raison des diamètres plus faibles, les échauffements y sont très importants, et donc l'impact sur la viscosité [Xu, 2010]. Mais les conditions de mise en œuvre sont assez éloignées de notre domaine, et la matière n'a de ce fait plus le même comportement [Ravey, 2011].

L'outil numérique permet de prédire efficacement, et donc de mieux appréhender, le comportement de la matière, dans l'ensemble des domaines concernés : thermique, dynamique et même cinétique. Cependant, pour que cet outil soit utile au milieu industriel, un rapprochement aux conditions de mise en œuvre réelle doit être fait. Pour cela, l'étude expérimentale et notamment la mesure de température doit être réalisée.

1.2.1.3 Etude expérimentale de la dissipation visqueuse

Il existe très peu d'études expérimentales sur les transferts thermiques intervenant dans une section d'écoulement. En effet, pour être en mesure de déterminer une évolution de température sur une certaine longueur, il faut déterminer le profil de sortie de l'écoulement, mais surtout maîtriser parfaitement le profil d'entrée, ou être en mesure de le déterminer expérimentalement. Certaines études ont consisté à développer un outil expérimental et à instrumenter de thermocouples et de capteurs toute une section longitudinale de la filière [Karkri, 2004], [Pujos, 2006] [Wielhorski, 2011]. Ces dispositifs sont des filières, fixées en sortie de machine de mise en œuvre. Dans cette partie nous présentons, la démarche, proche de notre étude, pour la détermination des profils de température dans l'écoulement à partir de dispositifs expérimentaux.

La filière développée dans le travail de Karkri [Karkri, 2004] est un assemblage de quatre blocs en inox, un convergent et deux chaufferettes. Il permet d'étudier l'écoulement d'un polymère dans un canal de section rectangulaire de 20 cm de longueur, de 3 cm de largeur et de 2 mm d'épaisseur. Le dispositif conçu est présenté sur la Figure I-17.

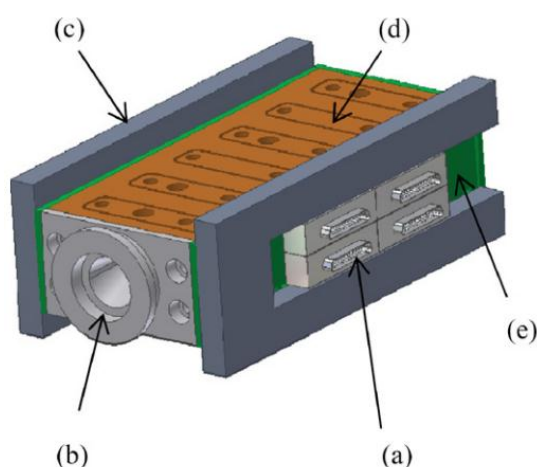


Figure I-17 : Dispositif conçu par Karkri [Karkri, 2004], (a) connectique de l'ensemble de l'instrumentation, (b) convergent d'entrée de l'écoulement, (c) plaques de foam glass, (d) chaufferettes, (e) plaques de résine epoxy

L'isolation thermique principale de la filière est assurée par l'utilisation de plaques de résine époxy offrant une conductivité thermique de $0,3 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$, et de plaques de foam glass de seulement $0,04 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$. Les pertes thermiques sont en effet un problème conséquent dans ce type de filière de forme rectangulaire puisque la puissance thermique générée ne peut-être uniforme en tout point, et que la surface d'échange avec l'air ambiant est plus importante que dans le cas d'une filière cylindrique. Une mousse de fibre de verres a par ailleurs été ajoutée en sortie d'extrudeuse afin de limiter les pertes thermiques.

Le récapitulatif de l'instrumentation thermique est présenté sur la Figure I-18.

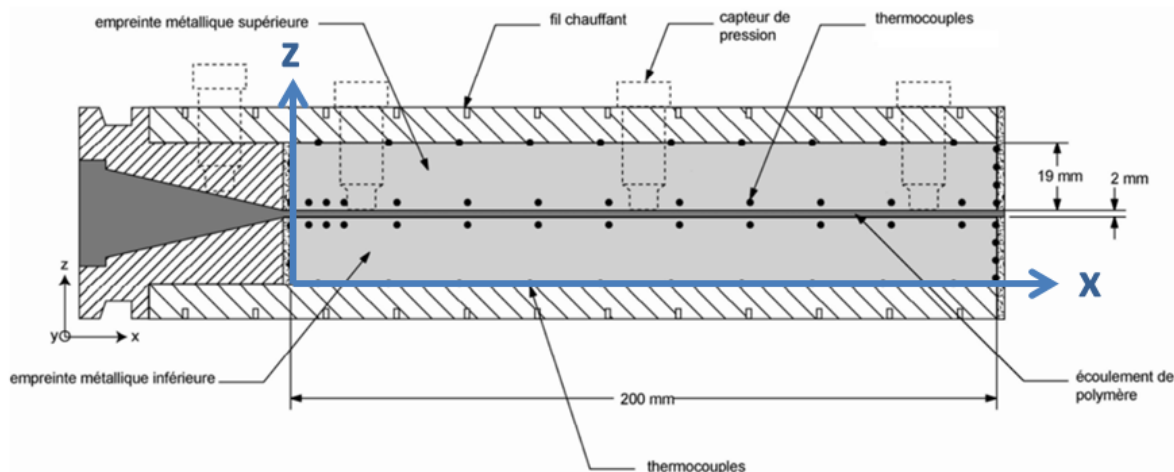


Figure I-18 : Instrumentation du dispositif conçu par Karkri [Karkri, 2004]

L'instrumentation du dispositif de Karkri se compose de quatre capteurs de pression répartis sur l'ensemble de la longueur, de 58 thermocouples répartis entre la paroi extérieure, la paroi près du canal d'écoulement, et les surfaces latérales d'entrée et de sortie. Les mesures étant non-intrusives, Karkri a développé une méthode inverse afin de remonter au profil de température dans l'écoulement. Les calculs sont initialisés à partir des mesures réalisées à la paroi. La Figure I-19 présente un exemple de profils de températures mesurées dans la filière.

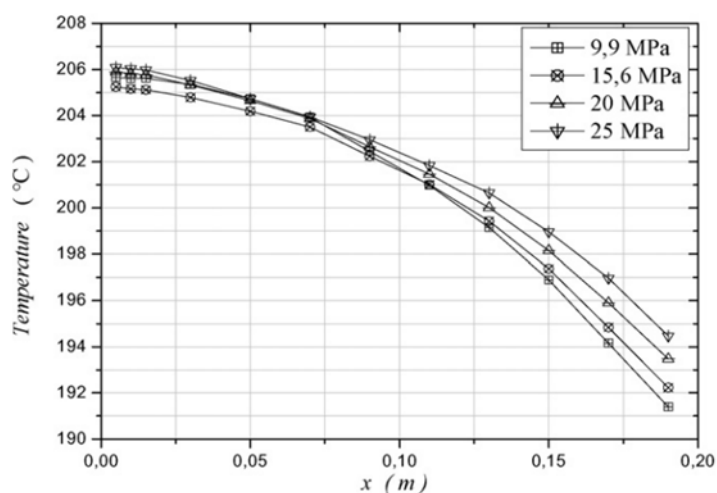


Figure I-19 : Instrumentation du dispositif conçu par Karkri [Karkri, 2004]

Malgré tout le soin apporté à l'isolation thermique de la filière, la température mesurée décroît en fonction de x . En effet, les pertes par convection augmentent à mesure que l'on s'éloigne de l'extrudeuse, et le dispositif ne peut délivrer suffisamment d'énergie pour maintenir une condition limite stable. Cependant, la sensibilité des thermocouples aux mesures (en termes de variations de température relevées), et notamment à des paramètres tels que la pression permet l'inversion et la détermination des profils d'entrée et de sortie de l'écoulement (Figure I-20).

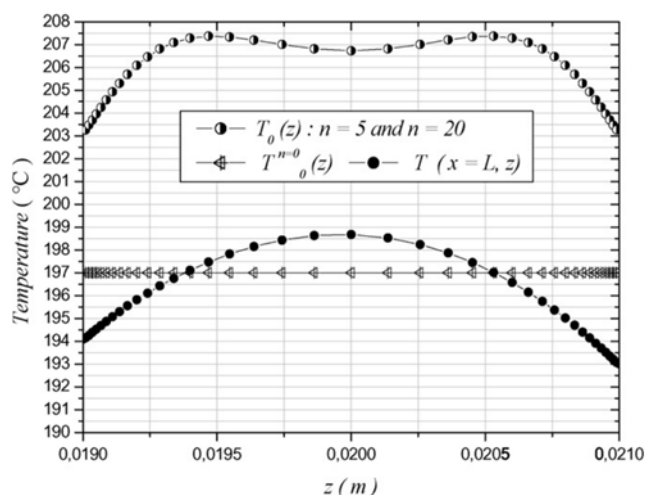


Figure I-20 : Profils de température estimés en entrée ($T_0(z)$) et en sortie ($T(x=L, z)$) de filière par méthode inverse [Karkri, 2004]

On retrouve dans ces résultats tout le problème du maintien en température de la filière. Les débits mis en jeu étant faibles (l'extrudeuse délivre au maximum 15 kg/h), la thermique de l'écoulement est pilotée par les pertes par conduction et la température dans la filière décroît. Si bien qu'évaluer l'importance de la dissipation visqueuse dans l'écoulement devient problématique. Les résultats obtenus montrent cependant un phénomène très intéressant : malgré les faibles débits, en entrée de l'écoulement deux pics de dissipation visqueuse sont observables sur le profil d'entrée. Ce profil de température estimé est représentatif de l'histoire thermique du matériau.

Ces travaux, poursuivis par Pujos [Pujos, 2006], ont permis de déterminer des profils de température en entrée du dispositif en régime instationnaire (Figure I-21).

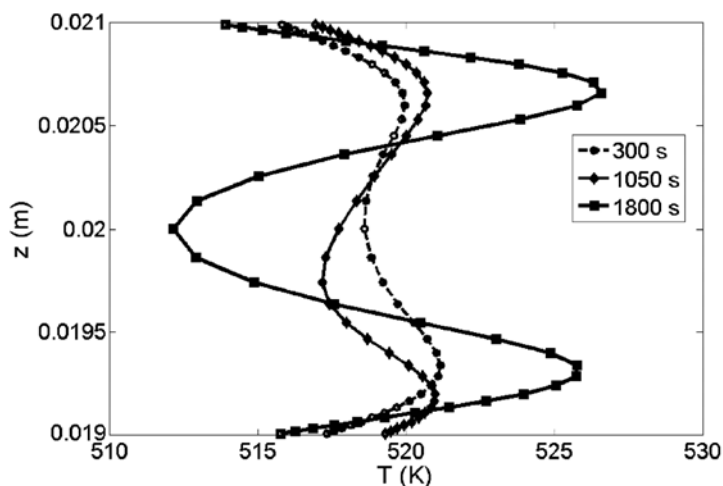


Figure I-21 : Profils de température de l'écoulement en entrée de filière en régime transitoire [Pujos, 2006]

Une fois stabilisé ($t = 1800s$), le profil de température présente d'importants pics de dissipation visqueuse avec des échauffements atteignant $10^{\circ}C$. Pujos a surtout travaillé sur le développement d'une méthode permettant, à partir des mesures de pressions, de débit et de température, de remonter à la rhéologie du matériau. Un exemple de résultats obtenus est présenté sur la Figure I-22 [Pujos, 2008].

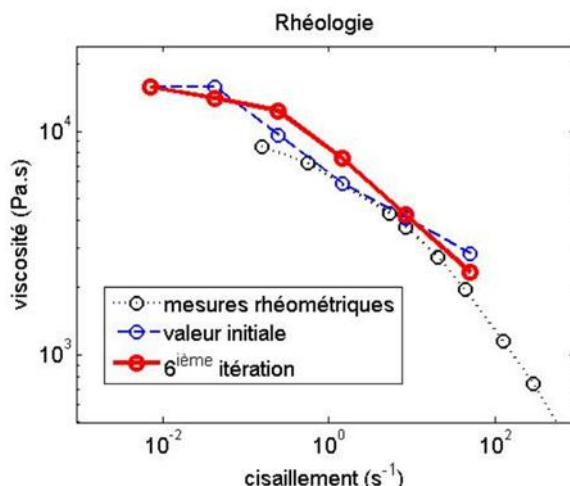


Figure I-22 : Résultats de rhéologie déterminés à partir de la méthode inverse développée par Pujos et des mesures réalisées à partir de la filière [Pujos, 2008]

La méthode développée a permis de déterminer la rhéologie exacte du matériau dans les conditions de mise en œuvre. L'écart avec la rhéologie déterminée à partir d'un rhéomètre capillaire était en effet à l'origine d'écart de débit de 33%.

Les études de Karkri et Pujos ont permis de mettre en relief les possibilités offertes par un tel outil expérimental sur la compréhension du comportement thermique et rhéologique du matériau. Il en ressort toutefois quelques points négatifs comme les importantes pertes thermiques et un problème de tenue mécanique. Le principe d'assemblage en blocs s'est en effet révélé être un problème au niveau de l'étanchéité puisque des fuites de plastiques ont eu lieu, notamment dans les zones d'acheminement des thermocouples, lesquels ont été endommagés.

Un second outil expérimental a été développé par Wielhorski [Wielhorski, 2011], permettant d'étudier un écoulement de polymère, cette fois-ci dans un canal cylindrique de diamètre 4 mm sur une longueur de 198 mm. Le dispositif est présenté sur la Figure I-23.

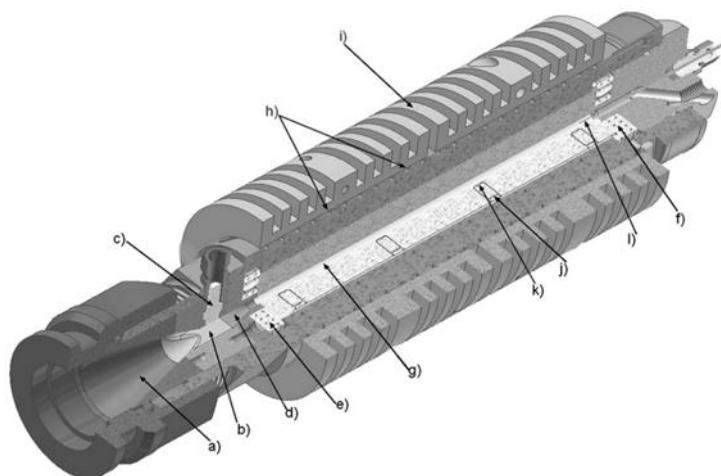


Figure I-23 : Buse rhéométrique pour l'étude d'un écoulement de polymère conçue par Wielhorski [Wielhorski, 2009] avec : (a) convergent d'entrée, (b) section plate, (c) capteur de pression, (d) 2nd convergent vers canal cylindrique, (e, f) chaufferettes, (g) position du canal d'écoulement, (h) fil chauffant, (i) coquilles de fixation, (k, j, l) localisation des thermocouples,

Le dimensionnement du dispositif a été pensé pour relever des effets significatifs de la dissipation visqueuse (diamètre d'écoulement faible), mais aussi pour assurer une bonne maîtrise de

la thermique de la filière, d'où le positionnement en particulier de chaufferettes au niveau de l'entrée et de la sortie de l'écoulement. La conception cylindrique du dispositif, et son assemblage en demi-coquilles vise à réduire les pertes thermiques et le problème de fuite de matière rencontré avec le dispositif de Karkri.

Wielhorski a travaillé en régime transitoire et a effectué des mesures sur une presse à injecter et une extrudeuse. Le positionnement des thermocouples, notés TC_i^{inv} auxquels nous allons nous intéresser est présentée sur la Figure I-24.

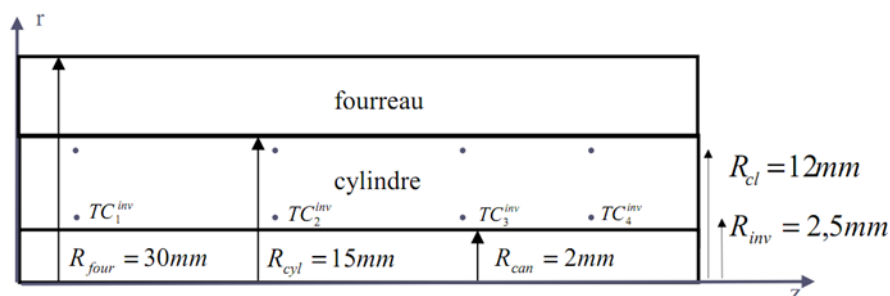


Figure I-24 : Dimensions générales du dispositif de Wielhorski [Wielhorski, 2009]

Des résultats de mesure de température dans l'acier de la filière sont présentés dans le cas du procédé d'injection pour une vitesse de piston de 30 mm.s^{-1} et une pression maximale de 40MPa (Figure I-25a), et en extrusion pour une augmentation de la vitesse de rotation de la vis de l'extrudeuse de 20 à 60 tr.min^{-1} , entraînant une pression de 50 MPa en régime établi (Figure I-25b).

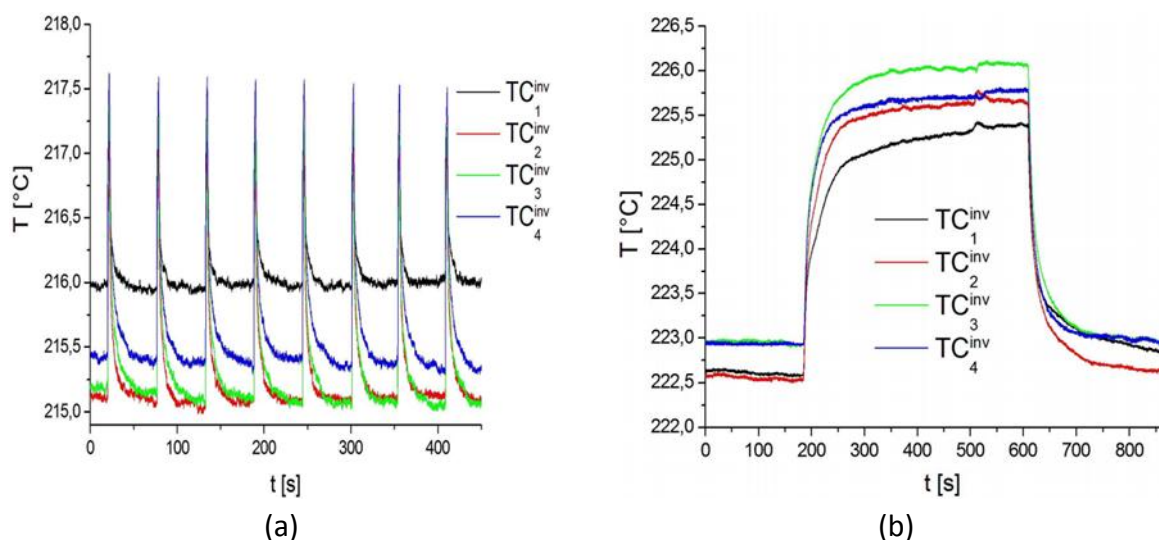


Figure I-25 : température mesurées avec le dispositif expérimental de Wielhorski, (a) en injection avec 8 cycles, (b) en extrusion avec une augmentation de la vitesse de rotation de vis de 20 à 60 tr.min^{-1}

Dans les deux cas d'étude, les augmentations de température dans l'acier de la filière sont faibles mais très marquées : en injection, les pics atteignent une élévation de $2,5^\circ\text{C}$ tandis qu'en extrusion cette élévation avoisine les 3°C . La sensibilité des thermocouples placés dans la filière est plus marquée que dans le cas des essais expérimentaux de Karkri [Karkri, 2004]. Nous pouvons attribuer ce phénomène à la géométrie cylindrique du canal d'écoulement, où la dissipation visqueuse prend une grande importance. Lorsque l'on s'intéresse aux différences de température en régime établi à un temps donné (exemple Figure I-25b, $t = 600\text{s}$), celles-ci n'atteignent que $0,75^\circ\text{C}$. Cette élévation de température dans l'acier près du canal d'écoulement est faible, mais est supérieure à celle relevée dans le cas des mesures de Karkri [Karkri, 2004] et Pujos [Pujos, 2006] et

1.2. Etude de la dissipation visqueuse

permet donc aisément l'utilisation de méthodes inverses. Il est à noter par ailleurs, que contrairement à ces deux précédents travaux, la régulation est suffisamment efficace pour conserver une température stable dans l'ensemble du dispositif (l'écart relevé avant le début des essais est inférieur à 1°C).

L'utilisation de la méthode inverse a permis de déterminer la température moyenne en entrée de l'écoulement, et à partir de celle-ci l'évolution des profils de température à différentes longueurs parcourues (Figure I-26).

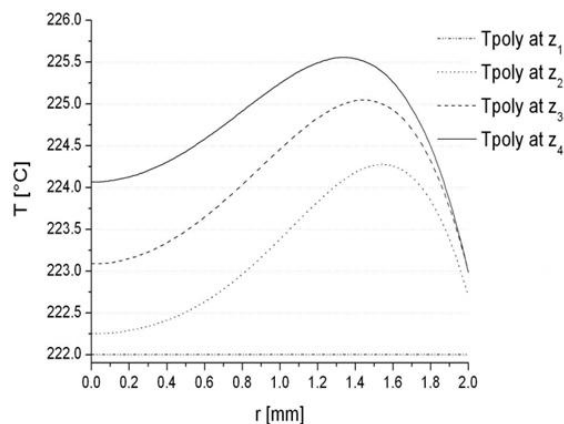


Figure I-26 : Profils de température dans l'écoulement calculés pour $z_1 = 0$; $z_2 = 5,6$; $z_3 = 11,2$; $z_4 = 16,8$ cm ; [Wielhorski, 2009]

La température uniforme imposée en entrée de l'écoulement n'est pas physique. Toutefois, le calcul fait à partir de celle-ci et prenant en compte des conditions limites (débits, températures, pressions) issues de mesures expérimentales, donne des résultats satisfaisants. L'augmentation relative de température est faible, mais on voit toutefois que la dissipation visqueuse est responsable d'une hausse atteignant 3,5°C en sortie du dispositif. Le cœur du travail de Wielhorski a consisté à déterminer des évolutions de température du mélange en régime transitoire à partir des mesures expérimentales et de la méthode inverse (Figure I-27).

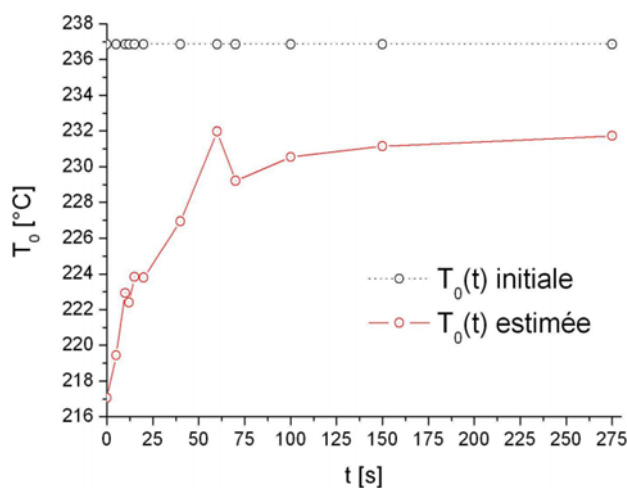


Figure I-27 : Evolution de la température moyenne du mélange durant un essai d'injection, déterminée par méthode inverse [Wielhorski, 2009]

A partir de ses mesures et de la méthode inverse, l'évolution de la température moyenne de l'écoulement en régime instationnaire calculée atteint une hausse de 14°C. Ces trois études intimement liées à notre travail présentent plusieurs aspects. Tout d'abord, du point de vue de la conception du dispositif, un intérêt tout particulier doit être apporté à la régulation. En entourant

entièrement sa filière de zones de chauffe, Wielhorski a ainsi réussi à obtenir une stabilité thermique dans l'ensemble de l'acier. D'un point de vue mécanique, l'assemblage en demi-coquilles cylindriques pour lequel il a opté a permis d'éviter toute fuite de matière malgré les fortes pressions mises en jeu dans l'écoulement, notamment en injection.

Conclusion

Ces trois études montrent toute l'étendue des possibilités offertes par un tel dispositif : les mesures de températures non-intrusives dans l'ensemble de la filière, adjointes à une méthode inverse, ont permis de déterminer l'évolution des profils de température dans le cas de l'extrusion, en régime établi, mais aussi l'évolution de la température moyenne en régime transitoire. Par ailleurs, Pujos [Pujos, 2006] a également montré que l'étude du comportement rhéologique d'un tel écoulement était rendue possible, et permettait de le déterminer dans les conditions réelles de mise en œuvre industrielles.

Mais ces études ont également montré les limites des mesures indirectes couplées aux méthodes inverses. En effet, l'estimation des grandeurs physiques telles que la température et la viscosité est d'autant plus délicate que leurs sensibilités dépendent des conditions de régulation des outillages, des paramètres de production (débit, pression) et de la géométrie des canaux (diamètre, longueur).

1.2.1.4 Etude directe de la dissipation visqueuse

L'application la plus concrète basée sur la connaissance de la dissipation visqueuse est sans aucun doute celle menée par Beaumont sur l'équilibrage des moules d'injection [Beaumont, 1998]. Il a été observé que dans le cas de moules d'injection à plusieurs cavités, certaines d'entre-elles, les « cavités intérieures », étaient mieux alimentées que les autres, phénomène schématisé sur la Figure I-28a. Il a aussi été observé que le remplissage pouvait être dissymétrique au sein d'une même cavité, amenant des défauts de pièces, comme le présente le schéma de Beaumont [Beaumont, 2002] (Figure I-28b).

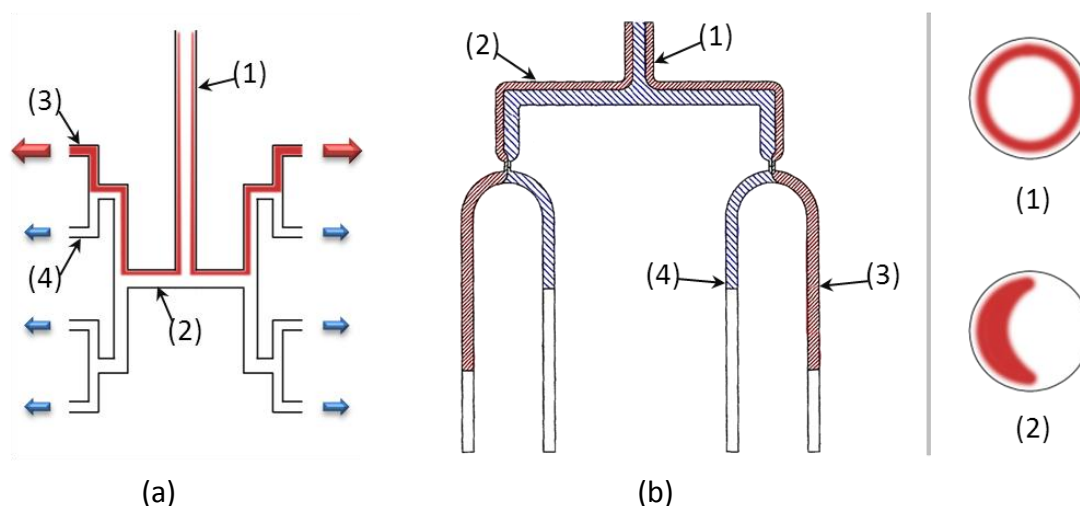


Figure I-28 : Influence de la dissipation visqueuse sur l'équilibrage de la matière en injection, (a) entre plusieurs cavités, (b) déséquilibre au sein d'une même pièce [Beaumont, 2002], la matière échauffée est représentée en rouge

Pourtant ces moules sont naturellement équilibrés, c'est-à-dire que les longueurs d'écoulement sont à chaque fois identiques. Pour expliquer ce phénomène, Beaumont s'est appuyé sur le phénomène de dissipation visqueuse et de la non-homogénéité thermique de l'écoulement :

- Avant la division de l'écoulement vers les différentes cavités, le mélange en écoulement a subi des auto-échauffements près de la paroi et est donc non-homogène en température (Figure I-28, 1)
- Après la première division, le flux de matière laminaire ne subit pas de mélangeage : la matière située près de la paroi avant la division reste près des parois intérieures (Figure I-28, 2).
- Après deux divisions, une partie de la matière est majoritairement à haute température et donc à faible viscosité (Figure I-28, 3), le débit y est ainsi facilité, tandis que de l'autre côté, la matière globalement plus froide présente une viscosité plus élevée, le débit d'écoulement est de ce fait plus faible (Figure I-28, 4).

A partir de ce fait, Beaumont a développé des méthodes pour assurer un équilibre, ayant fait l'objet de plusieurs brevets à travers différents moyens d'intégration dans les moules d'injection [Beaumont, 2002] [Beaumont, 2006] [Beaumont, 2007] [Beaumont 2010]. La méthode consiste à utiliser des changements de direction pour placer la matière échauffée à l'endroit souhaité. La Figure I-29 présente des exemples de géométries pour redistribuer les échauffements.

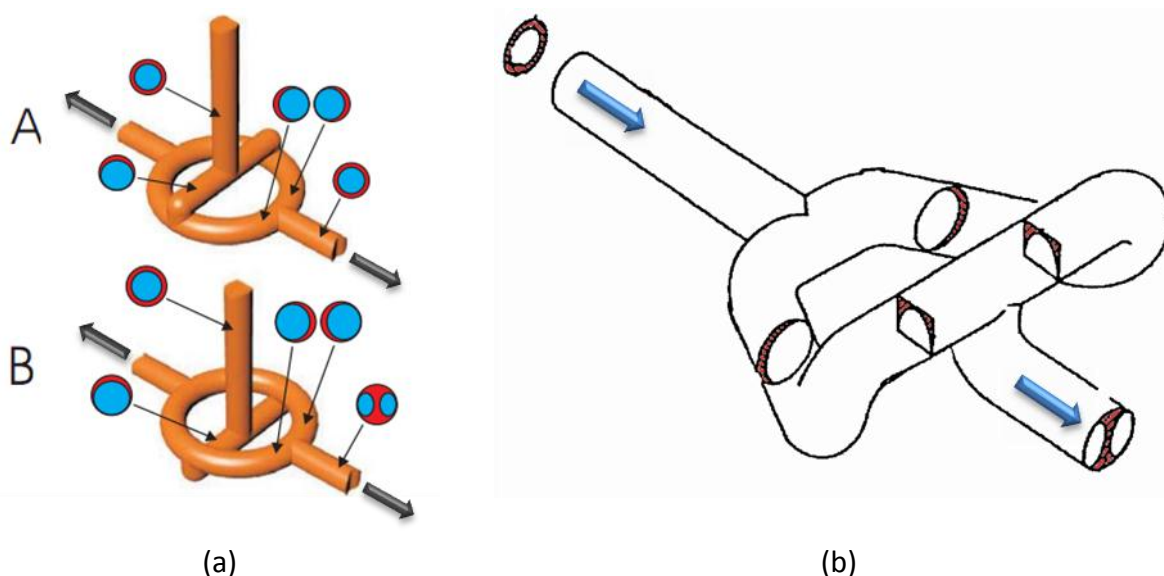


Figure I-29 : Dispositifs développés pour l'équilibrage des moules d'injection, (a) deux versions du Meltflipper MAX™ (A : recréation du champ initial, B : centrage de l'échauffement) [Beaumont, 2007B] (b) Version du Meltflipper sans changement de direction de l'écoulement [Beaumont, 2007]

Les possibilités offertes sont multiples et dépendent de la géométrie du moule et du nombre de cavités à prendre en compte. Par exemple, au moment d'une division de l'écoulement, il est possible de retrouver le champ de température d'entrée (Figure I-29a, A) ou de faire en sorte de centrer la matière échauffée dans l'écoulement (Figure I-29a, B). Il est tout aussi possible d'utiliser le principe de la rotation du mélange dans un écoulement droit, par exemple avant l'entrée dans un moule [Beaumont, 2007] (Figure I-29b).

Toutes ces technologies, objet du livre de Beaumont [Beaumont, 2007B] ont par ailleurs fait l'objet d'une étude technique poussée et d'une application numérique par Wolbert [Wolbert, 2007], et le lecteur pourra trouver d'avantages d'informations sur la technologie de rotation du mélange dans son travail.

Dans le cas des élastomères, deux paramètres sont à prendre en compte : la température mais aussi les temps de séjour. En effet, l'avancement cinétique dépend de ces deux paramètres et une homogénéisation thermique n'assure pas une homogénéisation cinétique. Une amélioration du principe de rotation du mélange pourrait être apportée en prenant en compte ces temps de séjour. L'application aux élastomères permettrait ainsi d'obtenir un équilibrage des moules d'injection et d'optimiser les temps de cycles en homogénéisant les champs d'avancement dans l'induction.

Conclusion

La température est un paramètre crucial dans la compréhension de la mise en forme des polymères. Outre son influence sur l'ensemble des mécanismes physiques régissant sa mise en forme, sa connaissance peut permettre de réaliser de grandes économies d'énergie, notamment en visant une réduction des temps de cycles (adapter les températures de régulation pour faciliter le refroidissement, utiliser la dissipation visqueuse pour optimiser la cuisson d'une pièce élastomère, etc.). Le travail de Beaumont a par ailleurs montré, à partir de simulations numériques, que les disparités thermiques dans l'écoulement pouvaient être corrigées pour assurer un bon équilibrage de la matière dans les moules. Son travail s'appuie sur le principe de l'écoulement laminaire des fluides fortement visqueux.

Dans notre travail, nous étudierons plus précisément les phénomènes thermiques intervenant dans l'écoulement, et notamment dans des géométries diverses. Pour cela, la connaissance exacte de la température du matériau est indispensable mais dépend de trop nombreux paramètres pour être déterminée par le seul outil numérique. La détermination expérimentale de la température de l'écoulement permet de s'affranchir de tous les problèmes liés à la connaissance exacte de la rhéologie du matériau, à la thermique dans le fourreau et des problèmes généraux de thermodépendance.

Dans la partie qui suit, nous décrivons des systèmes de mesure de température développés dans le cadre de travaux de recherche précédents.

I.3 Méthodes de mesure de température dans les écoulements

Les extrudeuses et les moules d'injection sont en général instrumentés avec un thermocouple fixe mesurant la température dans l'acier ou directement dans le matériau. Mais de telles mesures sont connues pour être grandement perturbées par la conduction thermique à travers l'enveloppe dans laquelle ils sont montés [Johnston, 2007]. En raison de la dissipation visqueuse, le profil de température devient inhomogène et les mesures thermiques doivent être réalisées à plusieurs positions dans le fluide. Un grand nombre d'études ont été réalisées sur le sujet des techniques de mesure de la température d'un polymère lors de sa mise en forme. Nous pouvons différencier deux catégories : les mesures intrusives et les mesures non-intrusives, chacune présentant ses propres avantages et inconvénients. Les techniques sont nombreuses et ont fait l'objet de la récente revue d'Abeykoon et al. [Abeykoon, 2012].

I.3.1 Mesures non-intrusives

La majorité des techniques de mesure non-intrusive permettent seulement de mesurer la température du matériau à sa surface, ou sa température de mélange. Par exemple, mesurer l'indice de réfraction d'un matériau permet de remonter à sa température de mélange grâce à une loi empirique, qui nécessite toutefois d'être caractérisée pour chaque matériau. Cela peut être réalisé par l'utilisation d'ultrasons, en déterminant une relation entre la vitesse de passage des ultrasons à travers la matière et la température de celle-ci [Brown, 2000]. La mesure de vitesse des ultrasons nécessite la mise en place d'un matériel coûteux et complexe [Coates, 2003]. S'ajoutant à cela,

l'indice de réfraction dépend de bien d'autres paramètres que la seule température (composition du fluide, les pressions mises en jeu, etc.), ce qui rend l'exploitation des mesures très délicate. A partir de ses mesures de températures moyennes (Figure I-30a), Brown et al. détermine toutefois des profils de température possibles de l'écoulement (Figure I-30b). Pour déterminer le profil exact, il suggère l'utilisation d'une mesure supplémentaire, par exemple un thermocouple en paroi.

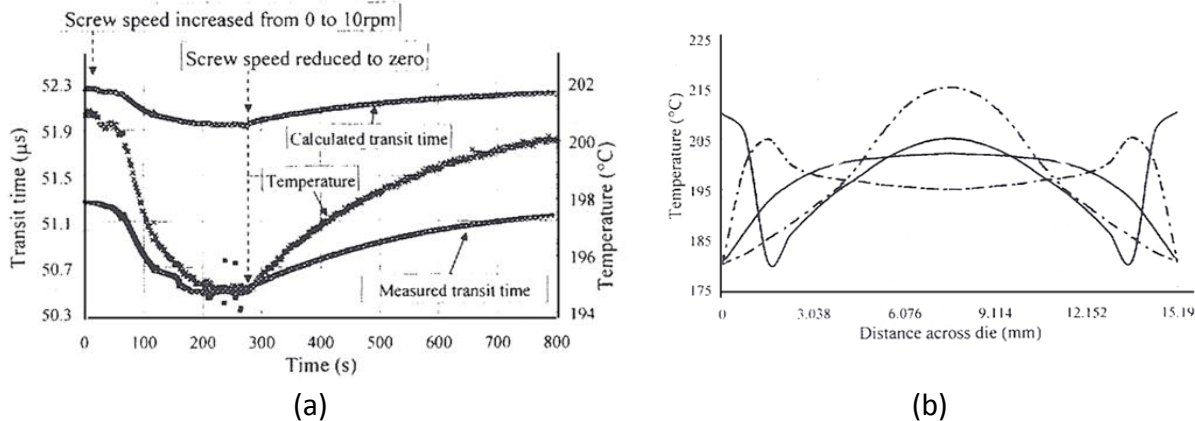


Figure I-30 : (a) Résultats obtenus par mesures de la vitesse de passage des ultrasons et (b) exemples de profils possibles à partir de la température moyenne mesurée [Brown, 2000]

Une autre méthode non-intrusive, la pyrométrie infrarouge, a été très largement utilisée, aussi bien dans les programmes de recherche que dans le milieu industriel grâce à deux de ses principaux avantages : sa facilité de montage, et son coût relativement faible [Lai, 1996] [Speight, 1999]. Cette technique consiste à mesurer l'énergie produite par radiation par le matériau et retrouver la température correspondante. Utilisée depuis très longtemps, il existe plusieurs possibilités de positionnement de la sonde : en sortie de filière pour la mesure de surface de l'extrudat, insérée dans une filière tel un capteur de pression, ou même face à la matière [Speight, 1999]. Cette technique a notamment permis à Cox de déterminer des températures de surface en sortie d'un rhéomètre capillaire [Cox, 1974] (Figure I-31a), présentant des élévations de température atteignant plus de 50°C en surface de l'extrudat (b). (Figure I-31a).

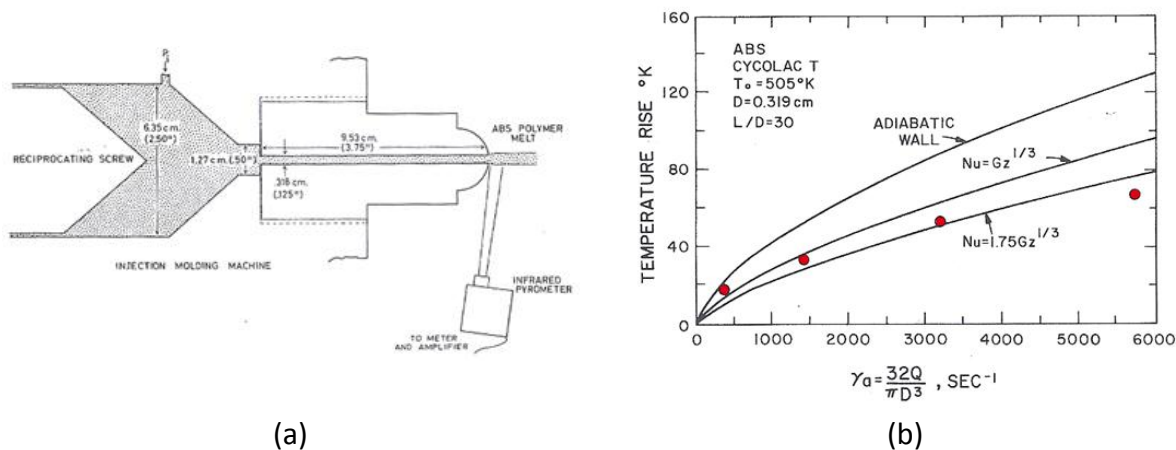


Figure I-31 : Etude de Cox et al. [Cox, 1974], (a) Positionnement de la sonde en sortie (b) Températures relevées (représentées par les points rouges)

Elle a par ailleurs été utilisée par Speight pour la mesure de PVT [Speight, 1999]. Offrant une réponse très rapide, la pyrométrie infrarouge a déjà démontré ses avantages dans le domaine de l'extrusion [Nietsch, 1997] [Rohe, 1998], aussi bien que dans le moulage par injection [Lai, 1996]. Cependant, la pyrométrie infrarouge nécessite une correction liée à l'émissivité du matériau, la

bande spectrale d'émission, et la position de la sonde. Sans quoi les incertitudes de mesures peuvent atteindre plusieurs degrés, comme relevé par Chakravorty et al. [Chakravorty, 1997] qui mesura un écart de température de plus de 3°C avec une sonde de référence calibrée (cf. I.3.2, Figure I-35). Par ailleurs, dans un environnement industriel, ce type de sonde est sujet à l'empoussièrément et nécessite de ce fait un système de purge d'air efficace, afin de s'assurer que l'énergie radiative est entièrement transmise au détecteur. Sa configuration initiale permet seulement la mesure d'une température moyenne sur la surface du matériau et sur une faible profondeur de pénétration. Une modification a été réalisée sur un tel dispositif par Bendada et al, en utilisant un guide d'onde creux et un filtre NBP, afin d'isoler les radiations émises par la surface du matériau et celles provenant de la température du matériau dans une certaine profondeur. Cette méthode a été appliquée aux procédés d'extrusion [Bendada, 2003] et de moulage par injection [Bendada, 2004] [Bendada, 2007] (Figure I-32).

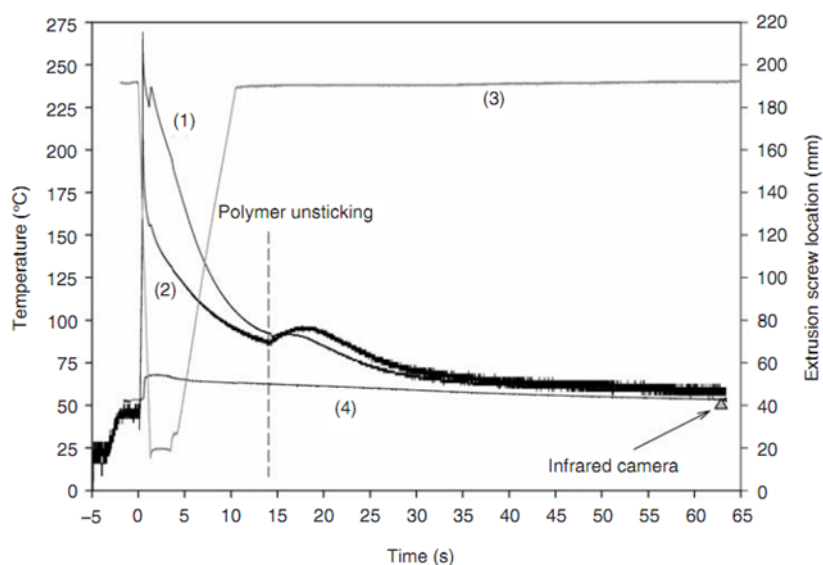


Figure I-32 : Mesures de température en surface et en profondeur d'un moule durant un cycle d'injection [Bendada, 2007]

(1) Température en profondeur, (2) Température en surface, (3) Position de la vis, (4) Température près de la surface de la cavité de moulage

Les résultats obtenus montrent un fort gradient de température que les méthodes habituelles (par exemple celle de Beck [Beck, 1986] consistant en l'utilisation d'un capteur de flux instrumenté de plusieurs thermocouples) ne peuvent repérer. L'avantage de la pyrométrie infrarouge est de permettre la mesure aussi bien de très basses que de très hautes températures avec des temps de réponse extrêmement courts.

De la même manière que Karkri, Pujos et Wielhorski (cf. I.2.1.3), Bendada a développé une méthode consistant à combiner les mesures réalisées par pyrométrie infrarouge à une méthode inverse afin de retrouver le profil d'entrée de l'écoulement [Bendada, 2008]. Mais la méthode ne semble pas avoir été encore appliquée à un écoulement de polymère.

Mais l'étude de l'influence de la dissipation visqueuse sur le profil de température implique de mesurer le profil entier du mélange. La spectrométrie par fluorescence est une méthode non-intrusive qui a été largement utilisée par les chercheurs dans ce but, grâce à sa capacité à déterminer la température en fonction de la position dans le fluide. Cette méthode consiste à mesurer la radiation produite par des composés fluorescent (« *temperature-dependent fluorescent dyes* ») introduits au préalable dans le matériau, et dont la radiation émise dépend de la température [Migler, 1998] [Bur, 2003] [Bur, 2004] [Spalding, 2004]. Le principe de la sonde ainsi qu'un exemple de résultats obtenus est présenté sur la Figure I-33.

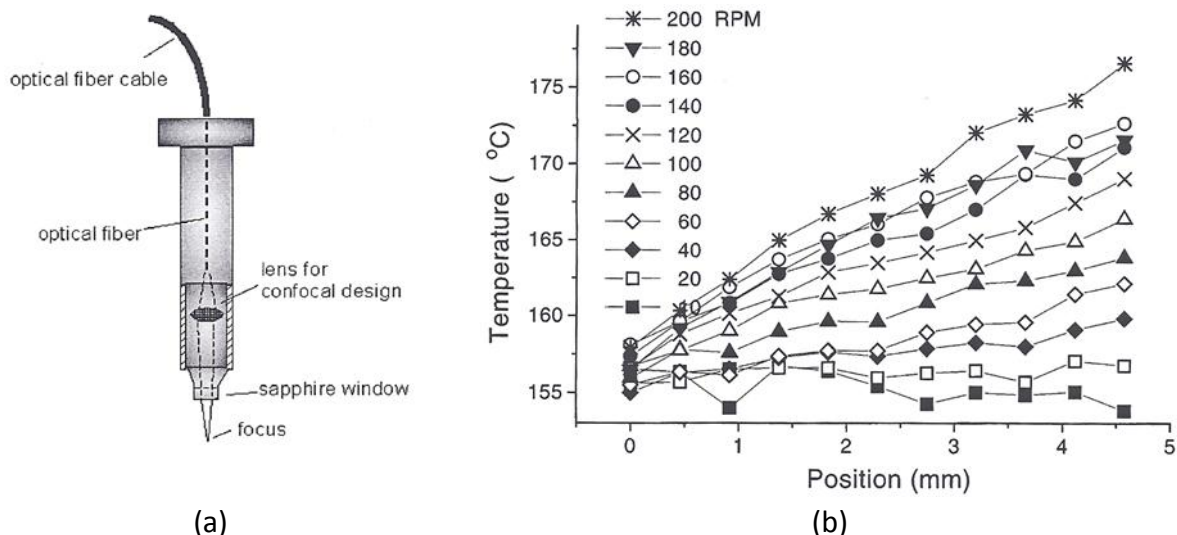


Figure I-33 : (a) sonde de mesure utilisée avec les composés fluorescents [Bur, 2003], (b) profils de température ($R = 0$: paroi, $R = 4$: centre de l'écoulement) mesurés en extrusion en fonction de la vitesse de rotation de la vis [Migler, 1998]

Les profils de température obtenus par Migler [Migler, 1998] (Figure I-33b) montrent une augmentation de température de 18°C au centre de l'écoulement ($R = 4$ mm) à la vitesse de rotation maximale. Cependant, tout comme dans le reste des méthodes citées précédemment, des corrections sont indispensables pour obtenir des mesures fines et précises, sans quoi la réponse de la sonde peut devenir fortement bruitée, et les incertitudes peuvent atteindre plusieurs degrés [Bur, 2001]. Par ailleurs, mis à part le travail de Migler, peu de profils de température semblent avoir été mesurés par spectrométrie fluorescente. Il est donc difficile de conclure sur la qualité de cette technique.

Pour déterminer la température d'un écoulement de polymère, le travail de certains auteurs s'est orienté vers l'association de méthodes non-intrusive avec l'outil numérique. Dans ce sens, Karkri et Wielhorski, dont nous avons déjà présenté les travaux, ont développé un dispositif expérimental pour étudier la température d'un polymère lors de sa mise œuvre. Cette association consiste à réaliser des mesures de température dans l'enveloppe en acier entourant le canal d'extrusion ou dans le moule d'injection, et à coupler ces mesures avec une méthode numérique inverse. Cela permet de déterminer le profil de température entier d'un mélange durant son extrusion [Karkri, 2004] et l'évolution d'une température moyenne en régime transitoire [Wielhorski, 2009]. Les limites de ces méthodes sont imposées par les conditions de mise en œuvre, en particulier le débit, qui ne sont pas toujours favorables à l'estimation.

Toutes les méthodes décrites précédemment sont difficiles à mettre en œuvre dans l'industrie en raison de leur complexité, de leur coût important, ou des corrections nécessaires pour atteindre une bonne précision, et ce pour chaque matériau testé.

I.3.2 Mesures intrusives

Les mesures de température intrusives présentent l'avantage d'être très abordables, relativement simples d'utilisation, et de fournir une mesure directe de la température au sein du matériau. Mais contrairement aux mesures non-intrusives, la perturbation occasionnée par la présence de la sonde peut avoir une influence significative sur la qualité des résultats. La difficulté repose en effet sur la connaissance des conséquences de l'intrusion sur les vitesses de cisaillement, et donc la dissipation visqueuse qui en résulte. La technique de mesure de température intrusive la plus commune, actuellement utilisée dans les machines industrielles, est le thermocouple fixé à la

paroi [Maddock, 1964] [Steward, 1998] [Steward, 1999]. La Figure I-34 présente une photographie de celui monté à la sortie de l'extrudeuse utilisée dans notre travail.



Figure I-34 : Thermocouple monté à la paroi en sortie de vis de l'extrudeuse COLMEC utilisée durant les travaux, (représenté en rouge)

Il permet en théorie une mesure de la température à l'interface polymère-métal [Yazbak, 1993], mais il a été démontré par Johnston et al [Johnston, 2007], qu'il y avait des pertes directes depuis la jonction de thermocouple à travers le blindage en acier puis le fourreau de l'extrudeuse ou le moule. Le thermocouple auto-traversant est une évolution du thermocouple fixé dans la paroi, puisque la position de la sonde peut être modifiée afin d'obtenir plusieurs mesures dans l'espace [Schläffer, 1971], cette technique est d'ailleurs très appliquée dans le domaine de l'injection, où un ou plusieurs thermocouples peuvent être insérés dans les cavités de moulage [Liu, 2009] [Liu, 2009B], dans les chambres de transfert [Amano, 1990] mais aussi dans d'autres procédés tels que le soufflage de corps creux [Huang, 2006].

Chakravorty et al. comparèrent les résultats obtenus avec cette technique avec une mesure infrarouge et un thermocouple placé en sortie de filière, au centre de l'écoulement [Chakravorty, 1997] (Figure I-38).

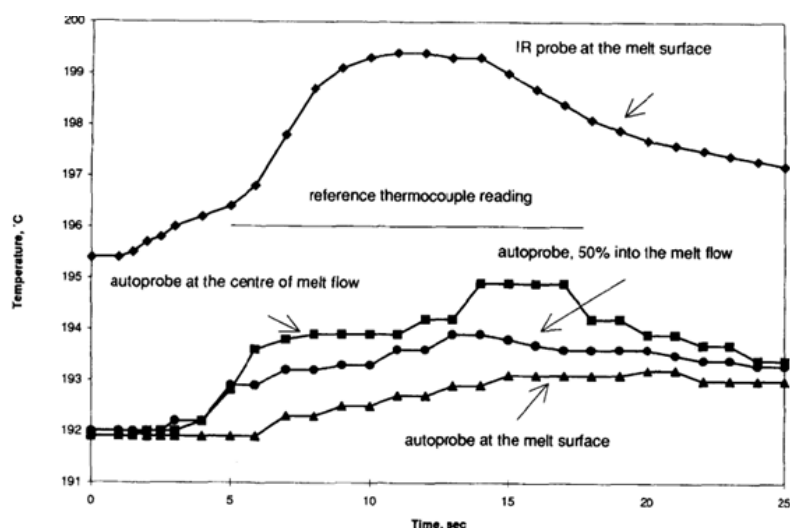


Figure I-35 : Mesures de température par thermocouples auto-traversant et comparaison avec thermocouple en sortie de filière et mesure infrarouge [Chakravorty, 1997]

Les résultats obtenus sont intéressants et montrent bien la non-homogénéité des températures dans l'écoulement. Cependant, les flux de pertes à travers l'acier restent très

importants, et faire varier la position de la sonde résulte en une variation de l'influence de l'intrusion sur l'écoulement. La correction à apporter aux mesures n'est probablement pas la même en fonction de la position, des études seraient très certainement nécessaires avant de relier les températures sur un même profil.

Dans le procédé de moulage par injection une évolution de cette technique a été apportée par Farouk et al. [Farouk, 2005], consistant en l'utilisation d'une aiguille tubulaire, pour acheminer un micro-thermocouple dans une cavité de moulage (Figure I-36).

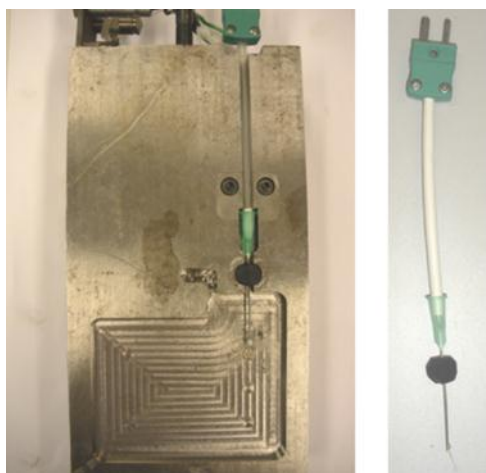


Figure I-36 : Système d'aiguille tubulaire permettant l'acheminement d'un thermocouple dans la cavité de moulage [Minh, 2011]

Ce système permet de mesurer la température de la matière durant les cycles, et à plusieurs positions. La Figure I-37 présente par exemple les températures mesurées en paroi et en profondeur durant un cycle d'injection [Farouk, 2005].

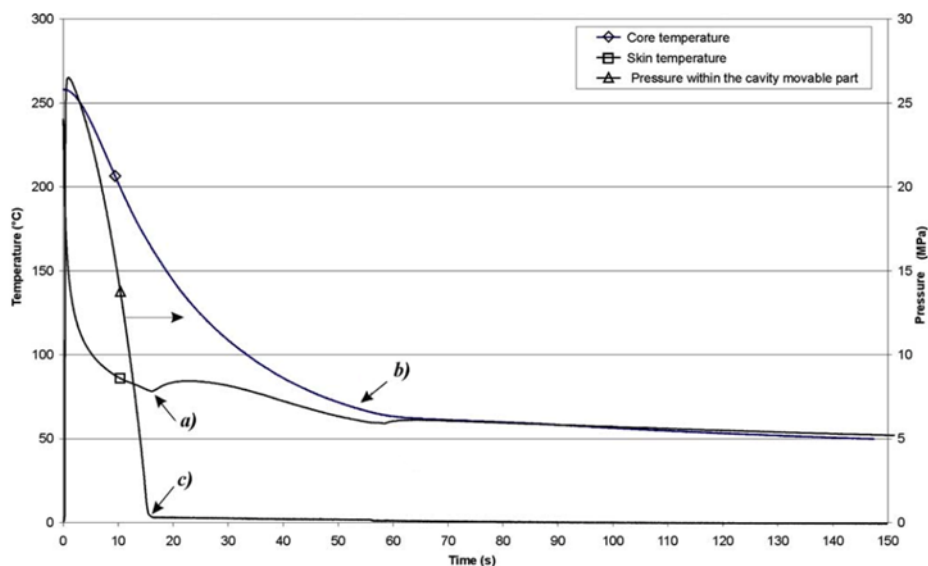


Figure I-37 : Mesures de la température lors d'un cycle d'injection par insertion d'un micro-thermocouple dans une cavité de moulage, (a) température de surface, (b) température en profondeur, (c) pression mesurée dans la partie mobile du moule [Farouk, 2005]

Ce système a notamment été utilisé par la suite pour étudier l'influence des paramètres de mise en œuvre lors du moulage par injection, comme l'évolution de la température [Nicolazo, 2010] ou l'effet de la pression [Minh, 2011].

Une des premières instrumentations thermiques intrusives fut proposée par Bruker et al. [Bruker, 1987]. Ils étudièrent un système où une barre de métal instrumentée de thermocouples est maintenue par un anneau de diamètre intérieur égal à celui de l'écoulement, en l'occurrence le diamètre du fourreau de l'extrudeuse, soit 63,5 mm (Figure I-38).

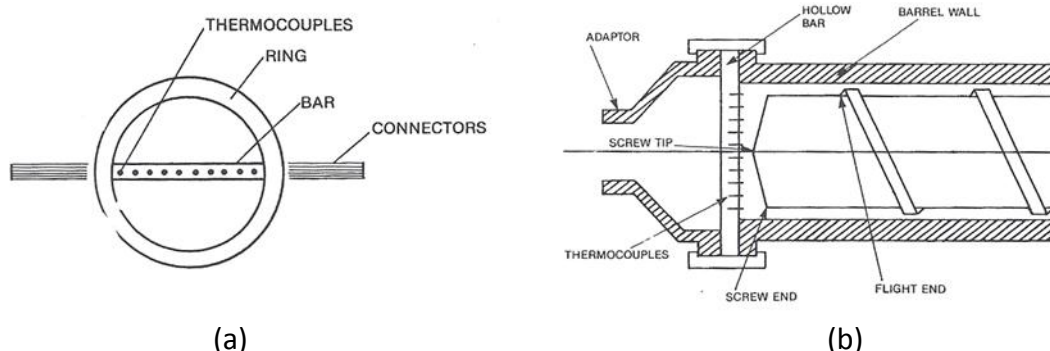


Figure I-38 : (a) Système de mesures de température intrusif de Bruker et al. [Bruker, 1987] et (b) positionnement en sortie de vis d'extrudeuse

Les résultats obtenus par Bruker et al. [Bruker, 1987] sont présentés sur la Figure I-39.

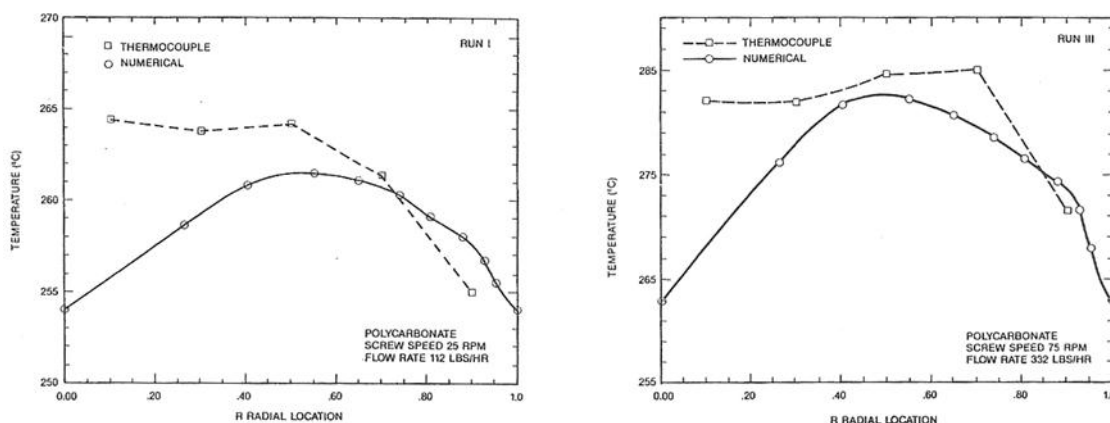


Figure I-39 : Profils de température mesurés par Bruker et al. [Bruker, 1987] pour des débits de 50 kg/h (a) et 150 kg/h (b)

Les profils de températures obtenus sont cohérents avec les autres études réalisées sur le sujet. En effet, un plateau de température au centre de l'écoulement est présent, ainsi qu'une augmentation de la température moyenne avec le débit et même l'apparition de pics de dissipation visqueuse. La comparaison au numérique présente toutefois des différences non-négligeables pouvant être attribuées aux hypothèses appliquées à son modèle (notamment, flux adiabatique en paroi de la vis). D'autre part aucune étude sur l'influence de ce dispositif sur l'écoulement n'a été menée, les cisaillements supplémentaires et la conduction depuis la barre traversante et le fourreau de l'extrudeuse devraient pourtant être pris en compte.

Un autre moyen de détermination de la température du matériau de manière intrusive est l'utilisation du maillage de thermocouples. Conçu par Wood et al. [Wood, 1996], il consiste à placer directement des jonctions de thermocouple dans l'écoulement. Les fils de thermocouples sont placés perpendiculairement et chaque jonction fournit une mesure de température. Par exemple, Sombatsompop et al. [Sombatsompop, 2000] utilisa un maillage de 3 × 4 thermocouples, tandis que Brown et al. [Brown, 2004] mesura les températures dans un écoulement de LDPE, avec deux maillages, le premier de 5 et le second de 7 thermocouples, placés sur un même diamètre. Il apporta

1.3. Méthodes de mesure de température dans les écoulements

une évolution du dispositif pour permettre une rotation de 90° [Brown, 2004]. La Figure I-40 présente un maillage à 9 thermocouples [Sorroche, 2012B].

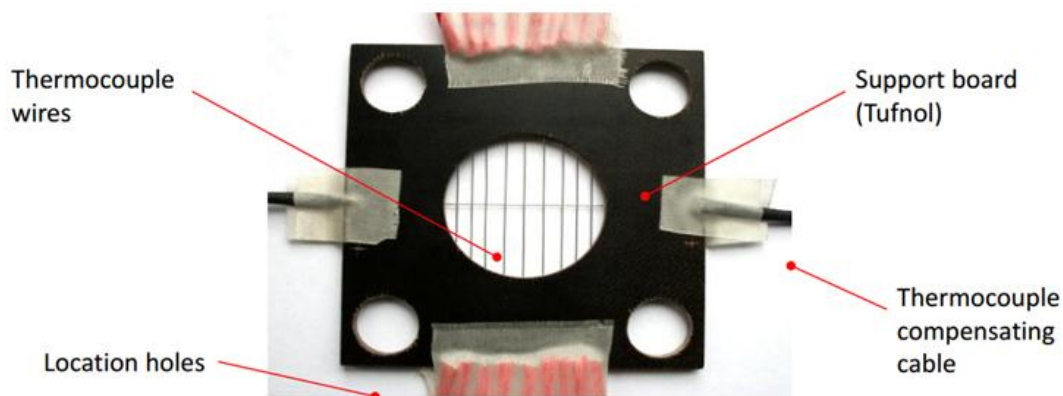


Figure I-40 : Maillage de thermocouples, diamètre intérieur 38 mm, [Sorroche, 2012B]

La première utilisation de cet outil fut réalisée par Sombatsompop pour la détermination des vitesses d'un écoulement à partir de la technique appelée « Cooled-Stainless Tube » (CST) [Sombatsompop, 1999]. Elle consiste à maintenir une section de l'écoulement à faible température tandis que le reste de la matière est à haute température. Lorsque la matière est mise en écoulement, la chute de température observée par le maillage de thermocouples permet de savoir, en chaque point de mesure la vitesse exacte de la matière. Mais l'application la plus générale de cet outil concerne le procédé d'extrusion et la détermination de profils thermiques.

Par exemple, les récentes recherches de Sorroche [Sorroche, 2012], très complètes, sur la thermique d'une extrudeuse, ont permis d'évaluer l'influence de paramètres de mise en œuvre sur la thermique de l'écoulement, tels que la vitesse de rotation de vis (Figure I-41a) et les températures de mise en œuvre (Figure I-41b).

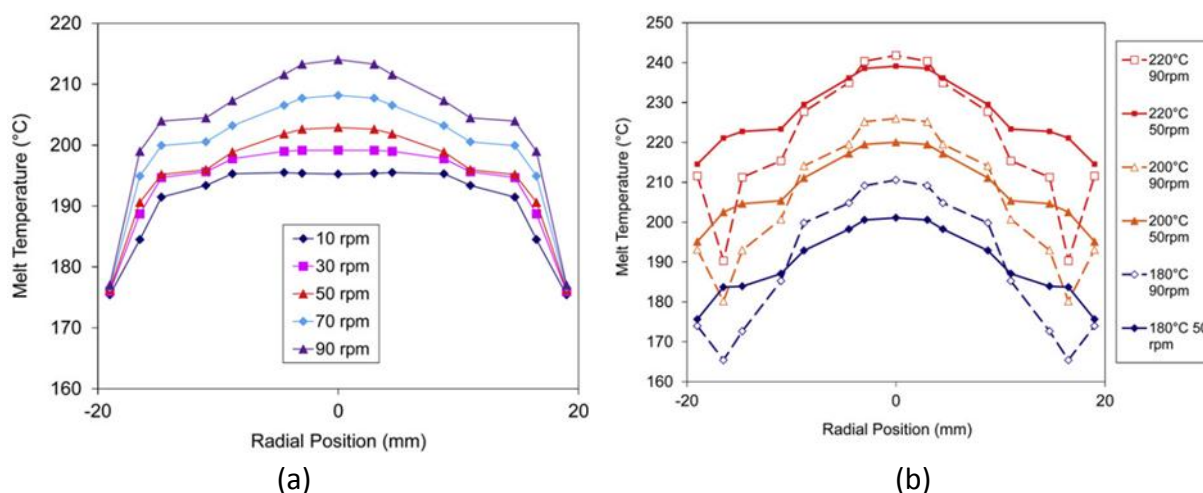


Figure I-41 : Mesures de température avec maillage de thermocouples [Sorroche, 2012B]
(a) influence de la vitesse de rotation de la vis, (b) influence de la température de régulation

Les profils obtenus ont été mesurés à partir de maillages à 8 soudures, auquel la symétrie a été appliquée suite à la démonstration expérimentale de l'axisymétrie de l'écoulement par [Brown, 2004]. Les profils de température mesurés résultent des transferts de chaleur dans le système fourreau-vis et présentent un échauffement localisé au centre. A faible débit, la température est assez homogène à cet endroit et on observe même un plateau. Mais, à mesure que la vitesse de rotation augmente, un pic au centre de l'écoulement apparaît, ainsi que des plateaux,

vraisemblablement dus à la dissipation visqueuse près des parois. Ce type de résultat a été observé par de nombreux auteurs [Sombatsompop, 2000B] [Brown, 2004] [Kelly, 2005] [Kelly, 2006]. Sombatsompop est sans doute l'un des auteurs qui a exploité le maillage de thermocouples de la façon la plus large. En plus des études réalisées sur l'extrusion monovis, il étudia l'extrusion bivis [Sombatsompop, 2000], le moulage par injection [Sombatsompop, 2000C], la thermique de l'écoulement en capillaire [Sombatsompop, 2001B] et l'influence de géométries de filières [Sombatsompop, 2002].

Une de ses études en particulier montre tout l'intérêt d'un tel dispositif : il mesura à conditions de mise en œuvre identiques, l'influence du chargement en fibres de verre sur le profil thermique d'un polyéthylène en injection (Figure I-42).

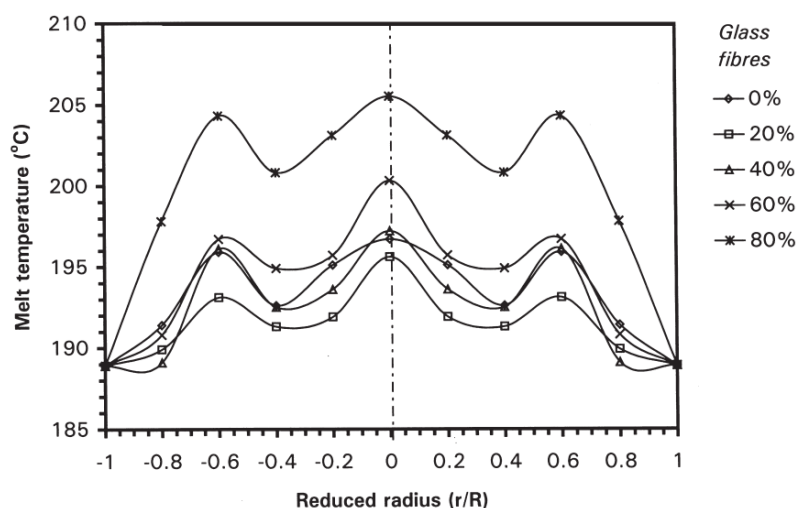


Figure I-42 : Profils de température mesurés par différents auteurs, à plusieurs débits

Au-delà des valeurs relevées dans ces tests, on entrevoit une possibilité intéressante de ce type de démarche : l'étude précise de l'influence de l'ajout de composant sur le comportement thermique de la matière, donc sur son comportement rhéologique dans les conditions de mise en œuvre.

Le maillage de thermocouples offre l'avantage de fournir une mesure directe de la température du mélange, mais en raison de leur présence à l'intérieur de l'écoulement, de la dissipation visqueuse intervient autour des fils. Malgré cette perturbation par Brown et al. [Brown, 2004] afin de déterminer l'influence du diamètre de fil, aucune correction n'a été appliquée par la suite aux mesures effectuées. L'erreur commise a été toutefois évaluée et atteint 2,5°C au centre de l'écoulement pour un diamètre de fil de 0,8 mm. Cette erreur diminue avec le diamètre des fils, et avec la réduction de la taille des soudures de thermocouples.

Le maillage de thermocouples reste difficilement applicable au monde industriel en raison des fortes pressions intervenant dans l'écoulement, et de leur fragilité. De plus, afin d'étudier la dissipation visqueuse et les profils de température dissymétriques, des jonctions supplémentaires dans le maillage de thermocouples seraient nécessaires, mais la dissipation visqueuse augmenterait alors, et la qualité des mesures diminuerait avec. Ce type de technique n'a par ailleurs pas été appliqué sur des dimensions d'écoulement plus faibles, et donc des pressions plus élevées, représentatives des canaux d'injection.

Conclusion

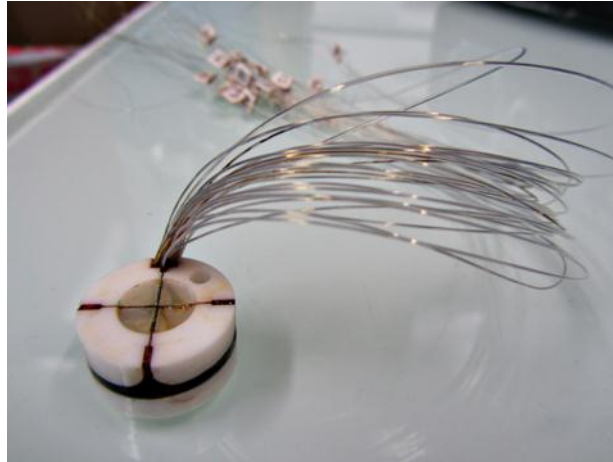
Les dispositifs permettant la mesure de température d'un écoulement de polymère sont nombreux, et chacun présente ses propres avantages et inconvénients. Par exemple, les mesures non-intrusives permettent d'éviter toute perturbation de la matière en écoulement mais sont assez chères, et difficiles à mettre en œuvre, particulièrement dans le monde industriel. A l'inverse, les mesures intrusives sont assez simples et nécessitent peu de réglage. Leur tenue dans le temps reste cependant à prouver et leur simple présence dans la matière perturbe le champ de température. Par ailleurs, elles n'ont été appliquées qu'à des géométries de grandes dimensions ($\varnothing 40$ mm).

Notre objectif est d'étudier la thermique de l'écoulement dans des géométries représentatives de canaux d'injection ou de filières. Les dimensions de la cellule de mesure à réaliser sont donc beaucoup plus petites (10 mm) que celles présentées dans cet état de l'art. Conscient de l'influence sur le champ de température liée à l'intrusion de cette cellule de mesure, l'outil numérique nous permettra d'étudier en détail son influence, de la quantifier et finalement de déterminer la température réelle de l'écoulement.

Enfin, à notre connaissance, aucune étude expérimentale n'a été menée sur la mesure de température dans un écoulement d'élastomère.

Chapitre II.

Outils de caractérisation



II.1	Introduction.....	54
II.2	Caractérisation thermo-rhéo-cinétiques du matériau élastomère	55
II.2.1	<i>Rhéologie.....</i>	55
II.2.2	<i>Propriétés thermo-physiques des matériaux</i>	60
II.2.3	<i>Cinétiques de vulcanisation.....</i>	62
II.2.4	<i>Modélisation des propriétés thermo-rhéo-cinétiques du matériau.....</i>	64
II.3	Caractérisation des écoulements : cellules de mesure de température	65
II.3.1	<i>Description de la CMT</i>	66
II.3.2	<i>Dimensionnement thermique</i>	67
II.3.3	<i>Réalisation de la cellule de mesure en température.....</i>	81
II.4	Caractérisation des écoulements : conception du dispositif expérimental.....	85
II.4.1	<i>Dispositif expérimental</i>	86
II.4.2	<i>Adaptation du dispositif sur une extrudeuse caoutchouc.....</i>	98
II.5	Conclusion	101

II.1 Introduction

Le matériau utilisé pour l'étude est un caoutchouc de type EPDM (éthylène-propylène-diène-monomère). Ce matériau a été introduit pour la première fois dans le commerce dans les années 1960, et en 2003, la capacité de production mondiale des EPM/EPDM était de 1 200 000 tonne. Il est devenu l'un des caoutchoucs synthétiques les plus répandus, préférés à d'autres élastomères conventionnels tels que le butadiène ou l'isoprène pour son excellente résistance au vieillissement, aux intempéries et à l'oxydation, sa bonne résistance aux produits chimiques, à la chaleur, sa souplesse même à basse température ainsi que son aptitude à être chargé. L'EPDM est de ce fait utilisé dans un très grand nombre d'applications majoritairement situées en extérieur : dans l'automobile (joints d'étanchéité, durites, systèmes de refroidissement), les circuits de chauffage, les toits plats, l'isolation électrique, les panneaux photovoltaïques, les constructions industrielles, etc⁵. Des exemples de profilés réalisés par extrusion d'EPDM pour l'industrie automobile sont présentés sur la Figure II-1.

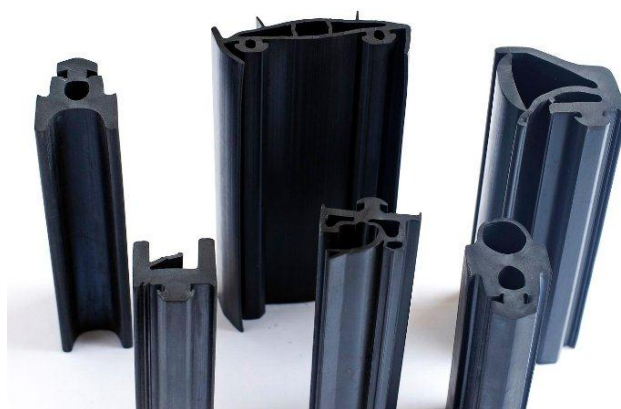


Figure II-1 : exemples de profilés EPDM

L'EPDM est un copolymère à base d'éthylène, de propylène et d'un diène, habituellement du norbornène ou du 1,4-hexadiène, avec des proportions éthylène/propylène/diène s'étendant en règle générale autour de 55%/40%/5%, ces proportions variant selon les applications souhaitées pour l'EPDM [Guriya, 1998] [Rutherford, 2005] [Tan, 2009]. L'EPDM utilisé pour nos travaux a été fourni par la société SACRED⁶, sa composition est détaillée dans le tableau II-1. Le mélange comprend un caoutchouc de base composé de gomme, de noir de carbone et de lubrifiant, et un système de vulcanisation composé de soufre et d'accélérateurs de la réaction de vulcanisation.

⁵ Informations tirées de Encyclopedia of Polymer Science and Engineering

⁶ Transformateur et équipementier automobile, partenaire du projet RHEOTEL, www.sacred.fr

II.2. Caractérisation thermo-rhéo-cinétique du matériau élastomère

Elastomère EPDM	Matières	Proportions (phr ⁷)	Matières	Proportions (phr)
Base	Keltan 2340®	100	SRF/HS (evonik)	100
	- Ethylène	53	Huile claire	70
	- propylène	41		
	- Termonomère	6		
Système de vulcanisation	Stearine	1	Tetrone A	1
	ZNO	5	MBT	1,5
	ZDBC	1,5	NA22	0,6
	ZDEC	1,5	Soufre	2,5

Tableau II-1 : Composition du mélange EPDM

Un dispositif expérimental, équipé d'une métrologie fine, a été développé de façon à étudier le comportement thermo-mécanique d'un écoulement d'EPDM durant sa mise en forme. Le dispositif peut s'adapter, de façon très générale, à l'étude de tout autre polymère. En vue du dimensionnement de l'ensemble du dispositif, les propriétés thermophysiques et rhéologiques du matériau sont caractérisées et présentées. Le matériau utilisé durant les expérimentations est un EPDM non accéléré, c'est-à-dire qu'il ne peut vulcaniser, afin d'éviter le risque de grillage lors des essais. En revanche, après les expérimentations, et à partir des résultats de celles-ci, le comportement réactionnel de l'élastomère pourra être extrapolé numériquement, ses propriétés cinétiques doivent donc elles aussi être caractérisées.

II.2 Caractérisation thermo-rhéo-cinétique du matériau élastomère

II.2.1 Rhéologie

II.2.1.1 Mesures expérimentales

Lors de la mise en œuvre par extrusion, les vitesses de cisaillement atteignent jusqu'à 1000 s^{-1} pour les plus grosses extrudeuses industrielles. En moulage par injection, les vitesses de cisaillement dans l'écoulement sont plus importantes et peuvent atteindre jusqu'à 10000 s^{-1} .

Couvrir l'ensemble de cette large gamme de vitesses de cisaillement implique l'utilisation de plusieurs appareils de mesures rhéométriques, tels qu'un rhéomètre rotationnel pour les faibles vitesses de cisaillement et un rhéomètre capillaire pour les vitesses de cisaillement plus élevées. L'application de la loi de Cox-Merz [Cox, 1958] permet de traduire les mesures du rhéomètre oscillant en évolution de viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement. Cependant, des essais préliminaires réalisés sur un élastomère similaire ont montré que cette méthode est peu adaptée à ce type de matériau [Launay, 2011].

⁷ Parts per hundred of rubber, unité de mesure utilisée en formulation

De ce fait, la viscosité du mélange EPDM a été déterminée à l'aide d'un rhéomètre capillaire ROSAND RH2000 de marque MALVERN (Figure II-2). L'intérêt de ce rhéomètre est d'être muni de deux canaux permettant de tester le matériau sur deux filières en même temps, et ainsi de réduire le nombre de tests nécessaires à l'obtention des viscosités corrigées (Bagley, ...). Les deux canaux d'écoulement sont de diamètre 12 mm et de longueur 250 mm. Deux pistons poussent la matière à travers les canaux, chacun instrumenté d'une filière propre, en même temps et avec les mêmes vitesses de déplacement. La première filière est de 16 mm de longueur et la seconde, appelée « filière orifice » est de longueur quasi-nulle. Cette dernière permet ainsi de s'acquitter directement de la correction de Bagley [Bagley, 1957] sans l'utilisation de filières supplémentaires. La correction de Rabinowitsch [Rabinowitsch, 1929], nécessaire au traitement des données est par ailleurs directement traitée par le logiciel d'acquisition lié au rhéomètre. 500 acquisitions sont effectuées par cm^3 de matière écoulee, et lorsque sur quatre points de mesure, la variation de pression est inférieure à 0,3%, la moyenne est mesurée sur les quatre points correspondants, la valeur est alors enregistrée, et ensuite la vitesse de déplacement du piston augmente en vue de la mesure suivante.

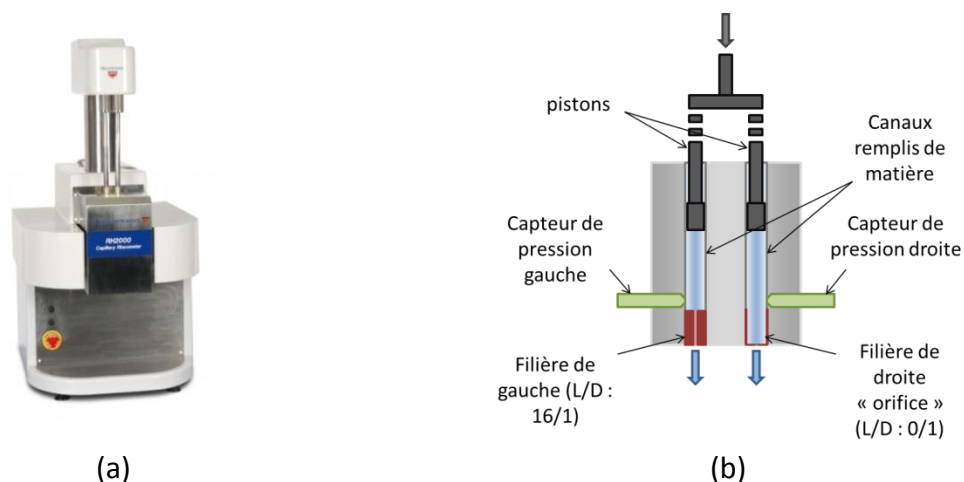


Figure II-2 : Rhéomètre MALVERN ROSAND RH2000 (a), et schéma de principe

Les résultats des mesures réalisées au LIPHT⁸ de Strasbourg pour trois températures typiquement rencontrées dans le cadre de l'extrusion d'élastomère, 100°C, 120°C et 140°C, et pour des vitesses de cisaillement comprises entre $0,1 \text{ s}^{-1}$ et 10000 s^{-1} , sont représentés sur la Figure II-3.

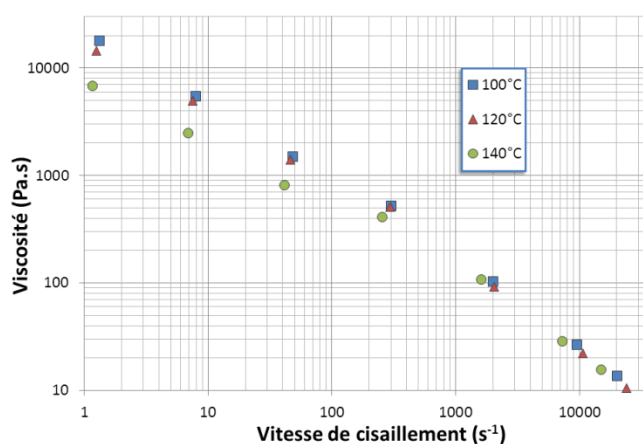


Figure II-3 : Rhéologie de l'EPDM à 100, 120, 140 et 160°C

⁸ LIPHT : Laboratoire d'ingénierie des Polymères pour les Hautes Technologies, Université de Strasbourg

Ces résultats, proches de ceux obtenus pour des mélanges de même nature [Nakason, 2004], montrent :

- le niveau élevé de viscosité de l'EPDM (1000 Pa.s à 100 s⁻¹)
- la forte dépendance de la viscosité à la vitesse de cisaillement (comportement pseudoplastique prononcé)
- la thermodépendance de la viscosité à faibles vitesses de cisaillement

II.2.1.2 Lois de comportement rhéologique

Plusieurs lois de comportement existent pour décrire la dépendance de la viscosité à la vitesse de cisaillement. L'une des lois les plus simples est celle d'Ostwald de Waele [Blair, 1939] connue aussi sous le nom de loi puissance :

$$\eta = K \cdot \dot{\gamma}^{n-1} \quad (3)$$

Avec η la viscosité du fluide, K la consistance ou la viscosité à une vitesse de cisaillement unitaire, $\dot{\gamma}$ la vitesse de cisaillement et n l'indice de pseudoplasticité. La loi puissance, particulièrement utilisée dans les études numériques concernant des polymères en écoulement [Ha, 2008] [Kang, 2002] [Mitsoulis, 2010], représente assez bien le comportement rhéologique à hautes vitesses de cisaillement. Le défaut de cette loi apparaît aux faibles vitesses de cisaillement où la viscosité tend vers l'infini plutôt que vers une viscosité limite η_0 (plateau newtonien), ce qui peut concrètement nuire à la convergence des calculs numériques.

Plusieurs modèles ont été développés pour remédier à ce problème en permettant d'imposer des plateaux newtoniens à faibles vitesses de cisaillement. Entre les deux, la rhéologie du matériau est décrite en loi puissance. L'un des modèles rhéologiques les plus simples de ce type est la loi de Cross [Cross, 1965] :

$$\frac{\eta}{\eta_0} = \frac{1}{1 + (\lambda_t \dot{\gamma})^n} \quad (4)$$

η_0 représente la viscosité du plateau newtonien à faibles vitesses de cisaillement et λ_t est le temps caractéristique d'enchevêtrement du matériau. La difficulté de la loi de Cross réside dans l'impossibilité de faire varier la courbure du modèle. La loi de Carreau-Yasuda [Yasuda, 1981] agit de la même manière que la loi de Cross mais cette fois-ci en offrant la possibilité de faire varier la courbure entre le plateau newtonien et le comportement puissance par l'ajout d'un paramètre b ajustable. Largement utilisée dans la modélisation numérique des écoulements de polymère [Carneiro, 2001] [Connelly, 2007] [Patil, 2008], elle s'écrit comme suit en ne considérant aucun plateau newtonien η_∞ à hautes vitesses de cisaillement :

$$\frac{\eta}{\eta_0} = (1 + (\lambda_t \dot{\gamma})^b)^{n-1/b} \quad (5)$$

A noter que cette loi est une version généralisée de la loi de Bird-Carreau, dans laquelle le paramètre b est fixé à 2. Le comportement des modèles Puissance, de Cross et de Carreau-Yasuda est présenté sur la Figure II-4.

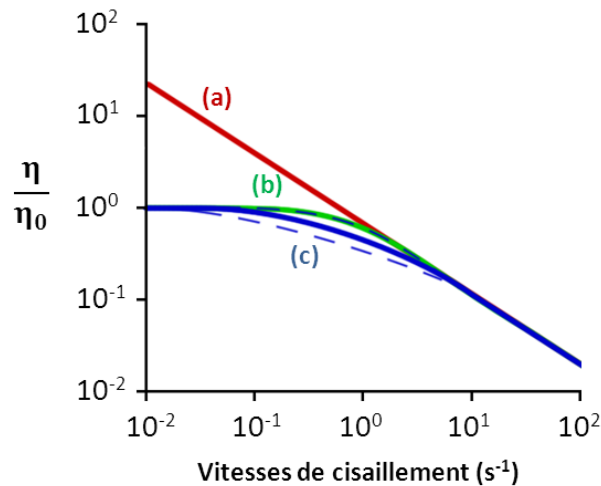


Figure II-4 : Comportement des modèles rhéologiques, loi Puissance (a), loi de Cross (b) et loi de Carreau-Yasuda (c)

Les lois décrites précédemment permettent de modéliser la dépendance de la viscosité à la vitesse de cisaillement. La température peut également avoir un impact fort sur le comportement du matériau. Il est possible d'intégrer son influence directement dans la consistance η_0 par la loi d'Arrhénius [Arrhenius, 1889] :

$$\eta_0 = K_0 e^{-CT} \quad (6)$$

Avec T la température du matériau et C le paramètre de thermodépendance.

Les paramètres de ces lois ont été identifiés à l'aide d'un solveur commercial. Le tableau II-2 répertorie les paramètres estimés à partir des mesures expérimentales. L'écart-type est calculé à partir de l'expression suivante :

$$\sigma = \sqrt{\frac{1}{n_i} \sum_{i=1}^{n_i} (x_i - \bar{x})^2} \quad (7)$$

Avec :

$$x_i = \eta_{mes} - \eta_{mod} \quad (8)$$

$$\bar{x} = \frac{1}{n_i} \sum_{i=1}^{n_i} (\eta_{mes} - \eta_{mod}) \quad (9)$$

Avec \bar{x} la moyenne des mesures, η_{mes} les mesures expérimentales, η_{mod} les viscosités déterminées par les modèles rhéologiques et n_i le nombre de points expérimentaux.

La Figure II-5 présente une comparaison des résultats obtenus à partir des lois précédemment décrites, la loi Puissance, la loi de Cross et la loi de Carreau-Yasuda pour une température de 120°C.

II.2. Caractérisation thermo-rhéo-cinétique du matériau élastomère

	Loi Puissance	Loi de Cross	Loi de Carreau-Yasuda
Paramètres de thermodépendance			
K_0 (Pa.s ⁿ)	60100	75616	769732
c (°C ⁻¹)	0,00945	0,00967	0,00993
Autres paramètres			
η_0 (120°C) (Pa.s ⁿ)	19329	23688	233714
n	0,293	0,772	0,0609
λ_t (s)		0,698	1,094
b			0,233
Ecart-type σ (Pa.s)	1681	1230	1214

Tableau II-2 : Récapitulatif des paramètres des modèles rhéologiques identifiés

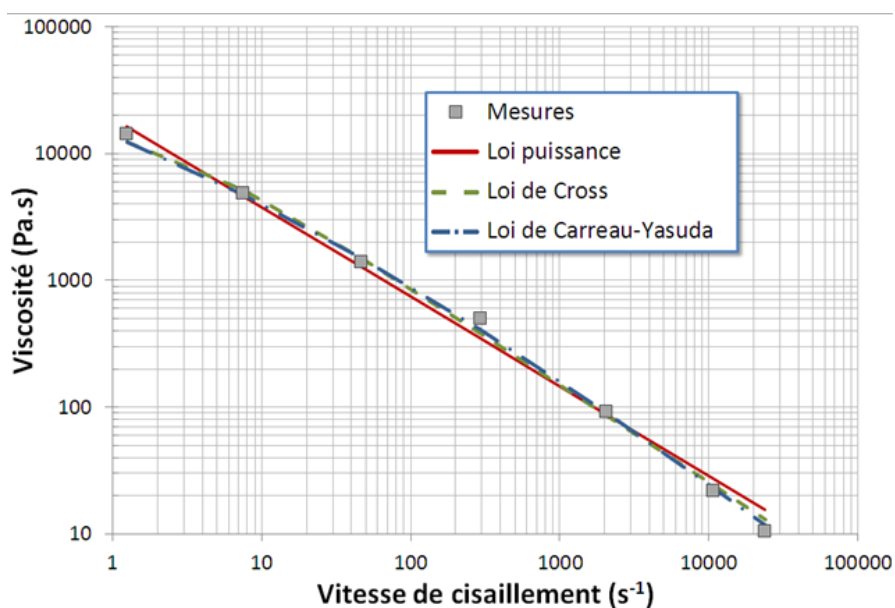


Figure II-5 : Modèles pour la rhéologie de l'EPDM à 120°C

La loi de Carreau-Yasuda est celle qui représente le plus fidèlement les résultats expérimentaux obtenus : l'écart-type est inférieur de plus de 25% à celui correspondant à la loi puissance. Ce modèle est donc retenu pour la suite de l'étude. Les résultats obtenus pour les trois températures de tests au rhéomètre capillaire, 100°C, 120°C et 140°C, sont présentés sur la Figure II-6.

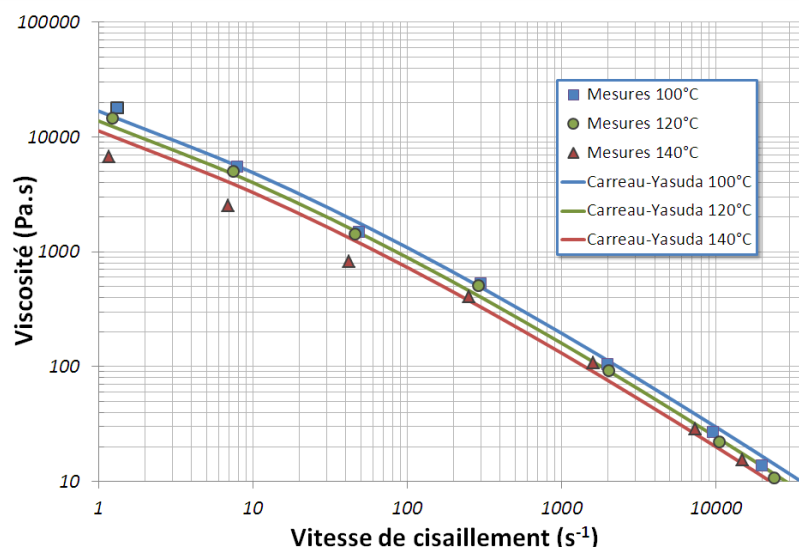


Figure II-6 : Points expérimentaux et modèles rhéologiques pour l'EPDM à 100, 120 et 140°C

II.2.2 Propriétés thermo-physiques des matériaux

Les caractéristiques thermophysiques de l'élastomère non réactif et des autres matériaux ont été déterminées avec des appareils de laboratoire. Le protocole expérimental et les résultats obtenus sont décrits ci-dessous.

II.2.2.1 Capacité calorifique

La capacité calorifique de notre matériau a été déterminée en fonction de la température par analyse calorimétrique différentielle à balayage à l'aide d'une DSC (Differential Scanning Calorimeter) à flux thermique de type METTLER TOLEDO DSC1 (cf. Annexe 1A).

La méthode TOPEM, développée par METTLER TOLEDO, a été utilisée. Elle permet de séparer les effets liés à la modification de chaleur sensible (Transition vitreuse, fusion des polymères, ...) de ceux liés à la modification de chaleur latente (réactions chimiques). Elle consiste à superposer au programme de température linéaire de base un signal de température périodique, de période aléatoire et d'amplitude fixée. Si les amplitudes des modulations de température sont suffisamment faibles, on peut supposer que les propriétés thermiques de l'échantillon ne sont pas affectées par la variation de température et que l'échantillon est en équilibre thermique pendant le temps de la variation [Cheheb, 2011B].

Une rampe de température de 2°C/min a été imposée. Trois essais ont été réalisés, avec des échantillons d'EPDM de masse 7,84 mg pour le premier essai, 8,03 mg pour le second et 7,5 mg pour le dernier. La Figure II-7 présente la capacité thermique massique du mélange EPDM en fonction de la température, obtenue pour les trois essais et le modèle linéaire représenté en trait plein.

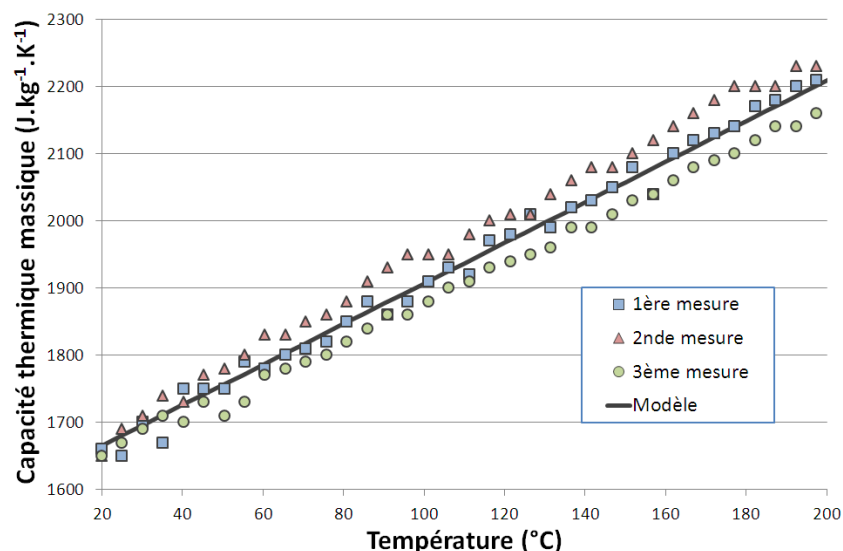


Figure II-7 : Capacité thermique en fonction de la température

Comme attendu, la capacité thermique massique augmente avec la température, et de façon linéaire [Nguyen, 1999]. En effet aucune réaction exothermique ou endothermique n'a été observée pendant les essais car le matériau utilisé n'est pas accéléré, donc ne peut réagir cinétiquement. Par ailleurs ces valeurs concordent bien avec les résultats obtenus par certains auteurs sur les polymères [Dos Santos, 2008] [Limper, 2002]. La loi linéaire utilisée pour la détermination de la capacité thermique massique est la suivante :

$$C_p(T) = 3,0194 \times T + 1605,1 \pm 30 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1} \quad (T \text{ en } ^\circ\text{C}) \quad (10)$$

L'erreur relative maximale entre le modèle et les mesures expérimentales s'élève à 3%.

II.2.2.2 Conductivité thermique

La conductivité thermique du mélange EPDM a été mesurée à température ambiante par méthode HOT DISK à l'aide d'un conductivimètre HOT DISK TPS 2500 de Thermoconcept (cf. Annexe 1B).

Deux échantillons d'EPDM, de dimensions 50 × 50 mm et d'épaisseur 6 mm, sont placés autour d'une sonde en Kapton de 2 mm de diamètre. Une puissance de 0,01 W est délivrée pendant 20s, convertie en un échauffement de maximum 7°C dans les échantillons d'EPDM. La conductivité thermique déterminée à partir des quatre essais réalisés est de **0,339 W.m⁻¹.K⁻¹ ± 0,002**.

Les conductivités thermiques, en général plus faibles dans le cas des polymères [Rides, 2009] [Kang, 2002], peuvent se révéler être assez élevées dans le cas des élastomères [Javadi, 2011]. Les résultats obtenus sont cohérents avec d'autres mesures effectuées sur de l'EPDM [Limper, 2002].

II.2.2.3 Masse volumique

La masse volumique du mélange EPDM, nécessaire à la prédiction de son comportement en écoulement, a été déterminée à température ambiante à l'aide d'une balance METTLER TOLEDO, instrumentée d'un kit « masse volumique ». Son principe est détaillé en annexe (cf. Annexe 1C). La masse volumique calculée à l'aide de ce dispositif est **1091±2 g/cm³**, la précision ayant été déterminée à partir de la reproductibilité entre plusieurs essais réalisés.

La masse volumique a également été mesurée dans la gamme de température d'extrusion : entre 100°C et 160°C à l'aide d'un appareil MFI (Melt Flow Index). Cet appareil est destiné à déterminer l'indice de fluidité d'un matériau. Dans notre cas, nous souhaitons seulement déterminer la masse volumique d'un fluide à une température donnée. Son fonctionnement est proche de celui d'un rhéomètre capillaire, mais il permet également une mesure de volume. En effet, le fluide, placé dans une chambre régulée en température, est extrudé à l'aide d'un piston au travers d'un capillaire. Le piston est doté d'un dispositif permettant de repérer la mesure du volume extrudé en fonction du temps. La masse volumique est ensuite déterminée à partir du volume et de la masse de l'échantillon passée dans le capillaire. Les mesures de masse volumique réalisées à température ambiante, ainsi qu'à 100, 120 et 140°C sont représentées sur la Figure II-8, ainsi que la loi polynomiale de second degré utilisée comme modèle.

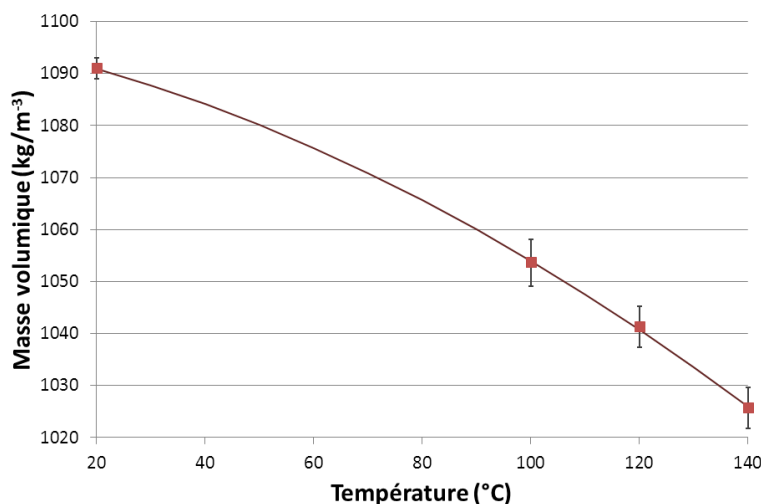


Figure II-8 : Evolution de la masse volumique en fonction de la température, modèle de type loi polynomiale de second degré

Avec l'augmentation de la température, la masse volumique du mélange décroît, ce qui est habituel dans le cas des polymères [Laun, 2003]. Le modèle utilisé pour déterminer la masse volumique en fonction de la température, représenté en trait plein sur la Figure II-8, est décrit par l'équation 11 :

$$\rho(T) = -1,982 \times 10^{-3}T^2 - 2,249 \times 10^{-1}T + 1,096 \times 10^3 \pm 5 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3} \quad (11)$$

Une variation de plus ou moins 10°C autour de la température de mise en œuvre n'entraîne qu'une très faible variation de masse volumique. C'est pourquoi, lors des simulations numériques, la masse volumique sera calculée en utilisant la loi polynomiale précédente, à partir de la température moyenne de l'écoulement. Les valeurs obtenues concordent avec les densités déterminées lors de précédentes études [Samarzija, 2009], et en particulier avec de l'EPDM [Müllner, 2008].

II.2.3 Cinétiques de vulcanisation

II.2.3.1 Modèle d'induction

Afin d'étudier l'influence des variations de température lors de l'écoulement de l'EPDM dans les procédés de mise en forme, il est nécessaire de connaître son comportement cinétique. En particulier, dans la problématique de l'écoulement des matériaux réactifs, l'objectif est d'éviter le grillage de la matière, c'est-à-dire l'apparition d'une cuisson prématurée. Il est donc fondamental de connaître le temps avant que la réaction de vulcanisation ne se déclenche. Il s'agit du temps

d'induction isotherme classiquement exprimé par la loi de Claxton et Liska [Claxton, 1964] (équation 12) (Figure II-9).

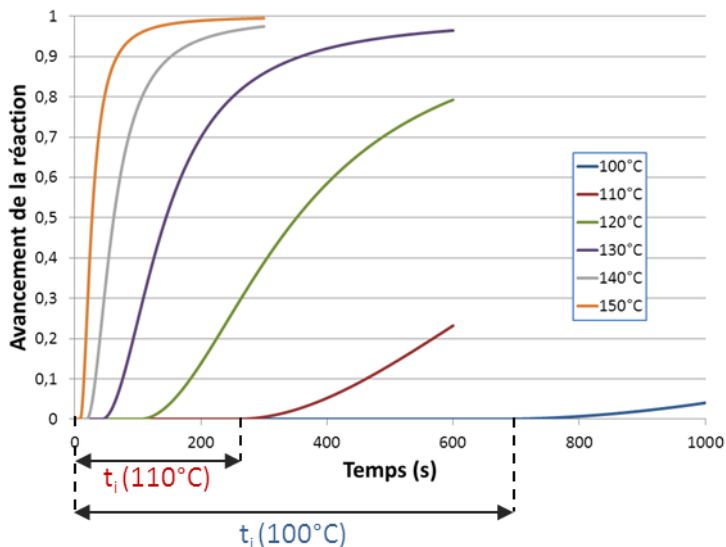


Figure II-9 : Courbes de cinétique du mélange EPDM à 160°C et 180°C, et temps d'induction associés

$$t_i = t_0 e^{\frac{E_a}{RT}} \quad (12)$$

Avec t_0 la constante de la loi d'induction, E_a l'énergie d'activation et R la constante des gaz parfaits. Lorsque la température du matériau évolue au cours du temps, le temps d'induction anisotherme peut s'écrire [Isayev, 1987] :

$$\beta = \int_0^t \frac{dt}{t_i(T)} \quad (13)$$

Dans ces conditions, le démarrage de la réaction (grillage) débute lorsque le temps adimensionnel β est supérieur à 1.

La cinétique de réaction du mélange dépend du système d'accélération choisi pour sa cuisson. Ainsi, en injection, les cinétiques de réaction démarrent rapidement. A l'inverse, dans le cas de procédés tels que l'extrusion, demandant un temps de préchauffage important, les cinétiques démarreront plus tardivement. Lors des expérimentations que nous allons réaliser avec notre dispositif, le mélange utilisé ne sera pas accéléré pour éviter toute problématique de grillage. L'avancement dans l'induction pourra être calculé à partir de la simulation numérique de l'expérience (cf. Chapitre III.3).

II.2.3.2 Paramètres du modèle pour l'EPDM

Les mesures effectuées à l'aide du MDR (Rhéomètre à chambre oscillante) (cf. Annexe 1D) nous ont fourni le temps d'induction t_i en fonction de la température de test. Les paramètres de la loi d'induction ont été déterminés à partir de la méthode graphique de Coran [Coran, 1964] en écrivant l'équation du temps d'induction sous forme logarithmique :

$$\ln t_i = \ln t_0 + \frac{E}{R} \times \frac{1}{T} \quad (14)$$

On place les points, correspondant à chaque température, sur une droite d'Arrhenius. La pente de la droite reliant les points correspond à E/R , et t_0 est l'intersection entre la droite et l'axe des abscisses ($\ln t_i$) (Figure II-10). Les paramètres identifiés pour les deux mélanges et les temps d'induction pour 100 et 150°C sont présentés dans le tableau II-3.

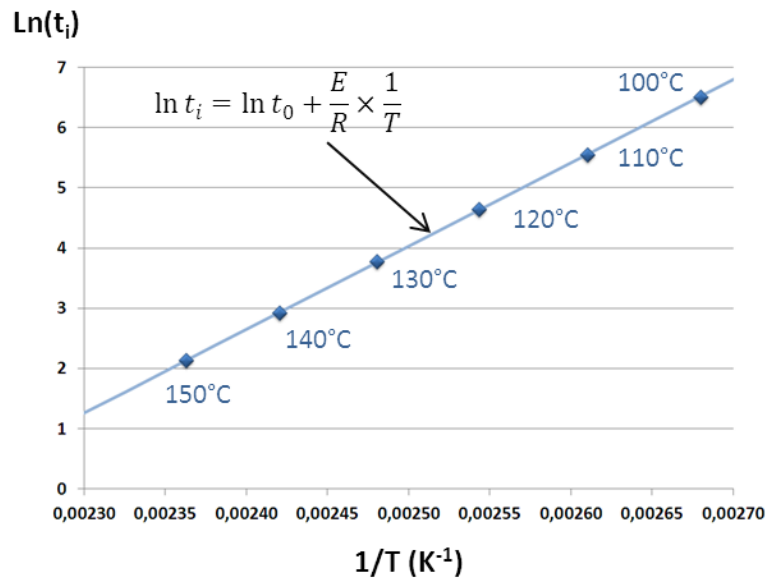


Figure II-10 : Principe du traitement graphique de Coran

Caractéristiques cinétiques	valeurs
t_0 (s)	$5,4404 \times 10^{-16}$
E_a ($J.mol^{-1}$)	114969
R ($J.mol^{-1}.K^{-1}$)	8,314
t_i (100°C) (s)	675,87
t_i (150°C) (s)	8,46

Tableau II-3 : Résultats de la caractérisation cinétique

II.2.4 Modélisation des propriétés thermo-rhéocinétiques du matériau

Finalement, les données matière expérimentales que nous retenons pour la suite, et qui serviront notamment dans les calculs numériques, sont rappelées dans le tableau II-4.

II.3. Caractérisation des écoulements : cellules de mesure de température

Caractéristiques thermophysiques		
$\overline{C_p}$	J.kg ⁻¹ .K ⁻¹	calculé à partir de $3,0194 \times T + 1605,1$
$\overline{\rho}$	kg.m ⁻³	Calculé à partir de $-1,982 \times 10^{-3} T^2 - 2,249 \times 10^{-1} T + 1,096 \times 10^3$
λ	W.m ⁻¹ .K ⁻¹	0,339
Caractéristiques rhéologiques		
K_0	Pa.s ⁿ	769732
C	°C ⁻¹	0,00993
n		0,0609
λ_t	s	1,094
b		0,233
Caractéristiques cinétiques		
t_0	s	$5,4404 \times 10^{-16}$
E	J.mol ⁻¹	114969
R	J.mol ⁻¹ .K ⁻¹	8,314

Tableau II-4 : Tableau récapitulatif des modèles et valeurs retenus pour les propriétés thermo-rhéologiques de l'EPDM

Lors de son écoulement dans les canaux d'injection et dans les filières d'extrusion, le matériau subit des changements de température, notamment en raison de la dissipation visqueuse. La prise en compte de la thermodépendance de la viscosité lors des simulations numériques alourdit fortement le modèle numérique et rend plus difficile la convergence des calculs. C'est pourquoi la majorité des études numériques se fait avec des propriétés thermophysiques et rhéologiques calculées pour une température constante [Ha, 2008] [Hassan, 2008] [Limper, 2002]. Dans la présente étude, les caractéristiques thermophysiques, ainsi que la consistance de notre matériau seront calculées à partir de la température moyenne de l'écoulement.

II.3 Caractérisation des écoulements : cellules de mesure de température

La cellule de mesure de température développée dans ce travail permet :

- L'insertion de thermocouples dans l'écoulement, à une position connue et stable
- De protéger l'instrumentation des fortes pressions appliquées à l'écoulement

Dans cette partie nous détaillons la conception et la réalisation du capteur thermique intrusif. Ce capteur est dénommé « Cellule de Mesure de Température » (CMT). Cette étude comporte le dimensionnement thermique permettant de quantifier la perturbation due au caractère intrusif du capteur. Une étude mécanique simplifiée est aussi menée, et est présentée en Annexe (cf. Annexe 2).

II.3.1 Description de la CMT

La cellule de mesure développée est conçue dans un matériau céramique de type zircone blanche⁹. D'aspect cylindrique, elle est entourée d'un anneau de diamètre extérieur 20 mm et contient un évidement laissant place à une forme intérieure double-elliptique. L'écoulement de polymère a lieu autour de cette partie intrusive sur un diamètre de 10 mm. La double-ellipse présente deux intérêts :

- Limiter les pressions engendrées en limitant et en amenant progressivement la réduction de section de l'écoulement
- Eviter d'éventuelles zones mortes (matière stagnante) en sortie

Le détail de la géométrie de la CMT non instrumentée de thermocouples est donné dans la Figure II-11. Les dimensions principales sont données dans la Figure II-12.

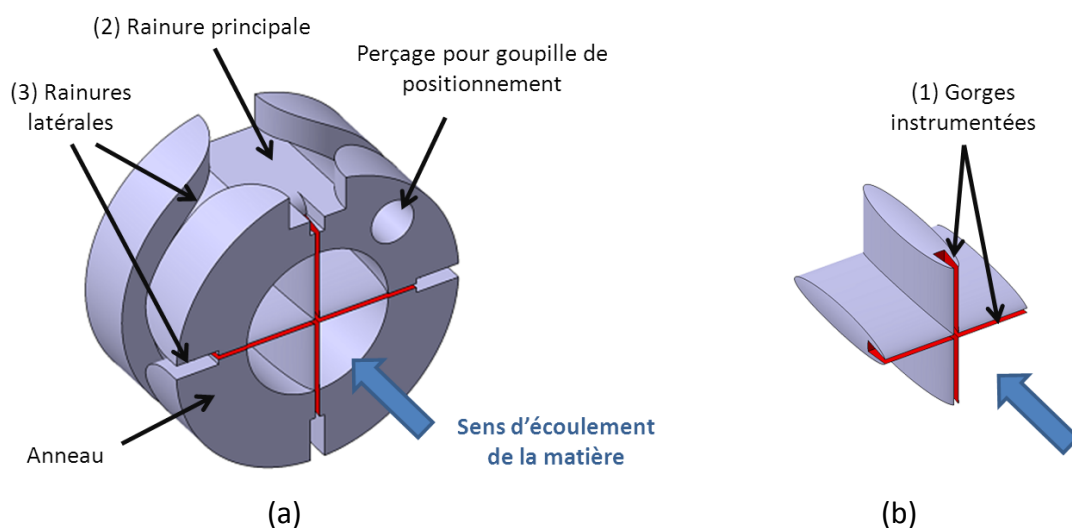


Figure II-11 : Géométrie de la cellule de mesure

(a) CMT entière, (b) Partie intrusive

La Figure II-13 présente les plans de conception de la CMT. De façon à assurer un contact parfait entre la CMT et l'enveloppe dans laquelle elle sera placée, des surépaisseurs sur les dimensions de l'anneau ont été prévues. Deux gorges (1, Figure II-11) de forme parallélépipédique, de dimensions 0,3 mm à l'ouverture, 0,8 mm au fond et de 2 mm de profondeur ont été réalisées sur la face avant de façon à recevoir les soudures de thermocouples. Les gorges d'instrumentation sont suffisamment larges pour permettre l'introduction d'une résine visant à maintenir en position et protéger les soudures de thermocouples. L'instrumentation d'une gorge verticale et d'une gorge horizontale permet non seulement d'étudier l'axisymétrie des profils de température expérimentaux, mais aussi de travailler sur des géométries où l'axisymétrie de la température de l'écoulement n'existe plus. L'ensemble est prévu pour accueillir des fils de thermocouples, de diamètre 50 μm . Acheminés à travers des rainures latérales (2, Figure II-11) parcourant tout le contour de l'anneau, ils se rejoignent sur la partie supérieure de la CMT dans une rainure principale (3, Figure II-11).

⁹ Céramique technique de type zircone blanche Y-TZP (Ytria Tetragonal Zirconia Polycrystal)

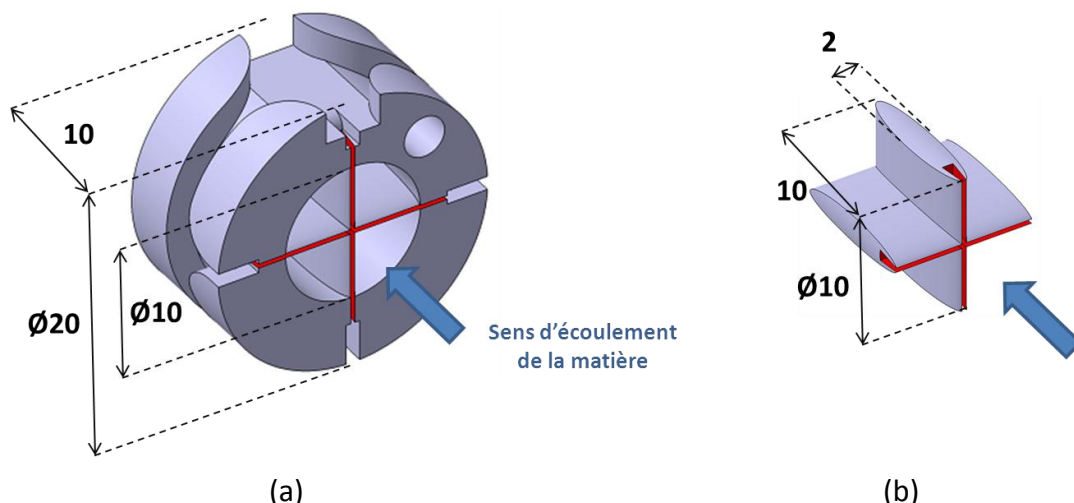


Figure II-12 : Dimensions principales de la cellule de mesure
(a) CMT entière, (b) Partie intrusive

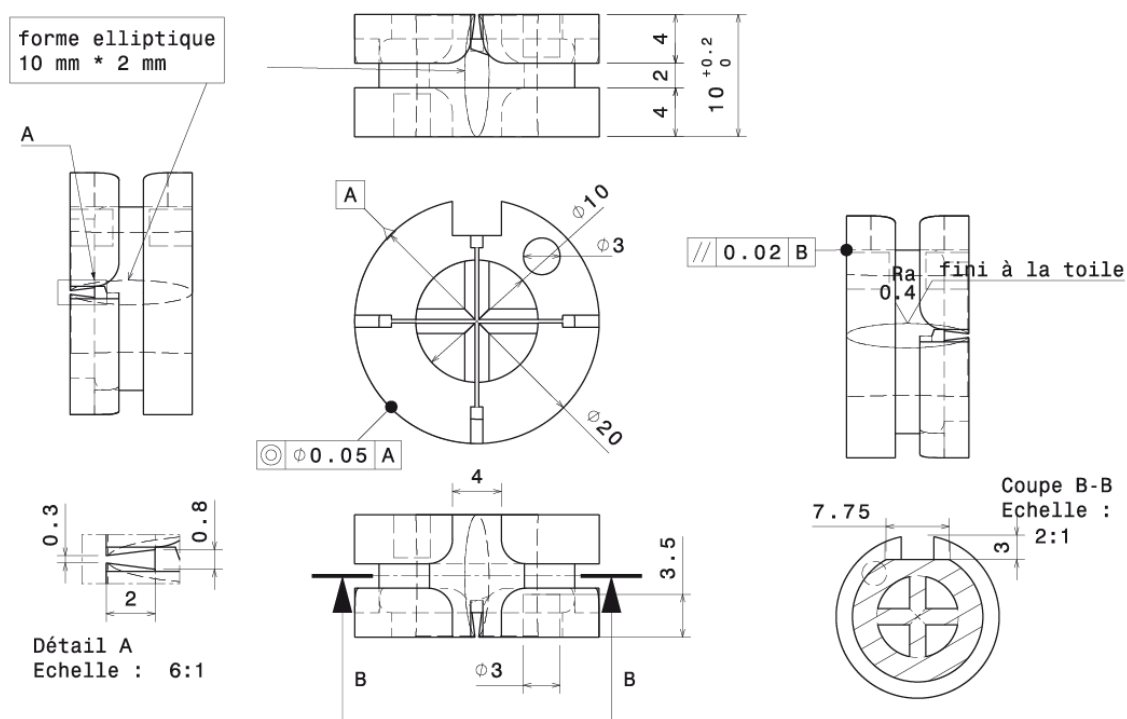


Figure II-13 : Plans de conception de la cellule de mesure de température

Sur la base de cette géométrie, une étude numérique est menée pour valider la mesure thermique et la tenue mécanique de la cellule.

II.3.2 Dimensionnement thermique

La présence de la CMT perturbe la mécanique et la thermique de l'écoulement. Tout d'abord au niveau dynamique : les lignes de courant sont sensiblement modifiées (réduction de 54% de la zone de passage du fluide). Ce rétrécissement est à l'origine de vitesses de cisaillement plus importantes et donc d'échauffements par dissipation visqueuse dans le fluide. Par ailleurs, l'insertion

de la CMT augmente les échanges thermiques entre l’enveloppe d’acier et l’écoulement, en jouant le rôle d’une ailette. Sa conductivité thermique a donc un rôle crucial sur la thermique du système. Tous ces effets ont été étudiés à l’aide de simulations numériques.

II.3.2.1 Modèle numérique de la CMT

Pour quantifier la perturbation provoquée par la présence de la CMT et déterminer l’erreur commise sur la mesure de température, un modèle numérique a été développé. Celui-ci comporte plusieurs domaines (Figure II-14) :

- l’écoulement, 5 mm en amont et en aval de la cellule de façon à prendre en compte la perturbation occasionnée sur les champs de vitesse (Ω_F)
- la cellule de mesure (Ω_{S2})
- la résine contenue dans la rainure de la face avant (Ω_{S3})
- quatre thermocouples dans la rainure (type K, diamètre 50 μm) (Ω_{S4} Figure II-14)
- l’acier de la filière, où une température de régulation est imposée à l’extérieur (Ω_{S1})

Pour des raisons de simplification du modèle, seulement 1/8^{ème} de la géométrie est étudiée.

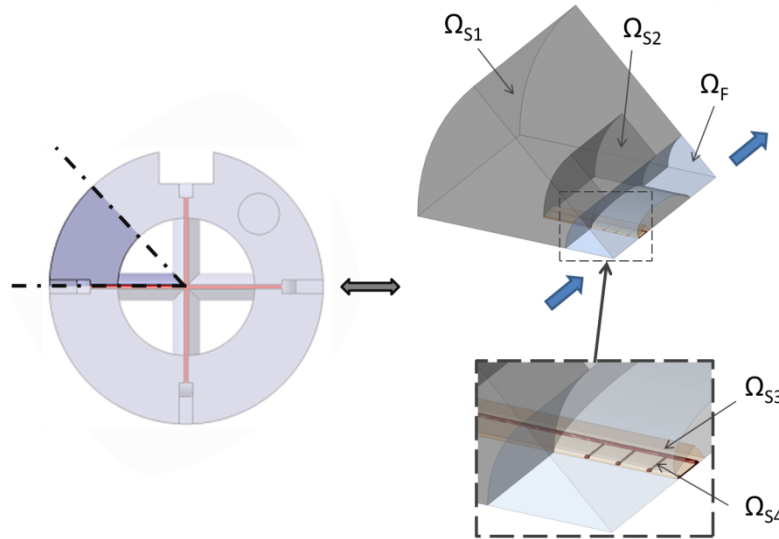


Figure II-14 : Géométrie et sous-domaines du modèle numérique de la cellule de mesure de température, Ω_{S1} : filière, Ω_{S2} : CMT, Ω_{S3} : Résine, Ω_{S4} : Thermocouples, Ω_F : élastomère

L’écoulement, non-isotherme, considéré comme incompressible et laminaire, est déterminé par la résolution des équations de continuité (éq. 15), de Stokes (éq. 16) et de la chaleur (éq. 17) [Bird, 2002].

$$\vec{\nabla} \cdot \vec{V} = 0 \quad (15)$$

$$\rho_F (\vec{V} \cdot \vec{\nabla}) \cdot \vec{V} = -\vec{\nabla} P + \vec{\nabla} [\eta (\vec{\nabla} \vec{V} + \vec{\nabla}^T \vec{V})] \quad (16)$$

$$\rho_F C_F (\vec{V} \cdot \vec{\nabla}) T = \vec{\nabla} \cdot [\lambda_F \vec{\nabla} T] + \phi \quad (17)$$

Avec V la vitesse de l’écoulement, P la pression, ρ la masse volumique, C la capacité thermique massique et λ la conductivité thermique. La dissipation visqueuse est introduite dans l’équation de chaleur en terme source :

$$\phi = \tau : \nabla v \quad (18)$$

Avec τ les contraintes dans le fluide, ∇v les gradients de vitesse. La viscosité du fluide est déterminée par la loi de Carreau-Yasuda (prise ici non thermodépendante) :

$$\eta = \eta_0 \cdot (1 + (\lambda_t \dot{\gamma})^b)^{n-1/b} \quad (19)$$

Un contact thermique parfait est considéré entre les domaines solides (Ω_{Si}) et les transferts de chaleur y sont régis par la loi de Fourier :

$$\Omega_{Si} (1 \leq i \leq 4) : \vec{\nabla} \cdot [\lambda_F \vec{\nabla} T] = 0 \quad (20)$$

La dénomination des conditions limites est présentée sur la Figure II-15. En entrée de l'écoulement (Γ_0), un débit est imposé ainsi qu'un profil de température dépendant du rayon. En sortie de l'écoulement (Γ_L), une pression égale à 0 est appliquée. Les parois du domaine de la filière en entrée (Γ_{S1-0}) et sortie (Γ_{S1-L}) sont considérées comme adiabatiques. Sur Γ_{S1} , une température est imposée pour représenter la régulation de l'outillage. Une condition de non-glissement est par ailleurs considérée sur l'ensemble des parois en contact avec l'écoulement.

L'ensemble des conditions limites est défini comme suit :

$$\Gamma_{F0} : \frac{1}{S} \iint V dS = Q_0 : \frac{\partial \vec{V}}{\partial \vec{n}} = 0 ; T = T_0(r) \quad (21)$$

$$\Gamma_{FL} : P = 0 : \frac{\partial \vec{V}}{\partial \vec{n}} = 0 \quad (22)$$

$$\Gamma_{S1-0,L} : \frac{\partial T}{\partial n} = 0 \quad (23)$$

$$\Gamma_{S1} : T = T_{S1} \quad (24)$$

$$\Gamma_{F \rightarrow Si} : \vec{V} = \vec{0} ; (1 \leq i \leq 4) \quad (25)$$

\vec{n} est le vecteur unité normal à la direction de l'écoulement, l'indice 0 indique la surface d'entrée du modèle (Figure II-15), l'indice L la surface de sortie et Γ_{S1} correspond à la surface latérale de la filière. La méthode de résolution des équations précédentes est détaillée dans le chapitre 3 (cf. Chapitre III.2).

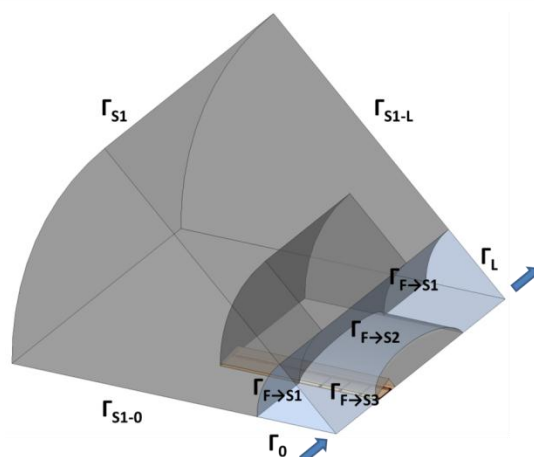


Figure II-15 : Conditions limites du modèle numérique de la cellule de mesure

Le matériau considéré dans le domaine de l'écoulement est l'EPDM dont l'ensemble des caractéristiques thermophysiques a précédemment été présenté dans le paragraphe §II.2. La conductivité thermique de l'acier de l'enveloppe, fournie par le fabricant de la filière instrumentée, est de $49 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$. Celle de la céramique de la cellule de mesure de température a été déterminée à l'aide de l'appareil Hot Disk (cf. Annexe 1B) à $2,3 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$. La conductivité thermique des thermocouples a été imposée à $20 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ [Sundqvist, 1992] et celle de la résine les entourant dans les gorges instrumentées, donnée par le fournisseur, est de $0,2 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$.

Le récapitulatif des conductivités thermiques des matériaux utilisées est présenté dans le tableau II-5.

Domaines	Ω_{S1}	Ω_{S2}	Ω_{S3}	Ω_{S4}
Description	Acier inox	Céramique	Résine	Thermocouples
$\lambda_i (\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1})$	49	2,3	0,2	20

Tableau II-5 : Conductivité thermique des domaines du modèle numérique

Deux types d'étude de la cellule ont été réalisés :

- l'étude de l'influence de la CMT pour étudier la perturbation liée à son intrusion dans l'écoulement
- une étude de sensibilité de la cellule de mesure axée sur l'influence de la forme du champ de température et sur le niveau d'énergie en entrée de l'écoulement, sur la régulation thermique, sur le débit de matière et enfin sur la conductivité thermique de la CMT.

II.3.2.2 Etude numérique de l'influence de la cellule de mesure de température

De nombreux phénomènes doivent être pris en considération pour bien appréhender l'influence de la cellule de mesure de température. En premier lieu, l'intrusion de la CMT entraîne une réduction de la zone de l'écoulement et donc une augmentation des vitesses de cisaillement dans le fluide et un échauffement supplémentaire. Dans un premier temps, afin d'étudier l'influence de l'intrusion de la CMT dans l'écoulement, la température d'entrée du fluide T_0 est supposée constante et égale à 0°C , tout comme la température de régulation (T_{S1}). Un débit de 30 kg/h est imposé en entrée de l'écoulement (Q_0) et les caractéristiques rhéologiques sont calculées pour une température de 120°C (cf. §II.2.4).

Les résultats présentés dans les figures suivantes sont issus d'une étude thermique prenant en compte l'ensemble des domaines ($\Omega_{Si,F}$; $1 < i < 4$), mais seule la zone d'écoulement est représentée, et sur un plan transversal (Figure II-16). Les Figure II-17, Figure II-18 et Figure II-19 présentent respectivement le champ de vitesses, les vitesses de cisaillement et les températures du fluide autour d'une ellipse sur la zone d'étude.

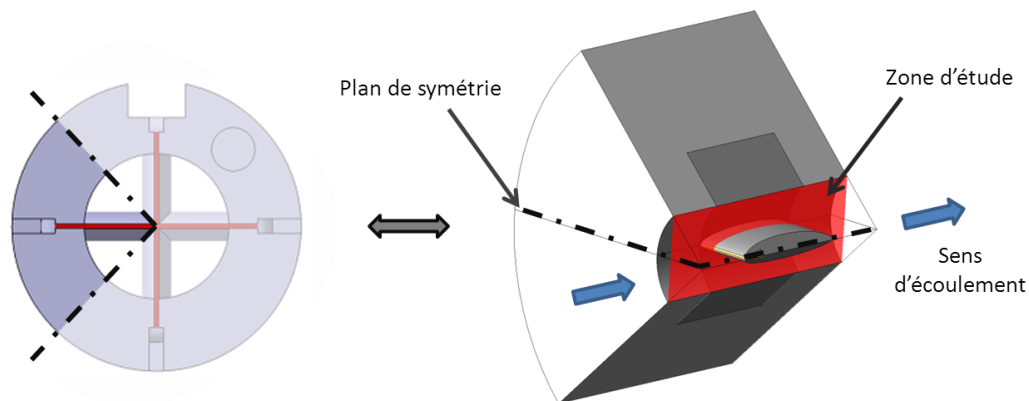


Figure II-16 : Position du plan d'étude

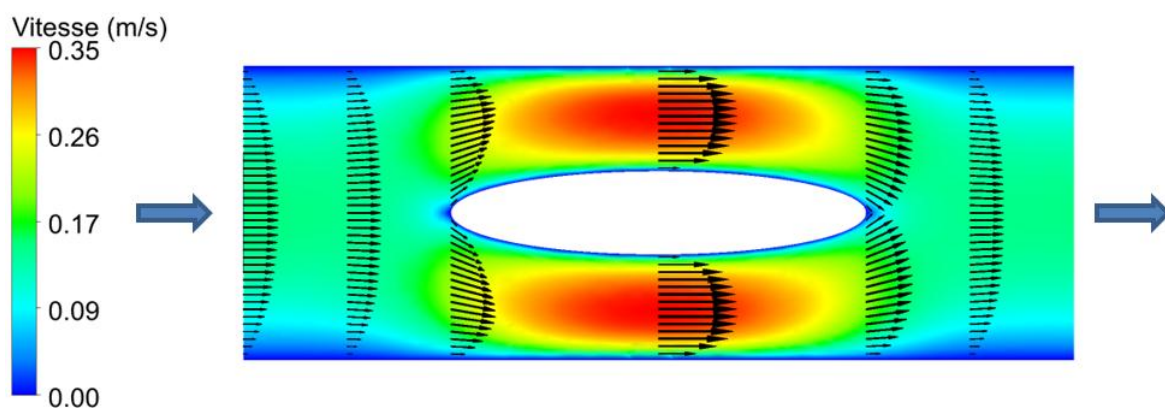


Figure II-17 : Champ de vitesses dans l'écoulement autour d'une ellipse de la CMT

Les vitesses d'écoulement augmentent fortement et sont maximales autour des ellipses dans la CMT. Ainsi, dans le cas d'étude présent, la vitesse maximale de l'écoulement passe de 15,2 cm/s à 34,5 cm/s, soit une augmentation de la vitesse maximale de 127 %.

Toutefois, en raison de la forte viscosité du mélange EPDM, le profil de vitesse redevient rapidement stable, tendant vers les valeurs qu'il présentait avant d'arriver au niveau de la CMT. On remarque en effet que malgré une vitesse d'écoulement très élevée, le matériau a pratiquement retrouvé son profil de vitesse d'entrée, 2,5 mm seulement après l'ellipse de la cellule. Les vitesses de cisaillement traduisent l'écart radial de vitesse entre les couches de fluide et contribuent au phénomène de dissipation visqueuse. La Figure II-18 présente le champ de vitesse de cisaillement dans le fluide.

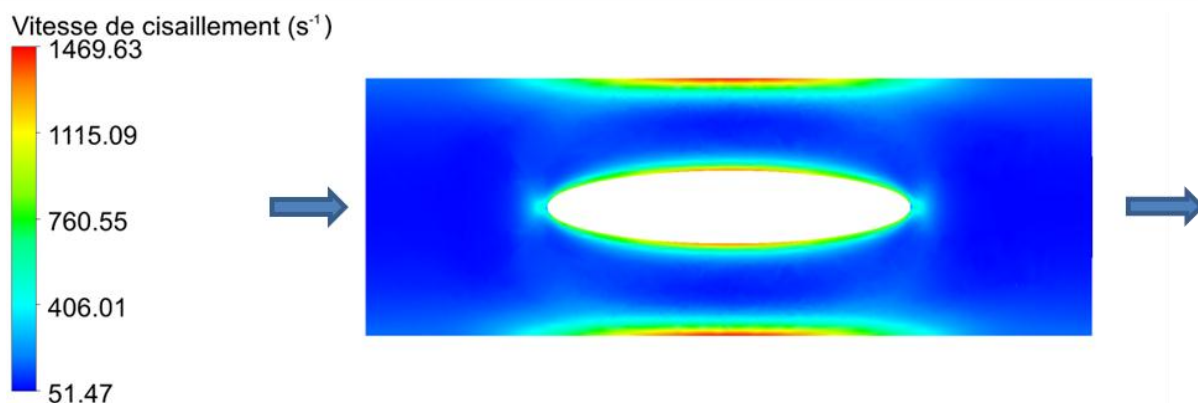


Figure II-18 : Vitesses de cisaillement dans l'écoulement autour d'une ellipse de la CMT

Avec l'accélération du fluide lors de son passage dans la CMT, les vitesses de cisaillement les plus importantes sont localisées près des parois extérieures, au niveau de la réduction de la zone d'écoulement, mais aussi tout autour des ellipses. De ce fait, la dissipation visqueuse, proportionnelle au carré de la vitesse de cisaillement, sera maximale dans ces zones.

La Figure II-19 représente le champ de températures calculé avec une température d'entrée de 0°C et un débit de 30 kg/h.

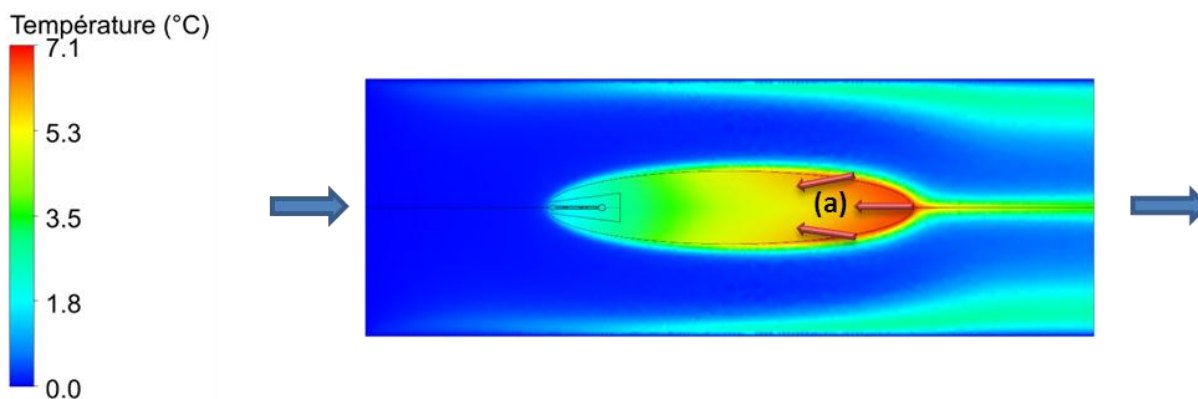


Figure II-19 : Champ de températures dans l'écoulement autour d'une ellipse de la CMT, avec mise en évidence du phénomène perturbateur appelé « retour de flux » (a)

Le flux de chaleur (a, Figure II-19) correspondant se propage dans la cellule modifiant ainsi le bilan thermique au niveau des soudures de thermocouple. Dans la suite, nous appellerons ce phénomène perturbateur « retour de flux » (a). Il contribue à l'erreur de mesure liée à la présence de la CMT. On remarque d'autre part que la dissipation visqueuse précédemment décrite a une influence non-négligeable sur le champ de température de l'écoulement après son passage dans la CMT, d'une part proche de la paroi mais aussi au centre (Figure II-20). Dans le cas présent, l'échauffement supplémentaire maximal amené par la CMT sur l'écoulement en sortie du modèle atteint 6°C au centre de l'écoulement, après 5 mm.

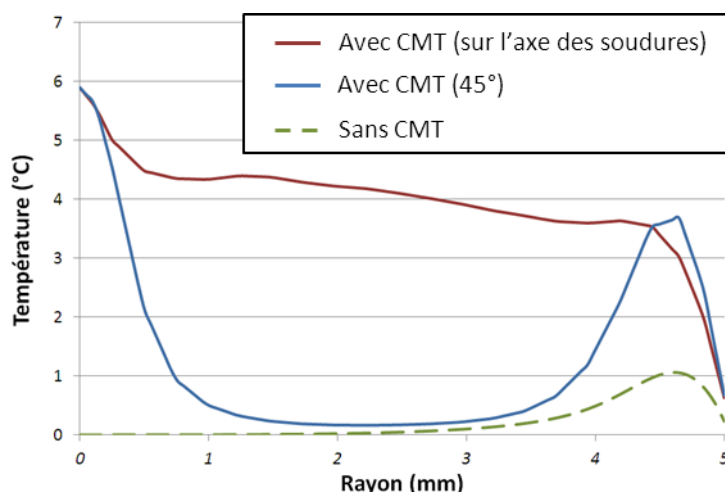


Figure II-20 : Influence de la CMT sur le profil de température en sortie du modèle, 5 mm après la CMT

Les simulations précédentes ont été réalisées avec un champ d'entrée constant. Nous allons maintenant étudier le comportement de la CMT face à des températures d'entrée différentes, de manière à évaluer la qualité des mesures qui pourraient être réalisées. Dans chacun des cas d'étude de sensibilité, on compare le profil mesuré à celui que l'on obtiendrait sans CMT (Modèle numérique Poiseuille axisymétrique). Les mêmes conditions limites de température et de débit sont imposées dans les deux modèles. La Figure II-21 présente la ligne où les températures sont relevées.

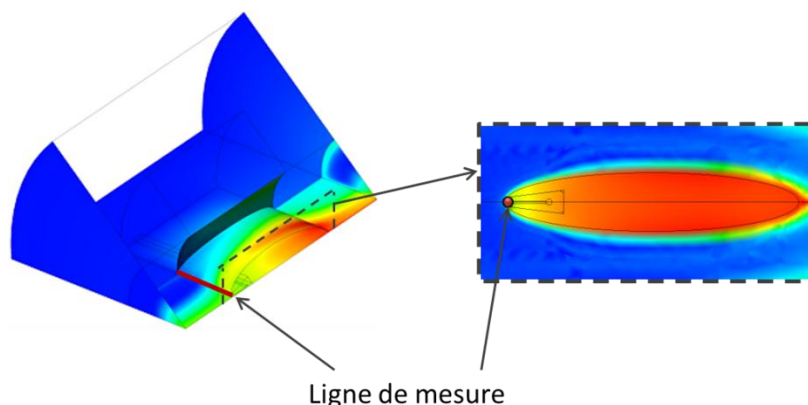


Figure II-21 : Position de la ligne de mesure de température pour l'étude du modèle numérique

II.3.2.3 Etude de sensibilité

Afin d'étudier la sensibilité de la réponse des thermocouples placés dans la CMT, une variation de température est imposée en entrée de l'écoulement. Plusieurs aspects peuvent ainsi être étudiés :

- L'influence de la forme du profil de température d'entrée
- Le niveau d'énergie dans la variation de température
- L'influence de la régulation thermique sur la paroi extérieure de la filière
- L'influence du débit de matière.

En représentation axisymétrique, la variation de température imposée en entrée $T_{F0}^i(r)$, est une fonction de r , que l'on choisit de forme triangulaire, de hauteur δT_0 et de rayon de la base (δr_i) (Figure II-22). En représentation 3D, cette variation est de forme torique autour de l'axe de

l'écoulement. Afin de conserver le même niveau d'énergie en entrée de l'écoulement quelle que soit la position de l'échauffement, ou son amplitude, et en considérant que le profil de température est axisymétrique, nous calculons le rayon de base de la variation de température à partir de l'équation 26.

$$\delta r_i = \frac{\delta r_0^2}{6R_i} \quad (26)$$

La démonstration associée à l'équation 26 fait l'objet de l'annexe 3. L'échauffement imposé en entrée de l'écoulement est représenté pour quatre positionnements de son centre R_i , 0, 1,5, 3 et 4,5 mm pour un rayon de base δr_0 de 2 mm (Figure II-22).

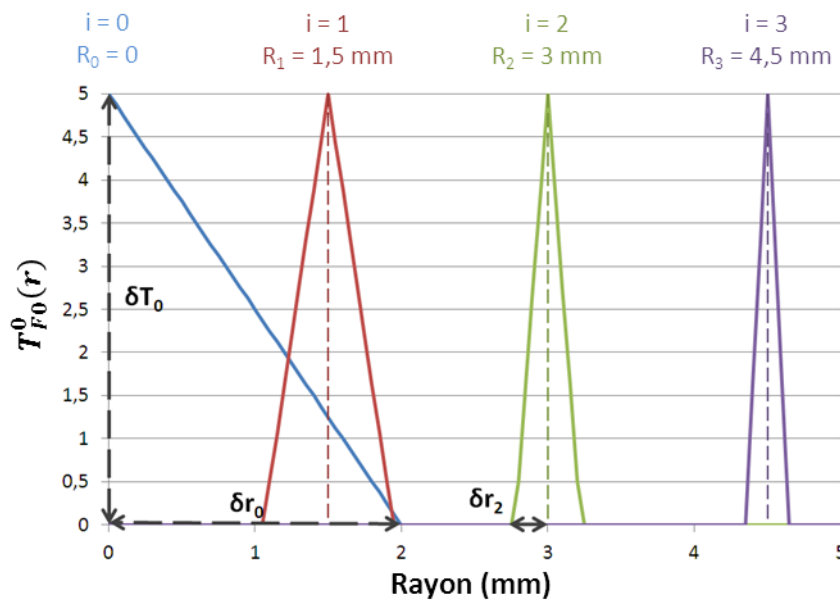


Figure II-22 : Profil de température imposé en entrée de l'écoulement, avec variation de la position du centre de l'échauffement

II.3.2.3.1 Influence de la forme du champ de températures en entrée

Après calcul dans le modèle CMT via le logiciel ANSYS POLYFLOW (cf. Chapitre III.2), on relève les températures au niveau des points de soudure des thermocouples pour chacun des $T_{F0}^i(r)$ imposés en entrée (Figure II-22). Les conditions aux limites sont homogènes ($T_{s1} = 0^\circ\text{C}$), le débit massique imposé est de 30 kg/h et δT_0 est de 5°C . Les résultats obtenus sont présentés sur la Figure II-23.

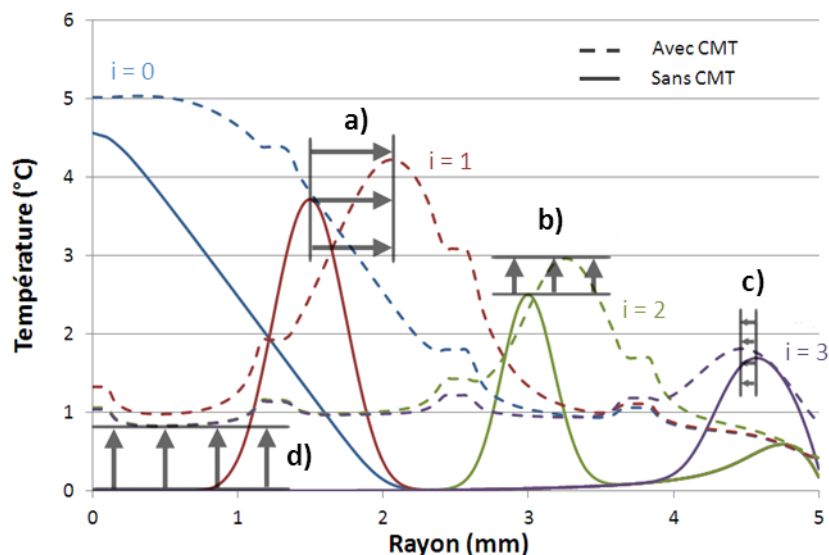


Figure II-23 : Profils de température relevés au niveau des soudures de thermocouples avec et sans CMT pour différents positionnements de l'échauffement imposé en entrée d'écoulement

Les élévations locales sur les profils avec CMT, situées aux positions R de 0 mm, 1,25 mm, 2,5 mm et 3,75 mm sont dues à la présence des soudures de thermocouples de conductivité plus importante. Nous n'en tiendrons pas compte dans le traitement de ces résultats. La première observation réalisable sur les résultats obtenus est que, quelle que soit la position de l'échauffement en entrée, le pic de température δT_0 de 5°C n'est retrouvé dans l'écoulement qu'au centre, là où l'énergie imposée en entrée sous forme de « tore » est la plus concentrée. A l'inverse, plus la position de l'échauffement est éloignée du centre plus l'écart avec δT_0 est important. L'énergie est en effet dissipée dans la matière par conduction, que ce soit dans le modèle CMT mais aussi dans le modèle sans CMT. On observe une importante différence entre les températures relevées dans la CMT et celles au même endroit sans la CMT. Trois phénomènes sont à l'origine de cette différence entre les profils relevés avec et sans CMT :

- L'homogénéisation des températures dans la CMT par conduction thermique
- Le décalage des échauffements sur le rayon en raison de la modification des champs de vitesse à l'approche et autour des ellipses de la CMT (a)
- Une surestimation de la température en raison du retour de flux dû à la dissipation visqueuse, et donc de l'échauffement du fluide autour des ellipses de la CMT (b)

Le décalage des échauffements est particulièrement important pour R_i égal à 1,5 ou 3 mm, là où la redistribution des champs de vitesses liée à la présence de l'ellipse de la CMT est la plus grande. Dans ces deux cas le décalage s'observe vers l'extérieur, tandis que dans le cas d'un positionnement à 4,5 mm, ce phénomène, bien que faible, est observé vers l'intérieur (c).

Le troisième phénomène, le retour de flux dû à la dissipation visqueuse autour des ellipses de la CMT, se traduit par la présence d'un palier d'environ 1°C à la base des températures relevées dans la CMT quelle que soit la position de l'échauffement imposé en entrée (d).

Pour comprendre la physique associée à ces phénomènes, nous présentons sur la Figure II-24 le champ thermique calculé sur le plan de symétrie du modèle (Figure II-16) dans le cas $T_{F0}^1(r)$.

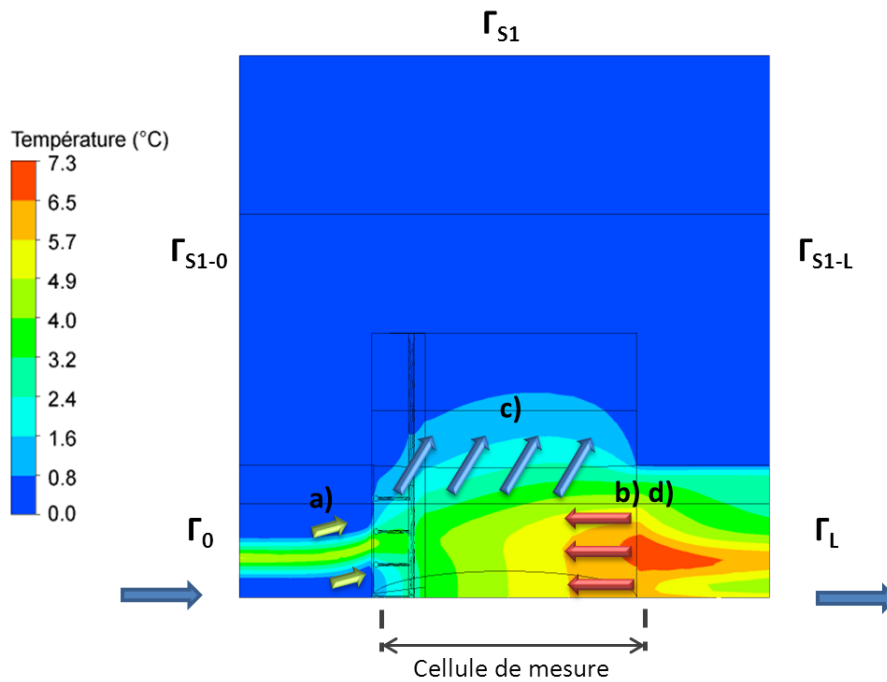


Figure II-24 : Phénomène perturbateurs de la mesure avec la CMT, (a) décalage du profil de température, (c) homogénéisation des températures dans la CMT, (b) et (d) retour de flux par l'arrière de la CMT

Cette figure illustre bien l'importance des trois effets perturbateurs. Le décalage des températures (a) juste avant le passage de l'écoulement dans la CMT est très marqué puisque l'on décale le pic de température de 0,75 mm. Les températures s'homogénéisent de façon importante dans le corps de la cellule (c). La conduction de la chaleur vers l'anneau de la CMT puis vers la filière à température bien inférieure est propice à ce phénomène ce qui explique la difficulté à obtenir la forme exacte des échauffements imposés en entrée de l'écoulement. Le dernier phénomène est dû au retour de flux par la CMT (b) et (d), et est à l'origine du palier précédemment identifié. Ce phénomène est clairement dû à l'échauffement de la matière par dissipation visqueuse autour des ellipses et est donc directement lié à l'écart de température entre l'avant et l'arrière de la CMT. Nous allons vérifier que ce palier est totalement indépendant de l'amplitude imposée au profil $T_{F0}^i(r)$.

II.3.2.3.2 Sensibilité au niveau d'énergie

Afin d'étudier la sensibilité de la CMT au niveau d'énergie, le rayon de la base δr_i de l'échauffement imposé en entrée a été utilisé pour trois valeurs : 0,5, 1 et 2 mm (Figure II-25).

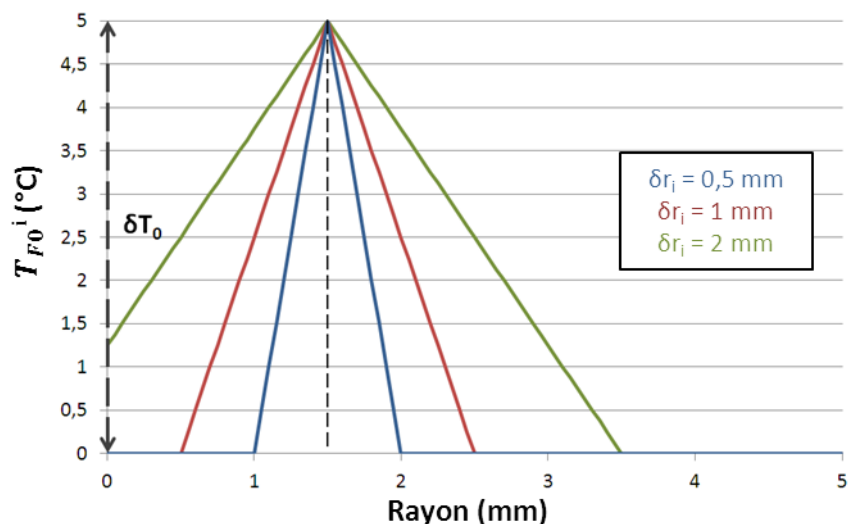


Figure II-25 : Profils imposés en entrée pour l'étude de la sensibilité de la CMT au niveau d'énergie

Les résultats correspondants pour un positionnement de l'échauffement à 1,5 mm du centre sont présentés sur la Figure II-26.

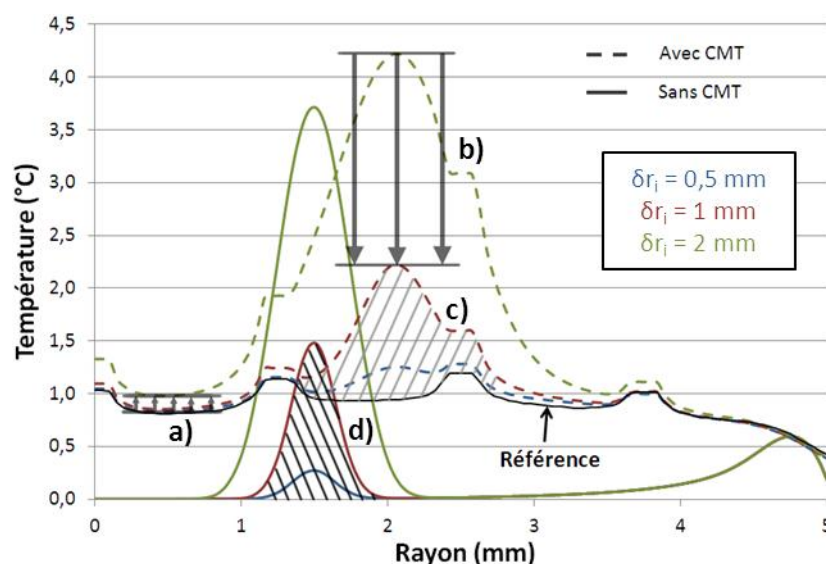


Figure II-26 : Températures relevées au niveau des soudures de thermocouples, avec et sans CMT, pour un rayon de base δr_i égal à 0,5, 1 et 2 mm. Le profil de référence correspond à une température d'entrée constante égale à 0°C.

Le profil de référence, qui correspond à une température d'entrée constante égale à 0°C montre que l'échauffement de 1°C en tout point du profil relevé dans la CMT est indépendant de l'échauffement en entrée. Des variations de ce palier sont observables (a) lorsque le niveau d'énergie varie, lesquelles sont liées à l'homogénéisation des températures dans la CMT : en effet plus δr_i est faible, plus ce phénomène de diffusion est faible, puisque l'énergie contenue dans l'échauffement imposé en entrée est lui aussi faible.

Par ailleurs, bien que le pic de température imposé en entrée δT_0 soit toujours égal à 5°C, la conduction dans l'écoulement est à l'origine de l'aplatissement du profil, de plus en plus marqué lorsque le rayon de l'échauffement diminue (b). Cependant, si l'on retranche l'échauffement de référence aux profils relevés par la CMT, on retrouve sensiblement la même énergie (aire sous la

courbe de température) entre les profils relevés par la CMT et les profils sans CMT, pour un même δr_i (c et d).

II.3.2.3.3 Sensibilité à la température de régulation

La sensibilité à la température de régulation a été étudiée en la faisant varier entre -2, 0 et +2°C. La Figure II-27 présente les résultats obtenus dans le cas d'un échauffement situé à 4,5 mm du centre de l'écoulement ($T_{F0}^4(r)$).

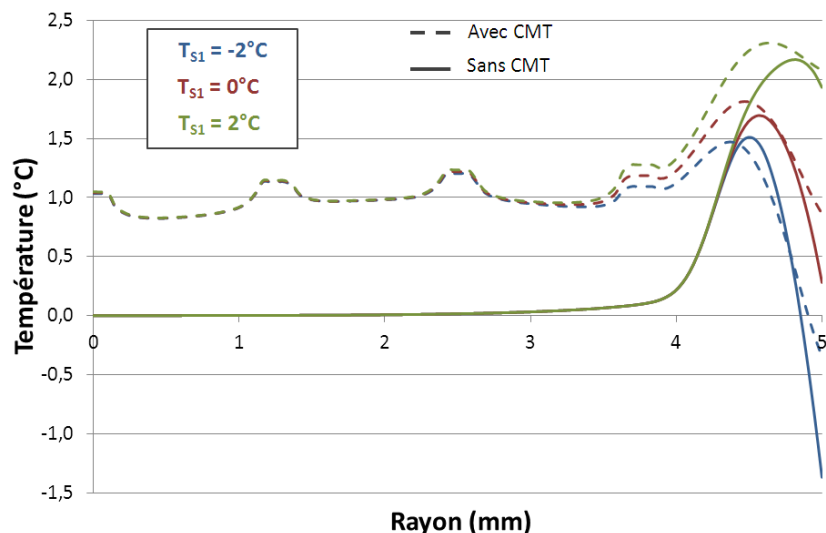


Figure II-27 : influence de la température de régulation sur les profils de température relevés au niveau des soudures de thermocouples, avec et sans CMT, pour un échauffement en entrée situé à 4,5 mm de l'écoulement ($T_{F0}^3(r)$).

Avec ou sans présence de la CMT, la température de régulation est à l'origine d'une modification des profils de température près de la paroi. Les échauffements diminuent avec la température de manière similaire avec ou sans CMT. Cependant les résultats obtenus montrent que la température de régulation présente peu d'influence sur le reste des profils : la modification de température reste négligeable pour une distance au centre de l'écoulement inférieure à 3,5 mm.

II.3.2.3.4 Sensibilité au débit d'écoulement

L'étude qui suit concerne le débit d'écoulement. Ce paramètre influence fortement la dissipation visqueuse qui intervient autour des ellipses. Trois débits ont été testés : $Q_0/2$; Q_0 et $3/2 Q_0$ avec $Q_0 = 30$ kg/h. La Figure II-28 présente les résultats correspondants pour un échauffement situé à 1,5 mm du centre ($T_{F0}^1(r)$), configuration du profil d'entrée précédemment identifiée comme la plus impactée par la modification des champs de vitesses.

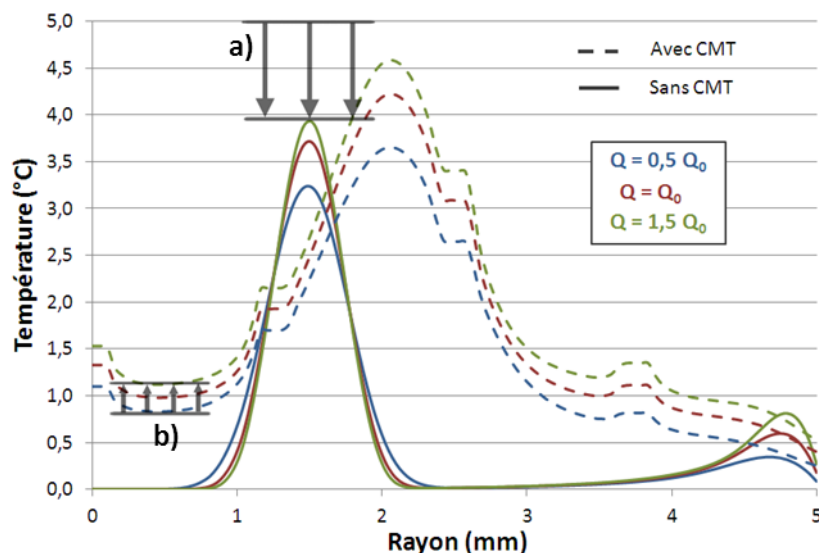


Figure II-28 : influence du débit sur les profils de température relevés au niveau des soudures de thermocouples, avec et sans CMT, pour un échauffement en entrée situé à 1,5 mm de l'écoulement. ($T_{F0}^1(r)$).

La forme des pics de température est directement liée au débit : plus celui-ci est élevé, moins la conduction a d'effet sur la modification de l'échauffement, plus celui-ci est faible, plus l'énergie diffuse avant d'arriver au niveau de la cellule de mesure (a).

D'autre part, le palier de température dû à l'homogénéisation dans la CMT est lui aussi directement lié au débit (b), puisqu'en tout point, les températures augmentent lorsque le débit augmente, et diminuent lorsque le débit est plus faible. Cette dépendance est fortement liée du retour de flux par dissipation visqueuse. En effet, le débit augmentant, les vitesses de cisaillement et donc l'énergie dissipée dans l'écoulement autour des ellipses augmente. On remarque d'ailleurs un échauffement situé entre 4,5 et 5 mm dans les profils de température sans CMT, dû à la dissipation visqueuse près de la paroi du canal d'écoulement.

II.3.2.3.5 Sensibilité à la conductivité thermique de la CMT

L'influence de la conductivité thermique de la CMT sur la qualité des mesures a été évaluée par comparaison de trois simulations effectuées avec des conductivités thermique λ_1 , λ_2 et λ_3 respectivement de valeurs 0,2, 2 et 20 $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$. Les résultats pour un débit de 30 kg/h et un échauffement situé à 1,5 mm du centre $T_{F0}^1(r)$ sont présentés sur la Figure II-29.

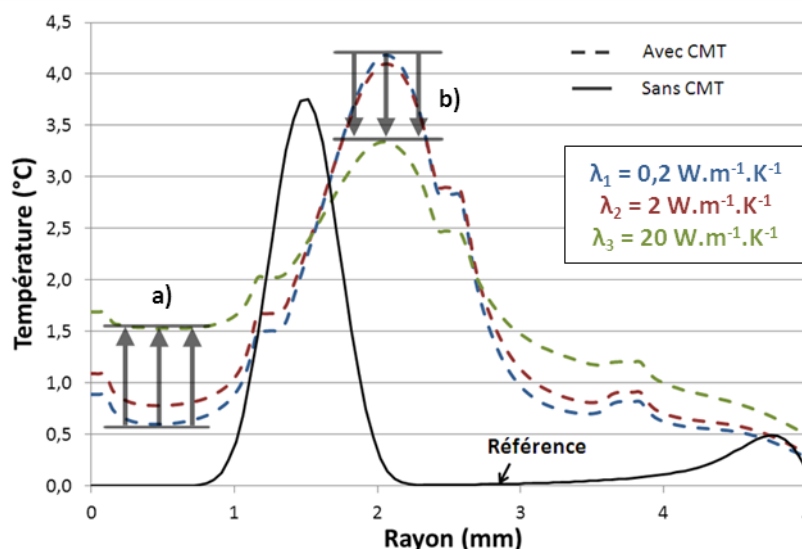


Figure II-29 : influence de la conductivité thermique de la CMT sur les profils de température relevés au niveau des soudures de thermocouples, comparés à la référence sans CMT dans l'écoulement, pour un échauffement en entrée situé à un rayon de 1,5 mm ($T_{F0}^1(r)$).

Les phénomènes perturbateurs précédemment identifiés sont accentués avec l'augmentation de la conductivité thermique de la CMT :

- Augmentation du palier de température liée à l'homogénéisation dans la CMT et au retour de flux par l'arrière (a)
- Accentuation de l'aplatissement des profils de température (b)

Bien que la différence observable entre les conductivités λ_2 et λ_3 soit relativement importante, par rapport à l'amplitude des profils, les différences obtenues entre les conductivités λ_1 et λ_2 restent relativement faibles.

Conclusion

L'étude de sensibilité a montré que de nombreux phénomènes interviennent dans la thermique du système « écoulement – cellule de mesure – enveloppe d'acier ». Deux principales perturbations en découlent :

- un échauffement par dissipation visqueuse lors de l'écoulement dans la CMT autour des ellipses, échauffement qui se retrouve en sortie
- une diffusion de la chaleur au sein même de la cellule de mesure.

Diminuer la conductivité thermique améliore la fiabilité des mesures réalisées. Notre choix s'est donc porté sur une CMT réalisée en matériau céramique, la zircone blanche de conductivité faible ($\approx 2 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$). Ce matériau possède un bon compromis entre une excellente tenue à la température et de bonnes propriétés mécaniques (Module d'Young $E = 212 \text{ GPa}$, coefficient de Poisson $\nu = 0,314$) [Debey, 1997].

II.3.3 Réalisation de la cellule de mesure en température

II.3.3.1 Conception de la cellule de mesure

Deux cellules de mesure ont été réalisées en céramique par la société 3DCERAM¹⁰. Les deux pièces, conçues en zircone blanche, ont été réalisées par stéréolithographie [Chaput, 2011], puis usinage pour atteindre les tolérances nécessaires. Une CMT, non instrumentée, est présentée sur la Figure II-30a, et instrumentée sur la Figure II-30b.

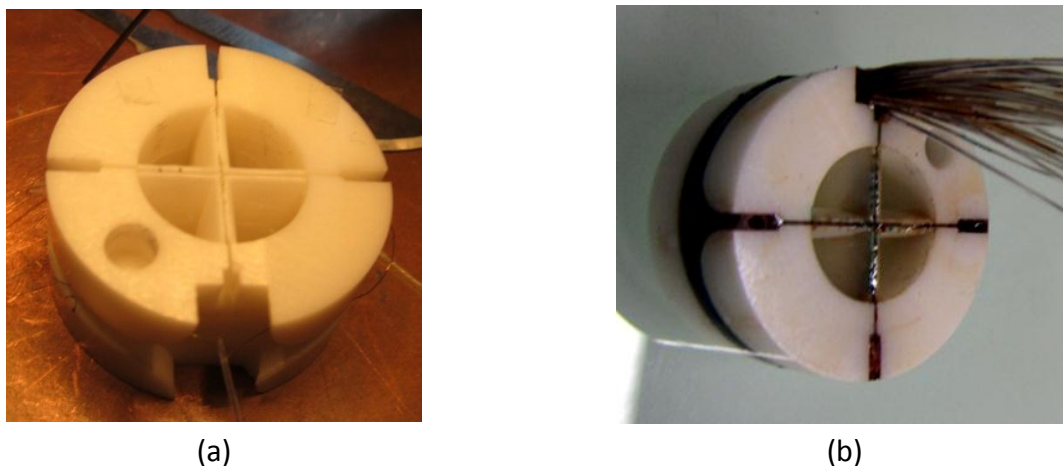


Figure II-30 : Cellule de mesure conçue en céramique
(a) Cellule non instrumentée, (b) Cellule instrumentée

Chaque cellule a été instrumentée de 25 thermocouples de type K (Chromel – Alumel) de 50 μm . L'instrumentation fine de la cellule avec les thermocouples a été réalisée au laboratoire. Nous la décrivons dans les paragraphes qui suivent.

II.3.3.2 Instrumentation

La réalisation des thermocouples et leur mise en place dans les cellules de mesure ont été réalisées à l'aide d'une lunette binoculaire montée sur une station de soudure par point. A la base, cette machine, de type SIGMATONE H100, est une station de tests sous pointes dédiée à l'analyse et la caractérisation de composants électroniques. Elle se compose d'une binoculaire équipée d'une caméra numérique, d'un plateau de maintien des circuits électriques par vide d'air, de deux bras à déplacement micrométriques et d'une source lumineuse réglable. Afin de réaliser des soudures par points fines et précises, un boîtier de soudure y a été ajouté, permettant de délivrer des décharges électriques à puissance réglable commandée par une pédale.

¹⁰ Entreprise spécialisée dans la mise en forme rapide d'objets céramiques de forme complexe, 3Dceram.com

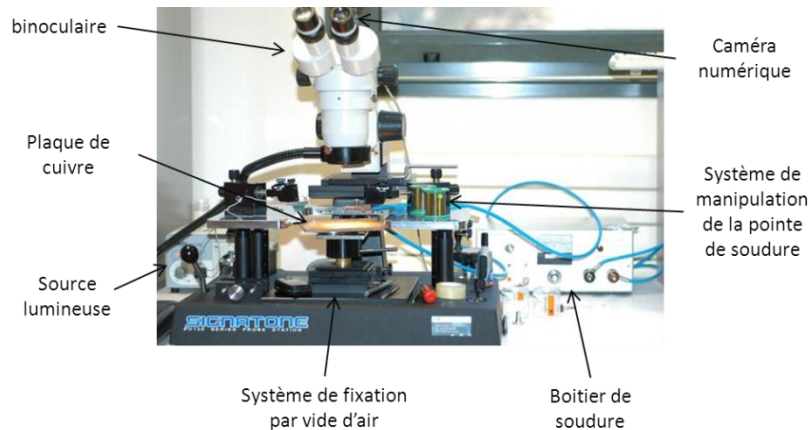


Figure II-31 : Station de soudure par point utilisée pour l'instrumentation des CMT

Dans un premier temps, les fils de thermocouples de 50 μm de diamètre sont placés par paire dans une gaine Téflon (Polytétrafluoroéthylène) résistant à des températures de 300°C, de diamètre extérieur 410 μm et de diamètre intérieur 150 μm . Ces gaines permettent de protéger les fils de thermocouple mais aussi de faciliter leur manipulation lors de l'instrumentation. Les fils sont dénudés sur une distance qui correspond à leur parcours dans les rainures d'acheminement des CMT, de façon à faciliter leur positionnement et leur maintien.

Chaque paire de fils est soudée à l'aide de la station de soudure, par point avec une pointe tungstène de 0,2 mm de diamètre. Ils sont ensuite mis en forme pour pouvoir être introduits plus facilement dans les gorges de la CMT (Figure II-32a). Ainsi, il devient plus simple de laisser les fils reposer au fond des gorges et de garder les soudures de thermocouples au plus proche de l'interface « CMT – écoulement » (Figure II-32b).

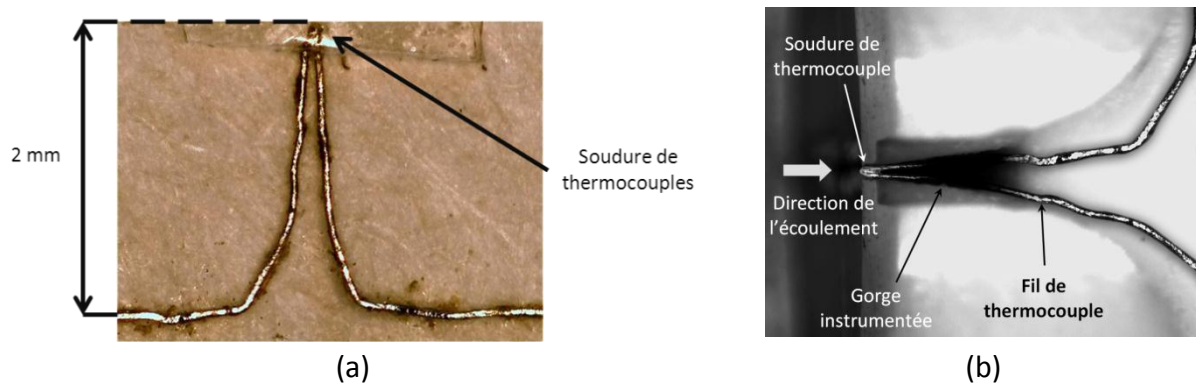


Figure II-32 : Implantation des thermocouples dans la cellule de mesure (a) et schéma de l'instrumentation d'un thermocouple dans la gorge instrumentée (b)

Une fois l'ensemble des thermocouples mis en place, dans les deux gorges instrumentées, la rainure principale a été remplie de résine (Araldite LY 8615) mélangée à un durcisseur (Aradur 8615), de la société DILFRANCE¹¹. Cette résine a été choisie pour sa faible viscosité avant cuisson et sa tenue en température (jusqu'à 210°C), de façon à remplir plus aisément les rainures de faibles dimensions. Avant de cuire la résine, les thermocouples sont précisément repérés par marquage afin de mesurer par la suite le positionnement de chaque soudure (Figure II-33). Le repérage est réalisé à l'aide d'un logiciel de mesure par pixel, permettant, à partir de la qualité de l'image acquise par la station de soudure, une mesure à 0,09 mm près. L'application d'un cycle de chauffe permet ensuite le durcissement de la résine : 90 min à 80°C, 60 min à 150°C puis 60 min à 180°C. Les caractéristiques

¹¹ Distributeur de colles et adhésifs, silicones de moulage, résines et composites pour l'industrie, www.dilfrance.com

II.3. Caractérisation des écoulements : cellules de mesure de température

mécaniques de la résine permettent alors de protéger les soudures de thermocouples de l'écoulement, mais aussi de les isoler thermiquement du corps de la CMT.

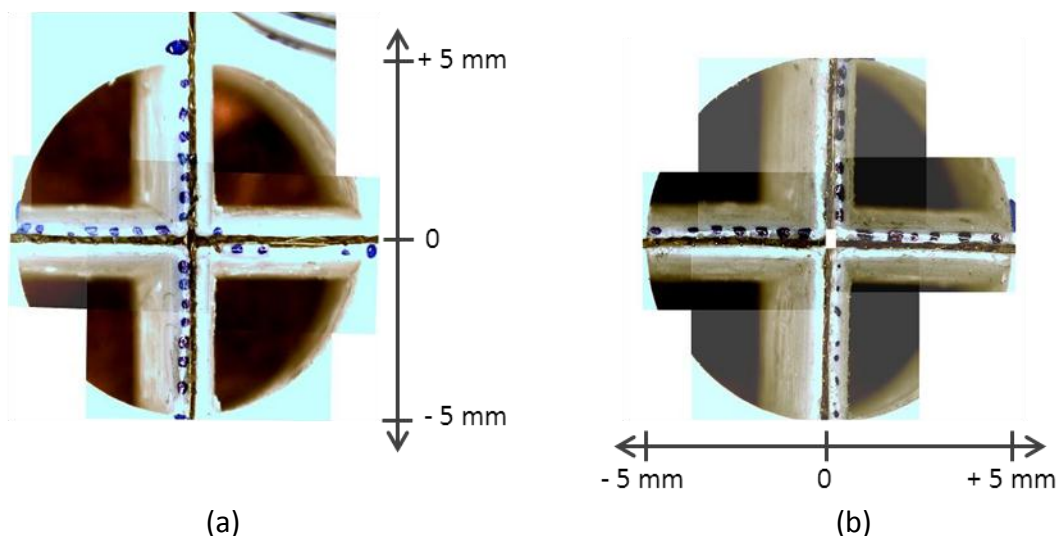


Figure II-33 : Positionnement des thermocouples sur les deux CMT instrumentées (photographies reconstruites à partir des prises de vue réalisées sur la station de soudure)
(a) CMT placée en entrée, (b) CMT placée en sortie

La majorité des thermocouples est située dans la zone d'écoulement ($-5 \text{ mm} < r < 5 \text{ mm}$), mais dans le cas de la CMT placée en entrée, certains thermocouples ont été placés à un rayon supérieur à 5 mm, fournissant ainsi une indication de température au-delà de l'interface fluide – filière (Figure II-33a).

Lors du traitement et de la représentation graphique des températures relevées par les CMT, les mesures réalisées dans les gorges verticales sont séparées des mesures réalisées dans les gorges horizontales. Cette différenciation permet d'analyser ces profils indépendamment les uns des autres, de façon à étudier la qualité d'une symétrie, ou un effet n'intervenant que sur une certaine zone de la section. Chaque thermocouple est numéroté afin de permettre le traitement des mesures lors des essais expérimentaux (Figure II-34). Le positionnement de chaque thermocouple de la CMT placée en sortie est présenté dans le tableau II-6. Le tableau équivalent pour la CMT placée en entrée est disponible en annexe (cf. Annexe 3).

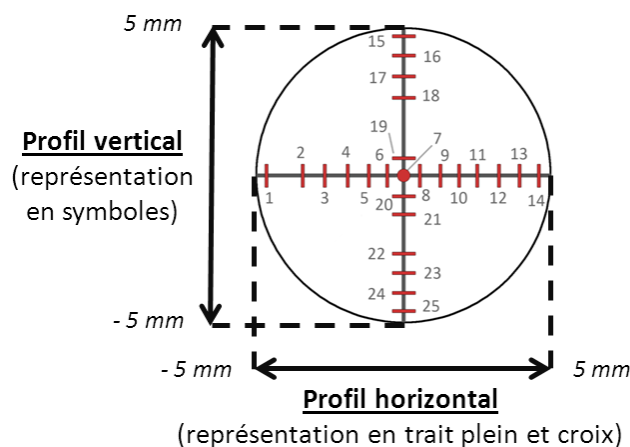


Figure II-34 : Numérotation et positionnement des thermocouples sur la CMT de sortie

N°	R (mm)	N°	R (mm)	N°	R (mm)	N°	R (mm)	N°	R (mm)
1	-4,53	6	-1,01	11	2,39	16	3,8	21	-1,34
2	-3,63	7	0	12	3,06	17	3,1	22	-2,82
3	-2,98	8	0,56	13	3,7	18	2,65	23	-3,44
4	-2,17	9	1,24	14	4,7	19	0,61	24	-4,18
5	-1,71	10	1,79	15	4,6	20	-0,7	25	-4,69

Tableau II-6 : Positionnement des thermocouples de la CMT placée en sortie de la filière

II.3.3.3 Contrôle des thermocouples instrumentés

Le contrôle des thermocouples instrumentés est réalisé à 0°C, dans un bain de glace (l'ensemble de la cellule est plongé dans un bain de glace fondante). Les moyennes des températures relevées durant un essai de 25 min sont présentées sur la Figure II-35, chaque profil de température correspond à l'une des deux gorges instrumentées (verticale ou horizontale) sur la face avant de la CMT.

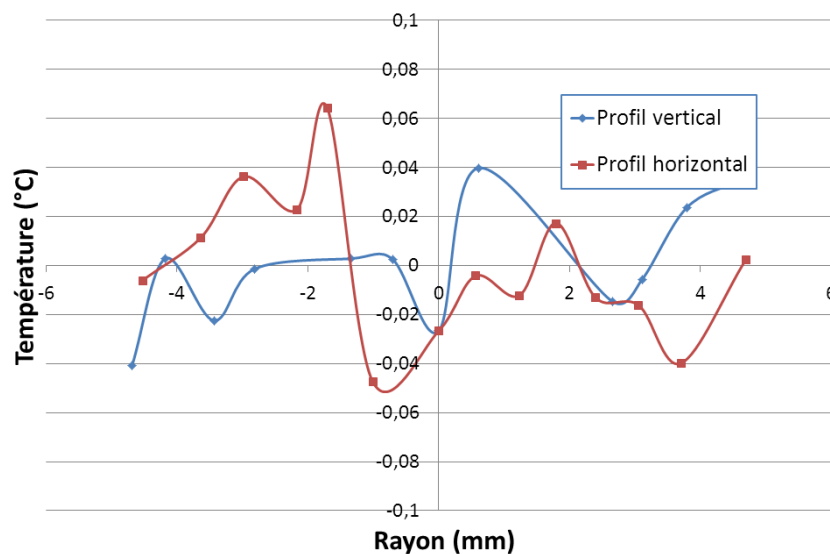


Figure II-35 : Contrôle de la CMT à 0°C

La qualité des mesures est satisfaisante. Sur les moyennes présentées, l'écart maximal est de 0,064°C. Sachant que la précision de mesure donnée par la documentation des boîtiers pour le branchement des thermocouples National Instrument est de 0,3°C, le test effectué est satisfaisant. A ce stade, et en comparaison des erreurs de mesure dues au caractère intrusif de la CMT (cf. §II.3.2.2), aucune autre procédure d'étalonnage ou de vérification supplémentaire des capteurs n'est envisagée.

II.4 Caractérisation des écoulements : conception du dispositif expérimental

L'objectif du dispositif expérimental est de mesurer l'influence des conditions de mise en œuvre sur l'écoulement d'élastomère et sur les transferts de chaleur. Il doit par ailleurs permettre la validation du modèle numérique. L'ensemble de l'instrumentation, en température, en pression, a été pensé pour répondre à ces deux objectifs. Le montage est présenté sur la Figure II-36 et le fonctionnement de l'ensemble est schématisé sur la Figure II-37.



Figure II-36 : Vue d'ensemble du montage

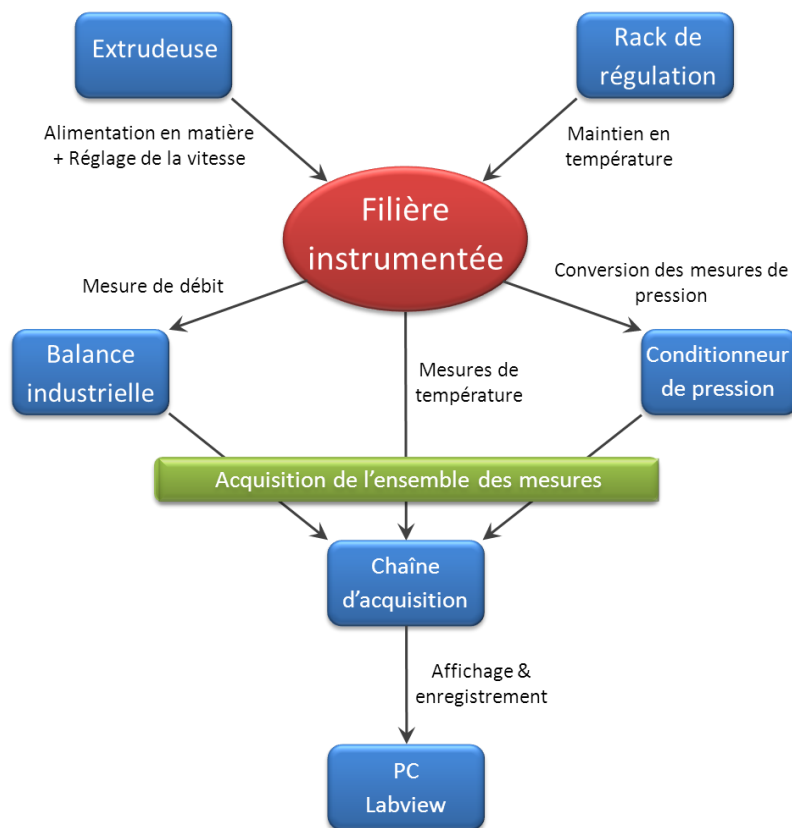


Figure II-37 : Diagramme descriptif de l'ensemble du montage d'essai

Le dispositif instrumenté a été conçu pour être placé en sortie d'une machine de mise en forme, ici une extrudeuse industrielle, totalement indépendante du reste du dispositif. Un rack de régulation permet de maintenir le dispositif en chauffe. Le reste des éléments permet d'acquérir les signaux de températures, de pression et de débit. Une balance METTLER est utilisée pour peser l'extrudat en sortie du dispositif, une chaîne d'acquisition permet de relever l'ensemble des signaux de températures, de pression et de masse et de les transmettre à un PC pour le traitement et l'enregistrement des données.

II.4.1 Dispositif expérimental

Le principe du dispositif expérimental développé est de permettre l'étude d'un écoulement de polymère, aussi bien au niveau rhéologique que thermique. Cette filière est montée en sortie d'une machine de mise en forme par l'intermédiaire d'une pièce adaptatrice (1, Figure II-38). Elle consiste en un assemblage « d'enveloppes » emboîtées (2, Figure II-38), permettant ainsi l'étude de diverses géométries d'écoulement (3). L'utilisation d'une cellule de mesure de température en entrée (4a, Figure II-38) et d'une seconde cellule de mesure de température en sortie (4b, Figure II-38) permet d'étudier l'évolution du profil de température de la matière. Deux capteurs de pression sont utilisés pour caractériser l'écoulement, un placé en entrée (5a, Figure II-38) et le second en sortie (5b, Figure II-38). Le dispositif est maintenu en chauffe grâce à des fils chauffants de forme hélicoïdale parcourant l'ensemble du dispositif (6, Figure II-38). Des mesures de température sont réalisées en surface (7, Figure II-38), réparties sur l'ensemble de la filière, permettant d'une part d'obtenir la température près de la paroi extérieure du dispositif, et d'autre part d'obtenir les mesures de températures nécessaires à la régulation des fils chauffants. Enfin des mesures de température sont réalisées près de la paroi dans la zone d'étude de l'écoulement (8, Figure II-38).

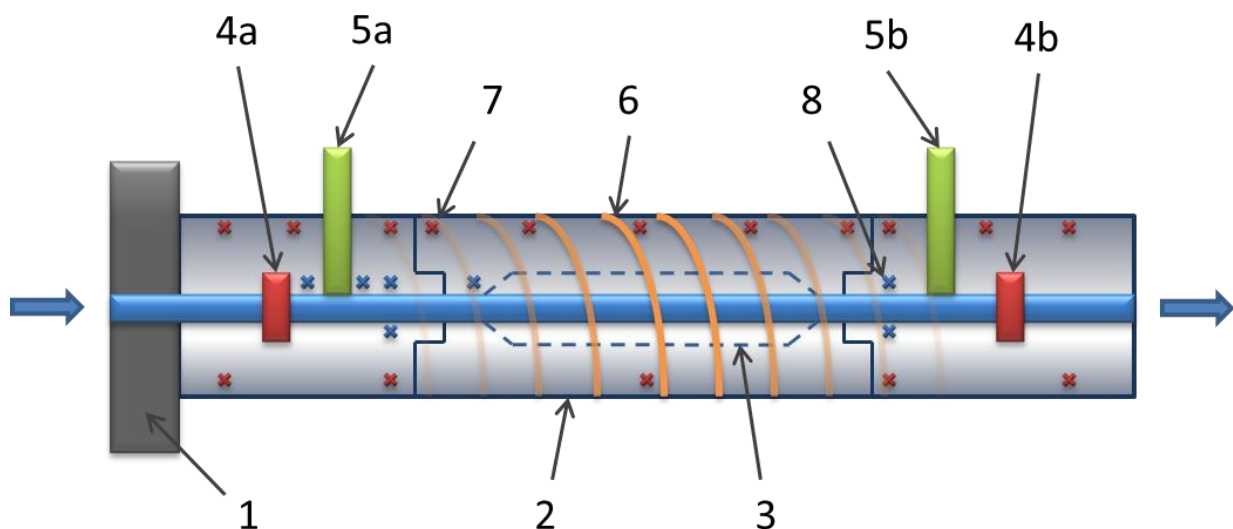


Figure II-38 : Schéma de principe de la filière instrumentée

La filière a été conçue en lien avec la société SDC¹² qui l'a usinée dans son atelier. La Figure II-39 présente la filière, entièrement assemblée et instrumentée.

¹² Sermo Division Caoutchouc, mouliste partenaire du projet RHEOTEL



Figure II-39 : Photographie de la filière instrumentée

La filière instrumentée est une filière cylindrique de 300 mm de longueur, de diamètre extérieur 50 mm et d'environ 20 kg. Dans sa forme de base, elle consiste en un canal d'écoulement de diamètre 10 mm situé au centre d'une filière en acier elle-même de forme cylindrique. La Figure II-40 présente ses principales dimensions.

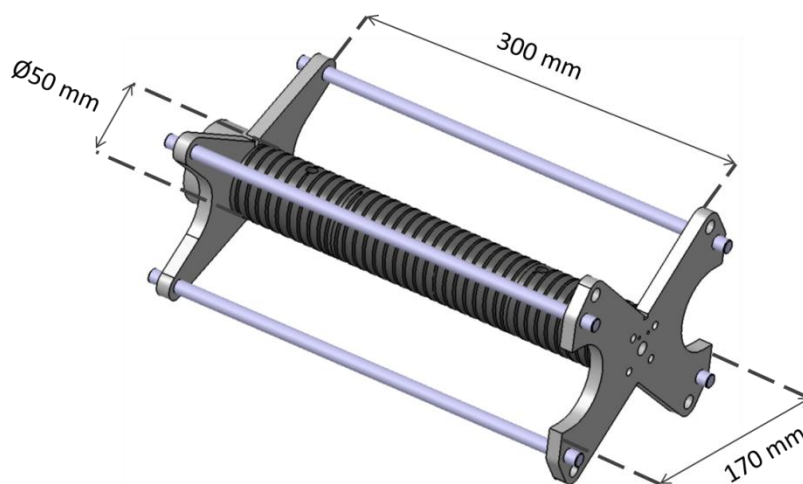


Figure II-40 : Principales dimensions de la filière instrumentée

II.4.1.1 Deux assemblages : Droit et Té

Le concept repose sur l'assemblage de différentes pièces permettant l'étude de plusieurs types d'écoulements, par exemple différents diamètres ou des changements de direction. Deux configurations principales existent : l'assemblage « Droit » et l'assemblage en « Té », comme représentés sur la Figure II-41.

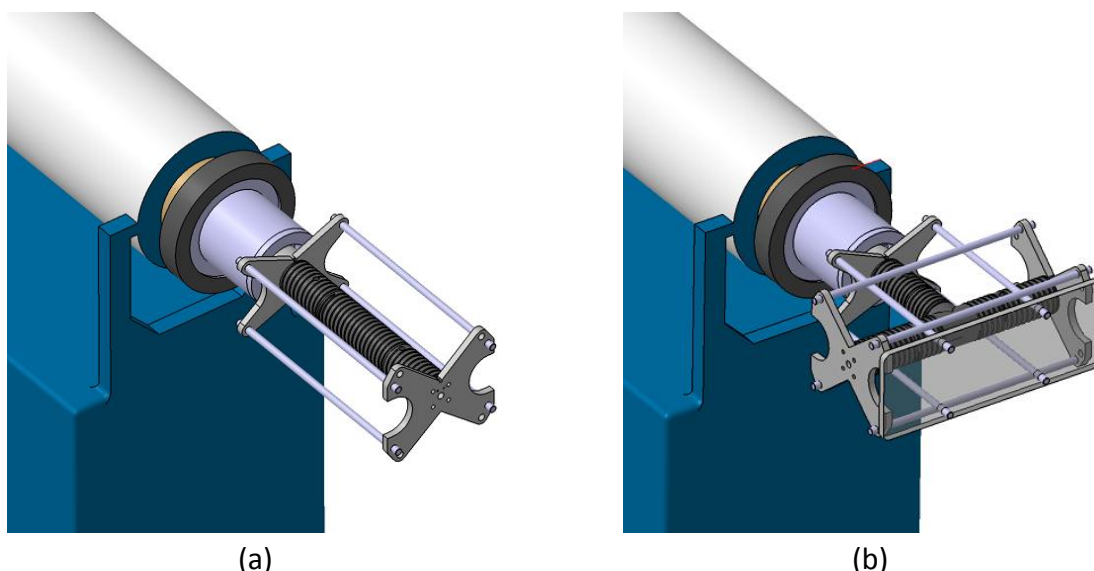


Figure II-41 : Assemblages
(a) assemblage droit, (b) assemblage en T

Les pièces utilisées dans l'assemblage « Droit » sont réutilisées dans le second assemblage, dans un souci de simplification lors du montage et du démontage du dispositif lors des expérimentations sur la machine de mise en forme. Les pièces centrales du dispositif sont des éléments cylindriques percés au centre de façon à permettre le passage de la matière. Ils sont munis d'épaulements permettant leur emboîtement. Ces éléments, appelés enveloppes, sont interchangeables selon les essais que l'on souhaite réaliser (Figure II-42).

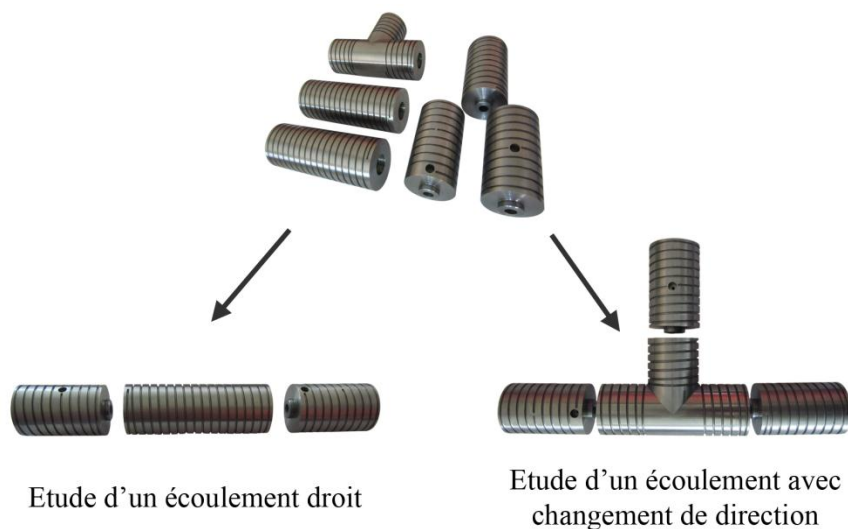


Figure II-42 : Présentation des enveloppes et des deux types de configuration d'étude

Le système d'emboîtement des enveloppes par leurs épaulements permet également d'assurer une meilleure étanchéité du dispositif en empêchant le passage de la matière dans les plans de joints. Ces enveloppes sont assemblées par un système de tirants, vissés de part et d'autre de bouchons percés en diamètre 10 de façon à laisser passer l'écoulement, eux-mêmes vissés aux enveloppes d'entrée et de sortie. Les deux types d'assemblage, « droit » et « té », sont représentés sur la Figure II-43 avec seulement les pièces servant au maintien. Les tirants représentés en bleu sont utilisés pour l'assemblage droit et réutilisés dans l'assemblage Té avec en plus, quatre autre tirants,

II.4. Caractérisation des écoulements : conception du dispositif expérimental

représentés en rouge. L'ensemble de ceux-ci relie des bouchons, au nombre de deux pour l'assemblage droit, et trois plus une plaque pour l'assemblage en té.



Figure II-43 : Système de maintien par les tirants
(a) assemblage droit, (b) assemblage en Té

Deux bouchons sont communs aux deux types d'assemblage : les bouchons d'entrée et de sortie. Ces bouchons, en plus de leur fonction de maintien, permettent d'amener au cœur du dispositif les cellules de mesure précédemment décrites. Le bouchon situé en entrée est fileté sur sa base et est conçu de façon à assurer le montage à une machine de mise en forme. L'ensemble des pièces constituant le dispositif dans sa forme de base est représenté « en éclaté » sur la Figure II-44, suivant les deux assemblages possibles, « Droit » et « Té ».

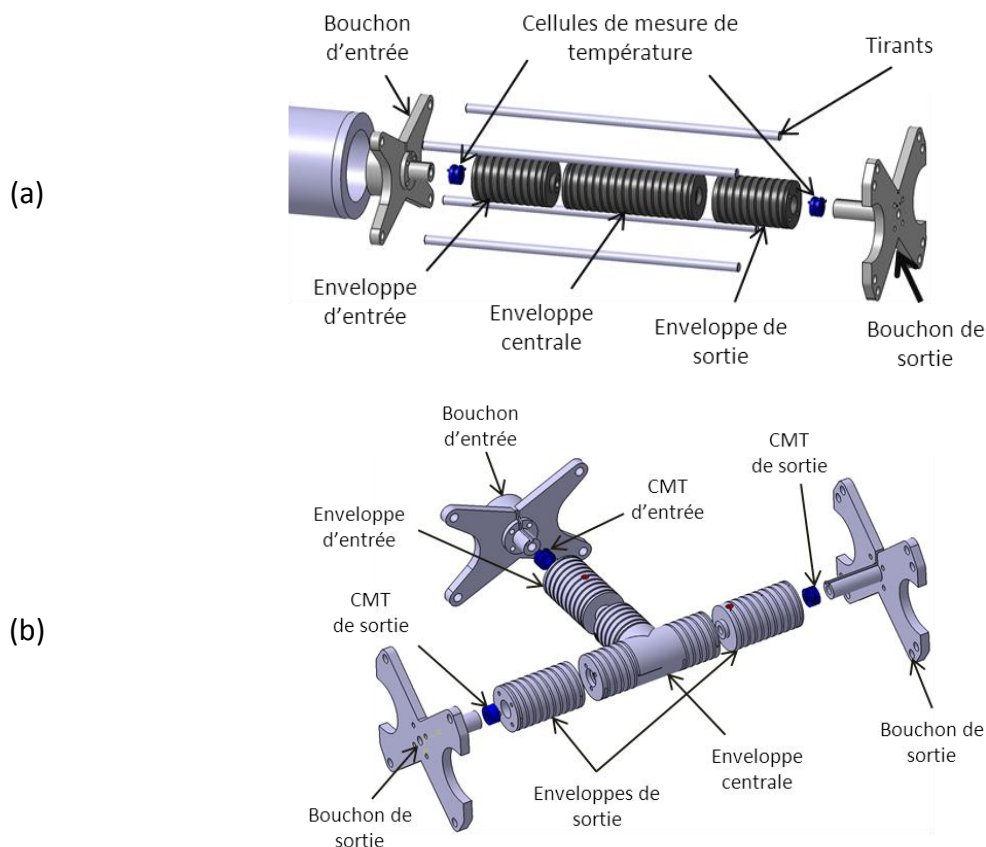


Figure II-44 : Représentation « en éclaté » du dispositif instrumenté
(a) assemblage droit, (b) assemblage en té

II.4.1.2 Configurations d'étude

Dans l'assemblage droit les éléments centraux conçus sont représentés sur la Figure II-45:

- un canal d'écoulement $\varnothing 10$, qui représente notre référence (1)
- un élément « Porte-filière », percé en diamètre 20 pouvant ainsi accueillir différentes filières (2)
- Une filière « $\varnothing 5$ », correspondant à un convergent vers un écoulement de diamètre 5 mm + divergent (4)
- une filière « dissipateur », présentant en plus du canal d'écoulement de diamètre 10 mm un lamage de diamètre 15 en sortie, permettant l'insertion d'éléments divers, de diamètre extérieur 15, apportant par exemple un effet dissipatif ou de mélangeage de la matière (5)

L'élément « Porte-filière », lorsqu'aucune filière n'y est insérée, peut par ailleurs permettre d'étudier un écoulement en $\varnothing 20$ (3). Cependant cette configuration d'écoulement comporte un passage brusque de $\varnothing 10$ à $\varnothing 20$. D'autre part, il est possible de faire pivoter la filière « Dissipateur » (selon l'axe d'écoulement), ainsi que la positionner dans les deux sens : c'est-à-dire que l'élément de diamètre extérieur 15 que l'on souhaite tester peut être placé en amont, ou en aval de l'écoulement.

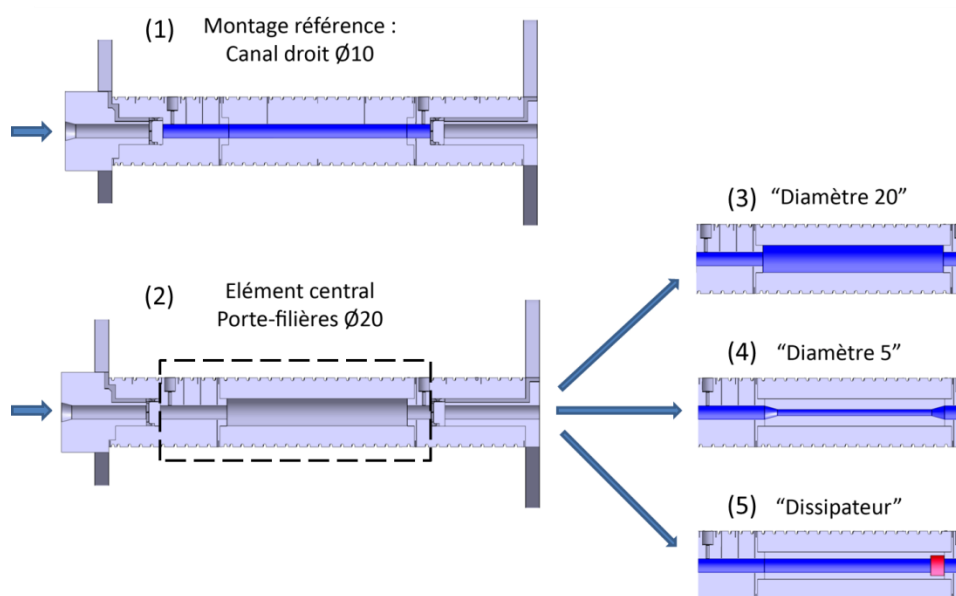


Figure II-45 : Vue en coupe des différentes configurations d'étude dans l'assemblage droit

L'assemblage en Té, plus complexe, a nécessité la réalisation d'une seconde enveloppe de sortie, équivalent à la première, et d'un nouveau type de bouchon : le bouchon coudé (Figure II-46).



Figure II-46 : Bouchon « coudé » pour la configuration d'étude

Ce bouchon permet d'amener jusqu'au niveau de la division un profil en demi-cercle, permettant d'obtenir une géométrie de type coude à 90°. L'utilisation ou non de ce bouchon permet d'étudier deux types de configurations : une division (Figure II-47a), et un coude à 90° (Figure II-47b).

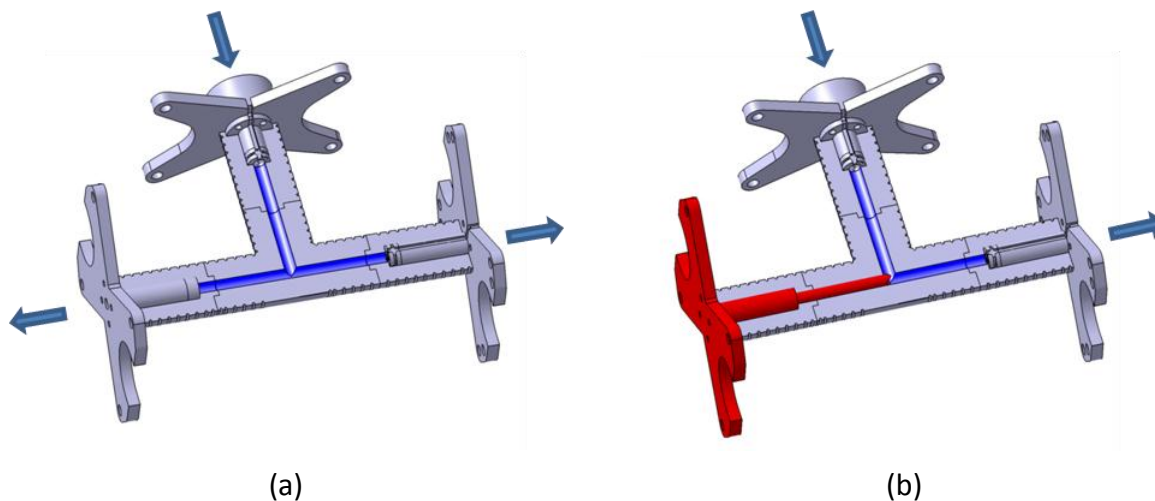


Figure II-47 : Configurations du dispositif
(a) Configuration « Diviseur », (b) configuration « Coude 90° »

II.4.1.3 Instrumentation

L'instrumentation a été pensée avec deux principaux objectifs. Le premier est l'étude du comportement thermique et dynamique de l'écoulement d'un mélange polymère dans des conditions de mise en œuvre industrielles, et dans diverses géométries d'écoulement présentées précédemment. Le second objectif est de permettre la validation d'un modèle numérique qui nous permettra d'extrapoler les expérimentations vers tout type de conditions de mise en œuvre, non réalisables avec les moyens actuellement à disposition. Ainsi une partie des mesures servira à renseigner les conditions limites de notre modèle numérique. Par ailleurs pour permettre le changement aisé des géométries d'écoulement, la plupart de l'instrumentation est concentrée dans les enveloppes d'entrée et de sortie. La Figure II-48 présente les dénominations correspondantes.

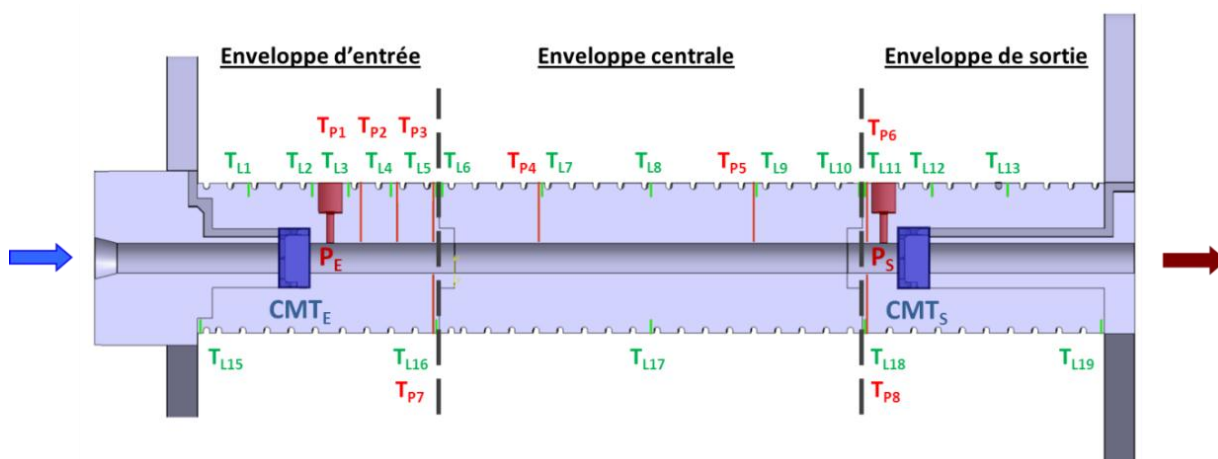


Figure II-48 : Dénominations des mesures réalisées dans la filière instrumentée (T_L : Températures en frontière de la filière ; T_P : température près de la paroi du canal, P : pression ; CMT : cellule de mesure de température)

II.4.1.3.1 Positionnement des cellules de mesure de température

Les deux cellules de mesure réalisées sont introduites et maintenues au fond de gorges dans l'élément d'entrée et dans l'élément de sortie grâce aux bouchons de fixation. Afin de mesurer le plus efficacement l'effet de la géométrie sur la température de l'écoulement, nous avons choisi de placer la CMT de l'élément de sortie au plus près de l'élément central. La Figure II-49 présente un exemple de positionnement des cellules de mesure dans l'assemblage en Té, en configuration diviseur. Trois cellules sont utilisées : la CMT en entrée, la CMT en sortie, et enfin une CMT factice, c'est-à-dire une CMT non-instrumentée (Figure II-30a). Cette dernière est équivalente aux autres cellules mais sans thermocouple. Sa fonction est d'assurer la symétrie des flux de matière après la division.

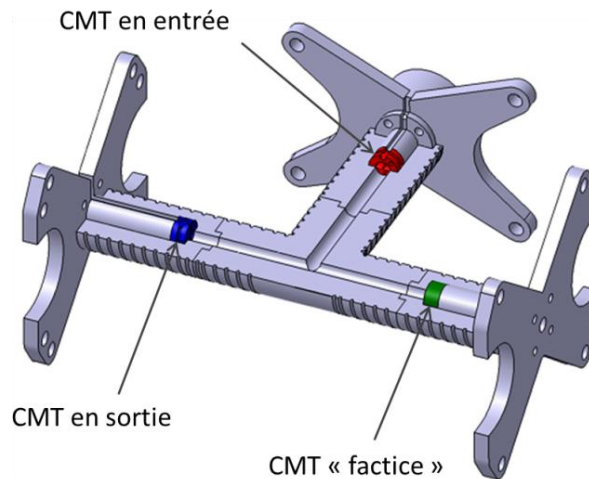


Figure II-49 : Positionnement des CMT dans le dispositif en configuration « Diviseur »

Chaque CMT est instrumentée de vingt-cinq thermocouples et les nombreux fils de 50 μm doivent être acheminés le long de rainures sur les bouchons vers l'extérieur (Figure II-50). L'ensemble est ensuite relié à des fiches K placées sur un support maintenu sur les tirants. La Figure II-51 présente ces supports dans le cas de l'assemblage « Droit ». Des rallonges (type K) permettent ensuite de transmettre les signaux relevés à la chaîne d'acquisition National Instruments.

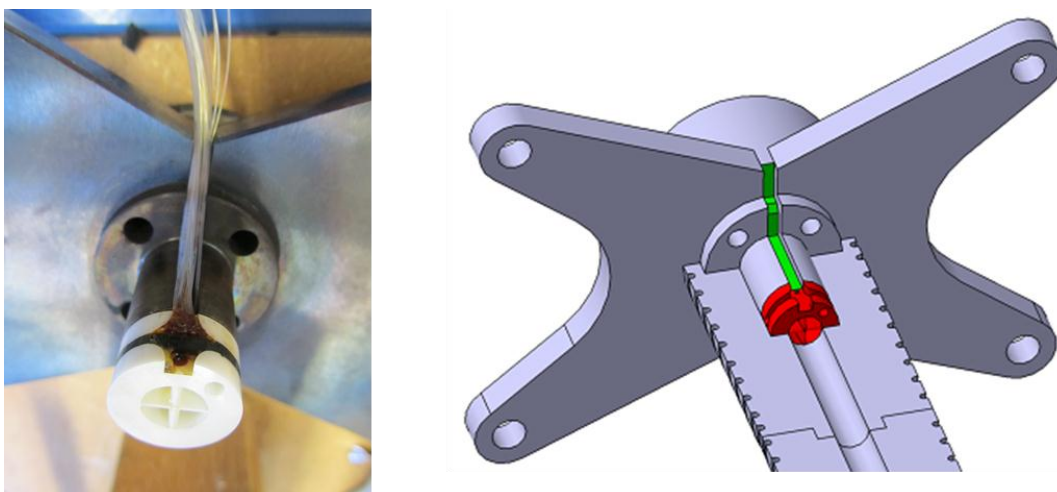


Figure II-50 : CMT et acheminement des thermocouples le long du bouchon

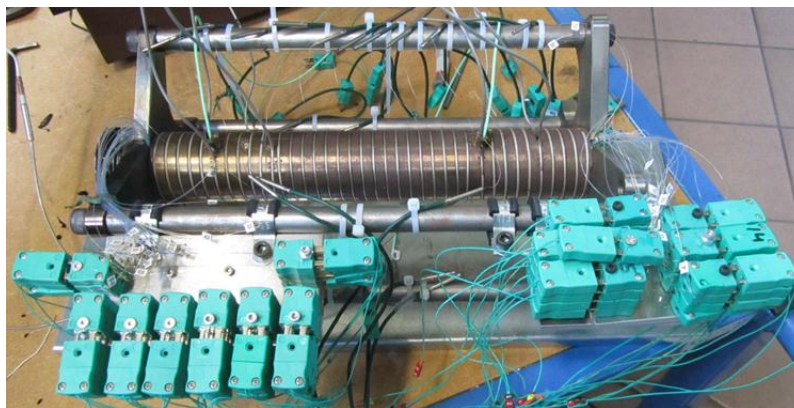


Figure II-51 : Connectiques pour les thermocouples des CMT

II.4.1.3.2 Maintien en température

Pour maintenir le dispositif en température, les enveloppes sont filetées d'une rainure hélicoïdale de pas 8 mm et de forme demi-cylindrique de diamètre 2,05 mm, à l'intérieur de laquelle des fils chauffants de type THERMOCOAX¹³ sont insérés et maintenus par matage. De façon à obtenir un meilleur contrôle de la thermique de l'outillage, le système de chauffe a été scindé en plusieurs parties, d'une part pour préserver l'indépendance des éléments entre eux, notamment pour le démontage et les changements de configurations, mais aussi pour contrer de manière plus efficace les pertes par convection plus importantes sur les extrémités du dispositif. Au total, l'assemblage droit possède cinq zones de chauffe, et l'assemblage en Tté dix (Figure II-52).

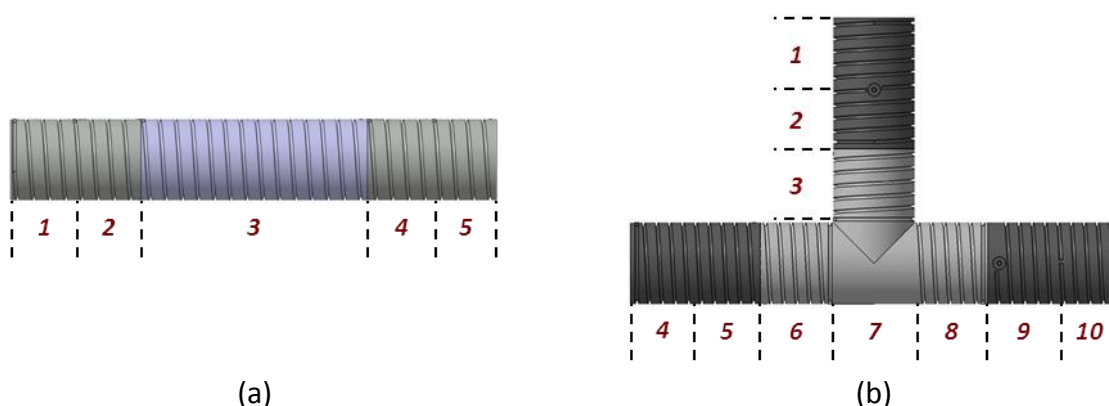


Figure II-52 : Répartition des zones de chauffe
(a) assemblage droit, (b) assemblage en Tté

Dans le cas de la zone 7 de l'assemblage Tté, la résistance chauffante n'est pas insérée dans une rainure en raison de la complexité de la forme, mais elle est directement soudée sur la surface extérieure.

La puissance thermique est fournie aux fils chauffants à l'aide d'un rack de régulation développé au laboratoire. Ce rack est composé d'un bloc commande, où la consigne est réglée et la température relevée contrôlée, et d'un bloc puissance délivrant la puissance électrique qui sera transmise par effet Joule au dispositif. Le schéma de principe du maintien en température d'une zone de chauffe est présenté sur la Figure II-53.

¹³ THERMOCOAX, Entreprise spécialisée dans la régulation et le contrôle thermique, www.thermocoax.com

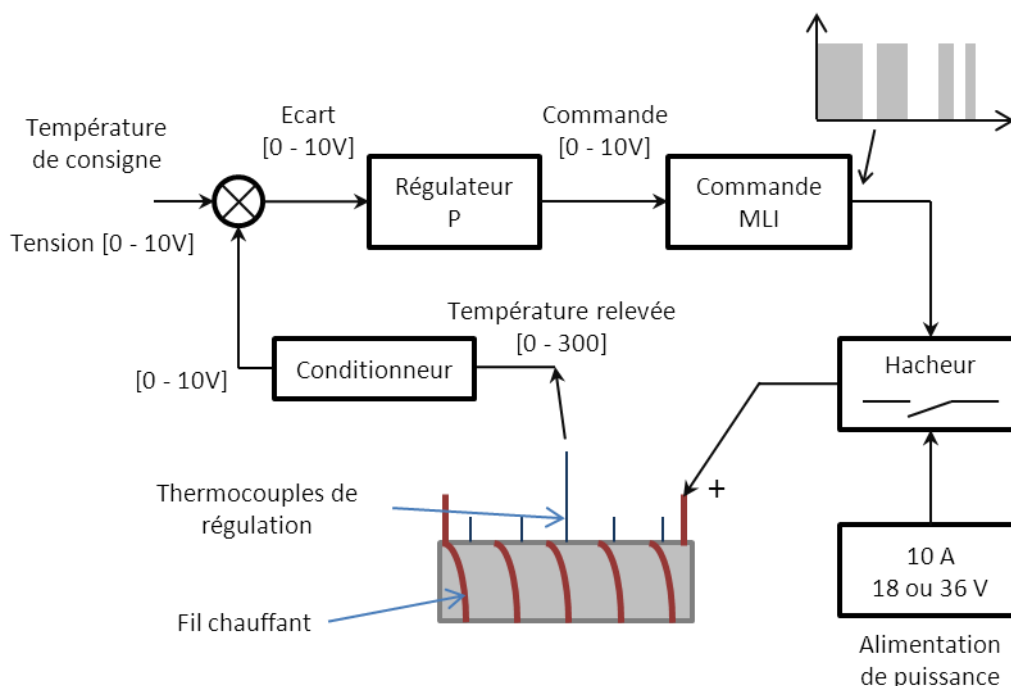


Figure II-53 : schéma de principe de la régulation d'une zone de chauffe de la filière instrumentée

A l'approche de la température souhaitée, la puissance de chauffe est adaptée. La tension est délivrée par paliers dont la durée d'application, et l'écart entre ceux-ci dépendent de l'écart entre la température mesurée et la température de consigne (modulation de largeur d'impulsion MLI). Deux tensions peuvent être délivrées : 18 et 36V, cette dernière étant utilisée pour les fils chauffants de longueur plus importante (par exemple l'enveloppe centrale dans l'assemblage droit, zone 3), ou les zones où le chauffage est plus difficile (enveloppes de sortie soumises à des pertes thermiques plus importantes, zones 4-5 et 9-10). La puissance maximale délivrée est de 801 W en assemblage droit, et de 1416 W en assemblage en Té. Moins de 20 minutes sont nécessaires pour atteindre la stabilité thermique de l'ensemble à 100°C.

Pour assurer le contrôle et la commande de la régulation par le rack, chaque enveloppe composant le dispositif est instrumentée de thermocouples de régulation : des perçages de diamètre 300 μm ont été réalisés sur 4,5 mm de profondeur, de façon à recevoir des thermocouples de type K rigides de diamètre 250 μm réalisés par THERMOCOAX. Ces thermocouples ont été choisis dans un souci de faible encombrement et donc de faible perturbation de la thermique dans l'outillage. Leur rigidité offre une meilleure résistance que celle des thermocouples souples, et permet un positionnement plus aisé au fond des perçages.

Ces thermocouples ont une autre fonction : en plus d'assurer le contrôle de la régulation, ils permettent de déterminer la condition limite thermique extérieure de notre modèle numérique. La profondeur de 4,5 mm a été retenue de façon à relever une température assez proche de la paroi extérieure mais suffisamment en profondeur pour obtenir une température homogène, peu perturbée par la présence des fils chauffants situés en surface (Figure II-54).

Dans la configuration « canal droit $\varnothing 10$ », les enveloppes d'entrée, centrale et de sortie sont respectivement instrumentées de 7, 6 et 5 thermocouples (Figure II-48). Les thermocouples utilisés pour la régulation sont ceux placés au centre de chaque élément chauffant : respectivement pour les zones de régulation 1 à 5, les thermocouples T_{L1} , T_{L4} , T_{L8} , T_{L12} , T_{L13} .

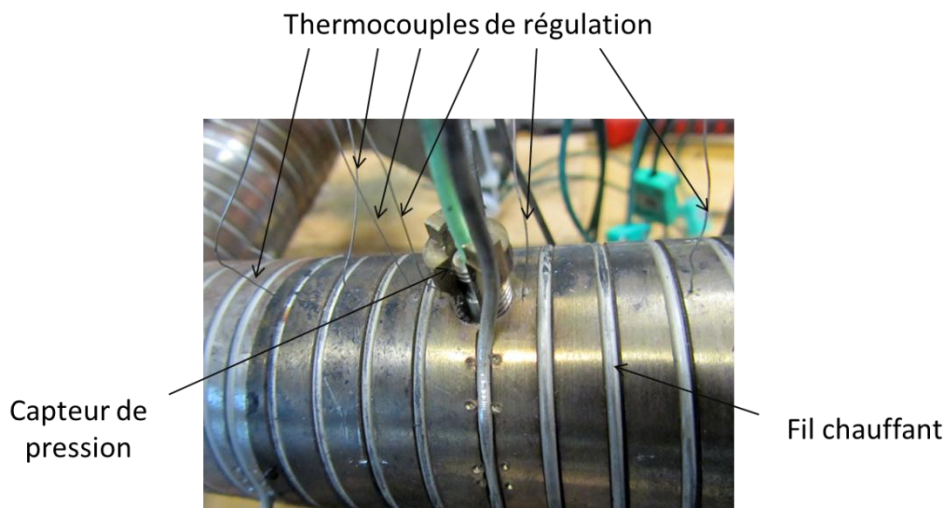


Figure II-54 : Positionnement des thermocouples de régulation de 250 μm dans l'enveloppe d'entrée

II.4.1.3.3 Thermocouples de paroi

Des perçages de diamètre 300 μm permettant d'accueillir le même type de thermocouple, ont été réalisés mais cette fois-ci sur une profondeur de 19,5 mm. Ces thermocouples offrent donc une mesure de température dans l'acier à 0,5 mm de l'écoulement. Ce type de mesure permet d'avoir des informations sur la thermique de l'outillage en profondeur, mais aussi sur l'évolution du comportement thermique de l'écoulement, c'est-à-dire l'influence de la dissipation visqueuse. Ces mesures, bien que complexes à analyser, peuvent également servir de points de contrôle du modèle numérique.

II.4.1.3.4 Capteurs de pression

Les capteurs de pression retenus pour l'instrumentation dans la filière sont des capteurs piézoélectriques à quartz de marque KISTLER¹⁴ de type 6159A. La pression exercée sur la face avant du capteur est transmise au quartz du capteur qui la convertit ensuite en charge électrique. La charge mesurée est relevée par un amplificateur de charge de type ICAM 5073A de marque KISTLER. Elle est ensuite convertie en signal de tension 0-10V, transmis au système d'acquisition (Figure II-55). Un conditionneur permet l'alimentation des capteurs et le réglage de la gamme de mesure de pression (0-100 bars / 0-350 bars).

Deux capteurs sont instrumentés, le premier dans l'enveloppe d'entrée du dispositif, le second dans l'enveloppe de sortie, de façon à déterminer le gradient de pression durant les essais.

Ces capteurs sont particulièrement adaptés aux moules d'injection : leur très faible encombrement (8 mm de diamètre au corps et 2,5 mm de diamètre au niveau de l'empreinte) permet de limiter leur influence sur la thermique de l'enveloppe dans laquelle ils sont instrumentés, en comparaison aux capteurs habituels plus imposants.

¹⁴ KISTLER, société spécialisée dans les systèmes de mesure, www.kistler.fr

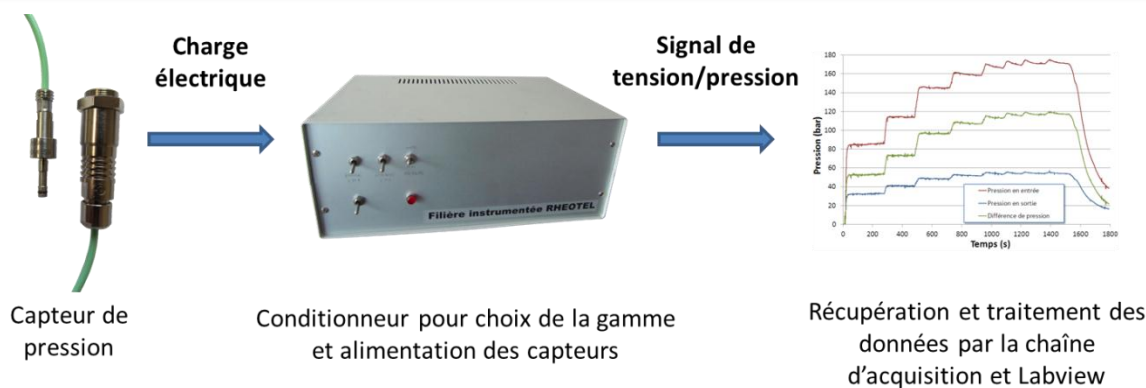


Figure II-55 : Schéma du principe des acquisitions de signaux de pression

Afin de réaliser une mesure fiable, il faut s’assurer :

- Que le capteur soit en contact parfait avec la matière (un retrait, bien que très faible, peut être à l’origine d’erreurs sur la mesure de pression), et qu’il ne dépasse pas de manière trop importante l’empreinte sous peine d’être endommagé et de perturber l’écoulement.
- De l’alimenter à pression nulle : le principe du capteur piézoélectrique est de délivrer une tension en fonction de la différence de charge reçue sur sa membrane

Le capteur de pression KISTLER présente par ailleurs deux effets de dérive qui doivent être considérés :

- Une première dérive dans le temps, qui, bien que faible et connue (5 $\mu\text{C/s}$), peut être à la source d’erreurs non-négligeables sur des essais d’extrusion demandant un temps assez long avant d’arriver à un régime stabilisé.
- Une seconde dérive due aux variations de température

Dans notre cas, nous nous affranchissons de ces dérives en utilisant un capteur en entrée et un autre en sortie. De ce fait, il nous est possible de fonctionner en valeur relative plutôt qu’absolue. Les dérives étant similaires pour les deux capteurs, elles ont un effet limité sur le traitement des pressions en relatif, quel que soit le temps de stabilisation du régime d’écoulement.

Pour déterminer la reproductibilité des mesures obtenues avec les capteurs de pression, plusieurs tests ont été menés, avec les mêmes conditions d’essai. Les résultats obtenus montrent que les variations peuvent atteindre jusqu’à 8,5 bars sur le capteur d’entrée (5,3% de la valeur moyenne de pression relevée), et 5,7 bars sur le capteur de sortie (correspondant à une variation de 10,9% de la valeur moyenne de pression en sortie). En fonctionnant en différences de pression entre l’entrée et la sortie, les variations peuvent atteindre 14 bars. Les valeurs correspondantes sont résumées dans le tableau II-7.

	Pression d’entrée P_E (bar)	Pression de sortie P_S (bar)	$\Delta P = P_E - P_S$ (bar)
ϵ_{\max} (bar)	8,5	5,7	14
ϵ_{\max} (%)	5,3	10,9	13

Tableau II-7 : Erreurs de mesure des capteurs de pression

II.4.1.3.5 Balance industrielle

Afin de déterminer numériquement le champ de vitesses de l'écoulement, il est indispensable de connaître soit la différence de pression entre l'entrée et la sortie du modèle numérique, soit le débit de l'écoulement. Les deux capteurs de pression décrits précédemment suffisent donc à notre modèle numérique. Cependant, nous exploitons la mesure de débit pour valider numériquement le comportement en écoulement de la matière, par comparaison des résultats en utilisant soit la différence de pression soit le débit d'écoulement.

Une balance SARTORIUS SIGNUM 1 est placée en sortie de la filière instrumentée. Reliée au système d'acquisition, elle permet de relever la masse d'extrudat en fonction du temps. Délivrant un signal de 4-20 mA correspondant à 0-16 kg, un circuit simple permet de convertir, à l'aide d'une résistance placée en série, la mesure en un signal de 0-5 Volts. L'intérêt de cette balance repose sur sa précision, de l'ordre du milligramme, sa rapidité et sa capacité à transmettre par liaison RS232 les masses relevées.

II.4.1.3.6 Chaîne d'acquisition National Instruments

L'ensemble de l'instrumentation décrite précédemment est reliée à un système d'acquisition National Instruments. Ce système d'acquisition comporte plusieurs cartes emboîtables dans un châssis NI-PXI 1073 muni de cinq emplacements. L'intérêt d'un tel système d'acquisition consiste en l'utilisation du PCI express, système de transmission similaire à celui utilisé entre les cartes PCI intégrées aux ordinateurs. Acceptant un débit de données de 2,5 Mbits, il est idéal dans le cas de très nombreuses informations à transmettre. La Figure II-56 présente le principe de l'acquisition des mesures via la chaîne d'acquisition.

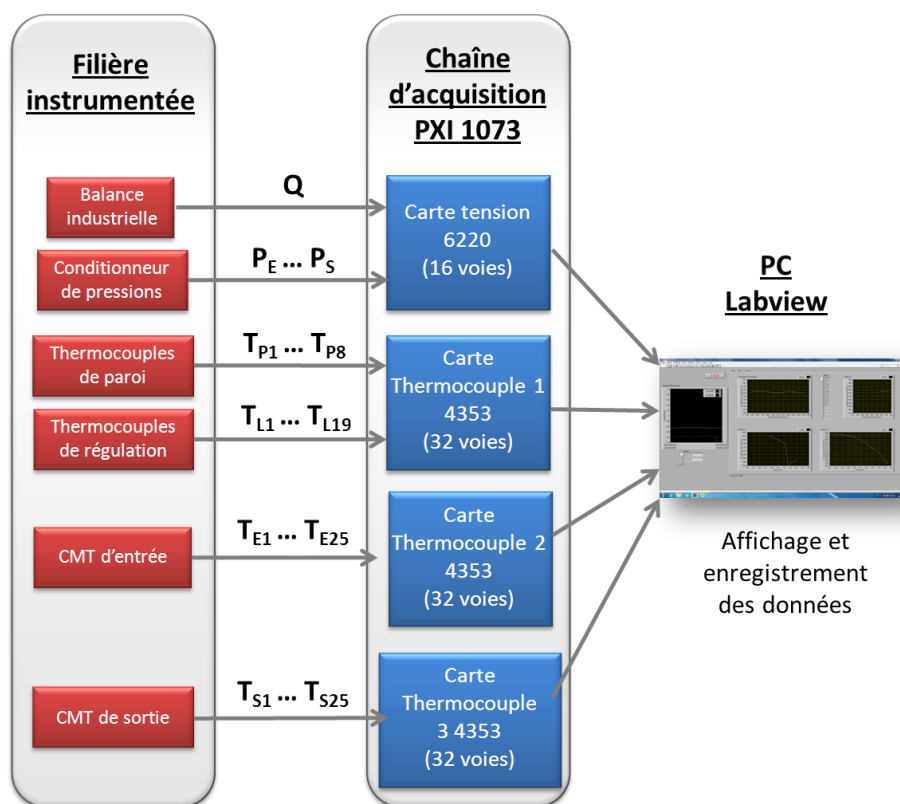


Figure II-56 : Principe d'acquisition des mesures avec la chaîne d'acquisition

Dans le cadre de la présente étude, quatre cartes d'acquisition sont utilisées : trois cartes dédiées à l'acquisition des températures et une carte pour l'acquisition des tensions. Les cartes thermocouples, de type NI-PXI 4353 intègrent 32 emplacements de thermocouples, et 8 compensations de soudure froide réparties sur la carte, offrant une très faible erreur de mesure de valeur maximale 0,36°C (valeur pour un thermocouple de type K, dans une gamme de 0 à 300°C). L'inconvénient de ces cartes est leur très faible taux de transmission de données, 90 échantillons par seconde, répartis sur l'ensemble des voies utilisées. Mais dans notre cas, nous travaillons sur des temps de mise en régime du système très long (supérieurs à 100 s), l'acquisition choisie de 2 échantillons par voie et par seconde est donc amplement suffisante. L'utilisation de trois cartes thermocouples permet de dissocier l'instrumentation et d'en faciliter le traitement. Une carte est utilisée pour les thermocouples de régulation et les thermocouples situés près de la paroi de l'écoulement, les deux autres cartes sont dédiées aux thermocouples instrumentés sur les cellules de mesure. Enfin, une carte d'acquisition de tension de type NI-PXI 6220, permettant l'acquisition de 16 voies à une fréquence de 250 kHz, est utilisée pour l'acquisition des mesures de pression et de la mesure de débit de la balance.

L'ensemble des données acquises par le châssis PXI est ensuite transmis par expresscard à un PC portable HP 8560W, sur lequel le logiciel LABVIEW 2010 est installé. Un programme développé avec ce logiciel permet de traiter les données et de les afficher en temps réel afin de vérifier entre autre la stabilité thermique de l'essai expérimental en cours.

II.4.2 Adaptation du dispositif sur une extrudeuse caoutchouc

Pour notre étude, le dispositif est adapté sur une extrudeuse. Cela présente l'avantage de réaliser les mesures dans un état stationnaire. La conception du dispositif a été pensée également pour réaliser à terme des essais expérimentaux sur une presse à injecter, où les débits et les auto-échauffements observés sont plus importants.

Dans ce travail, les expérimentations sont menées sur une extrudeuse caoutchouc industrielle de marque COLMEC, monovis et à refroidissement hydraulique (Figure II-57).

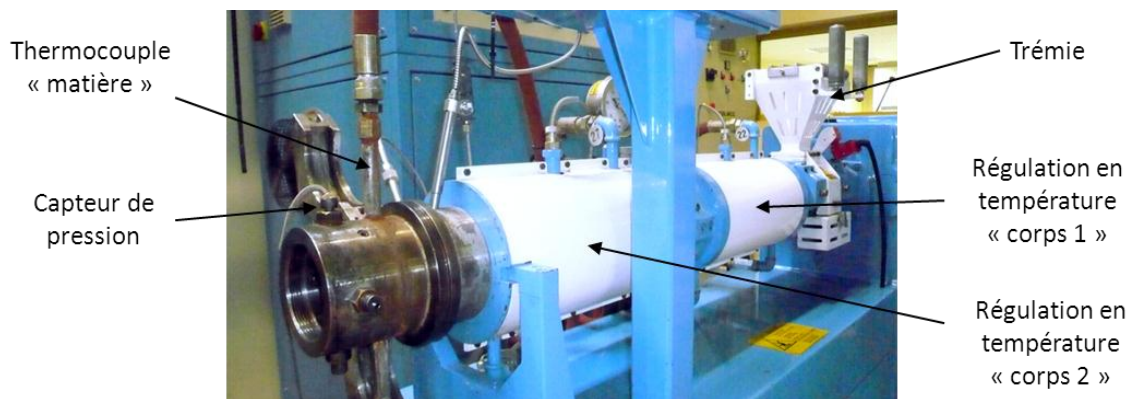


Figure II-57 : Photographie de l'extrudeuse

La vis de diamètre 40 mm atteint une vitesse de rotation N maximale de 70 tr/min, entraînant alors un débit de matière d'environ 40 kg/h. La régulation thermique de la machine est scindée en quatre parties (Figure II-58) :

- un premier corps correspondant à la zone d'acheminement de la matière (T_{REG_E1})
- un second corps correspondant à la zone de mise en compression de la matière (T_{REG_E2})
- une troisième zone de régulation correspondant à la tête de l'extrudeuse (T_{REG_E3})
- la régulation de la vis elle-même (T_{REG_E4}).

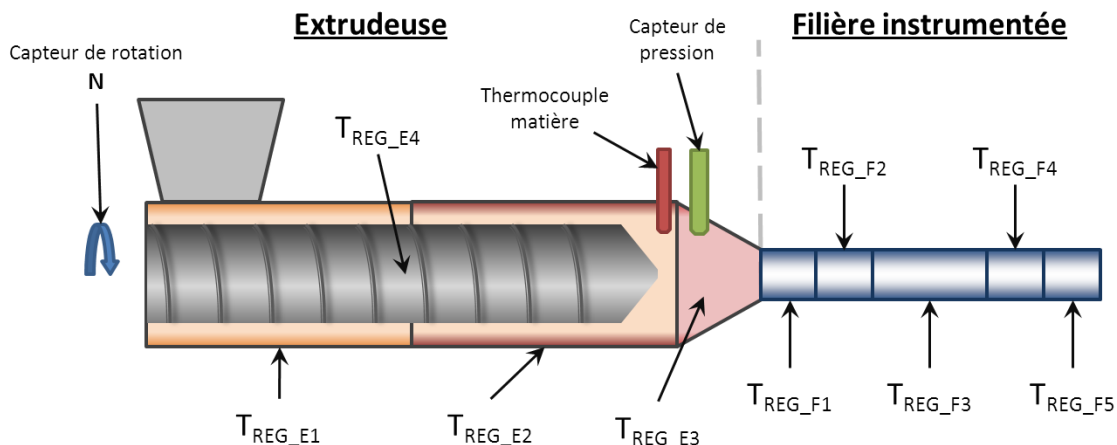


Figure II-58 : Notations associées aux zones de régulation, et aux mesures de température, de pression, et de vitesse de rotation de la vis dans l'extrudeuse

La tête de l'extrudeuse, juste après la vis d'extrusion, est instrumentée avec un thermocouple plongé dans la matière à 1 mm en profondeur (T_{EXT}) (Figure II-59) et un capteur de pression (P_{EXT}). L'extrudeuse a une pression de sécurité en sortie limitée à 350 bars.

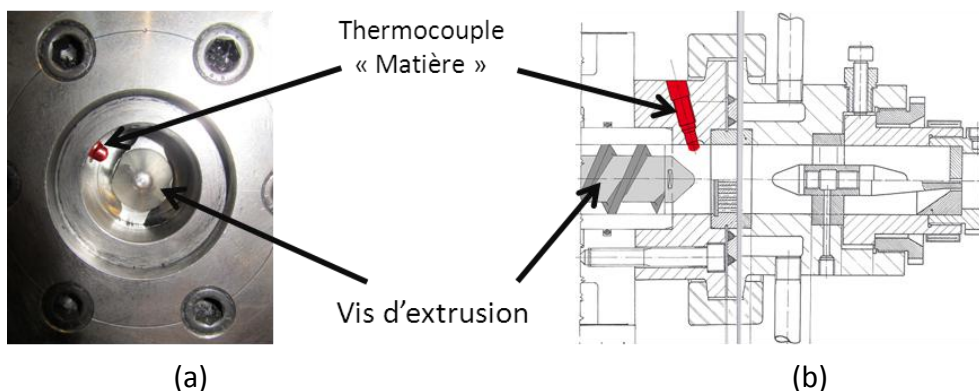


Figure II-59 : Position du thermocouple de température matière dans l'extrudeuse COLMEC
(a) photographie de face, (b) plan en coupe de l'extrudeuse

En sortie de vis, deux types d'élément peuvent être utilisés afin d'homogénéiser la matière et de stopper la rotation du mélange suite à son passage autour de la vis : un croisillon ou une grille (Figure II-60). Il est toutefois possible, par l'insertion d'un anneau vide, de travailler sans aucun de ces éléments.



Figure II-60 : Eléments homogénéisateurs placés dans l'extrudeuse : (a) grille, (b) croisillon

La localisation de ces éléments dans l'extrudeuse est présentée sur la Figure II-61.

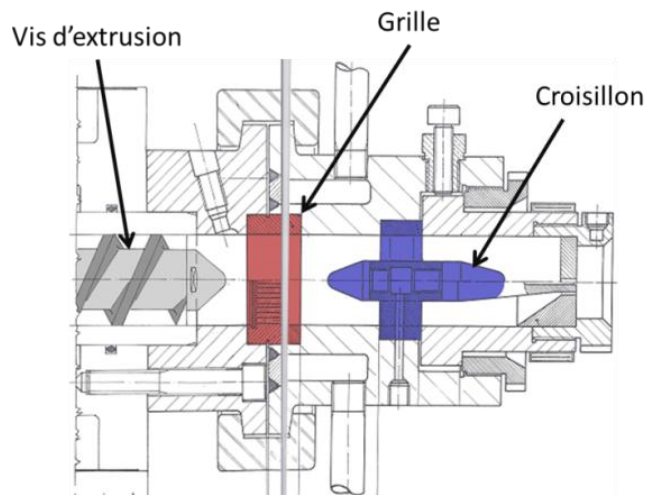


Figure II-61 : Localisation des éléments homogénéisateurs « grille » et « croisillon »

L'alimentation de la machine en matière se fait par la trémie, par insertion de bandes de caoutchouc. La Figure II-62 présente l'exemple de la préparation du mélange EPDM en bandes avant un essai.



Figure II-62 : Préparation du mélange sous forme de bandes

II.5 Conclusion

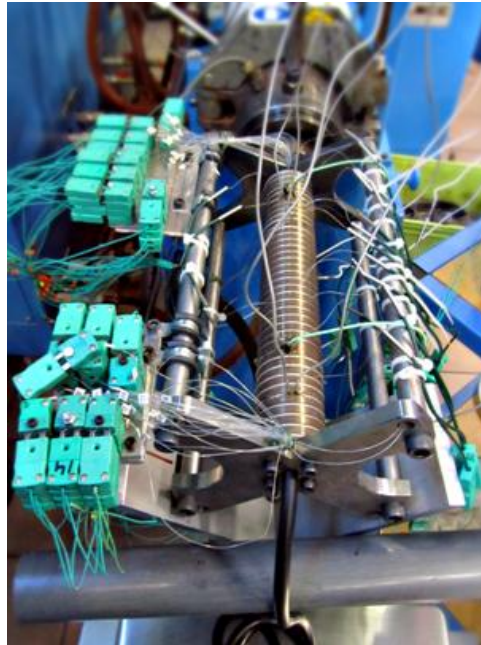
Le dispositif expérimental conçu est une filière cylindrique permettant le passage de la matière dans un canal de section cylindrique de diamètre 10 mm. Cette filière, réalisée selon un principe d'emboîtement d'éléments, permet les expérimentations sur différentes géométries d'écoulement. Le point central du dispositif repose sur l'insertion de cellules de mesure de température dans l'écoulement. Placées en entrée et en sortie de la filière, elles permettent la mesure de profils de température et l'étude de l'évolution des transferts thermiques dans une section longitudinale de la filière. Une étude de sensibilité a été menée à l'aide de l'outil numérique et a permis d'évaluer la qualité des mesures, ainsi que la perturbation occasionnée par celles-ci. Les résultats ont montré la bonne sensibilité aux variations de température dans l'écoulement malgré les perturbations liées à son intrusion. Un phénomène de retour de flux, dû à la dissipation visqueuse est à l'origine d'une légère surestimation des profils de température. L'utilisation du matériau céramique pour sa conception permet de minimiser cet effet et de limiter la conduction dans le capteur.

Le reste de l'instrumentation se compose de thermocouples placés près de la paroi extérieure de la filière et près de la paroi du canal d'écoulement, de deux capteurs de pression et d'une mesure de débit. Ces mesures doivent permettre, en plus d'assurer le contrôle de la régulation thermique de la filière, la détermination précise des conditions aux limites pour la validation numérique des expérimentations.

Toujours dans ce sens, les caractéristiques thermophysiques (capacité thermique, conductivité thermique, masse volumique) et rhéologiques du mélange utilisé durant les expérimentations ont été caractérisées. Le mélange utilisé, un élastomère EPDM, est non-accélééré, c'est-à-dire qu'il ne peut réagir. Mais une cinétique de vulcanisation a toutefois été déterminée pour l'exploitation numérique des mesures.

Chapitre III.

Etude détaillée du canal droit



III.1	Mesures expérimentales et exploitation	104
III.1.1	<i>Protocole expérimental</i>	104
III.1.2	<i>Description des essais réalisés</i>	107
III.1.3	<i>Exemple de mesures avec le canal droit</i>	108
III.1.4	<i>Problématique du profil de température d'entrée du canal</i>	112
III.1.5	<i>Analyse du profil de température en sortie d'écoulement</i>	119
III.2	Modélisation du canal droit et comparaison	120
III.2.1	<i>Logiciel de simulation ANSYS POLYFLOW</i>	120
III.2.2	<i>Modélisation du canal droit</i>	122
III.2.3	<i>Conditions limites</i>	124
III.2.4	<i>Comparaison mesures / simulations numériques</i>	125
III.2.5	<i>Résultats de la validation numérique</i>	130
III.2.6	<i>Etude de l'influence de la dissipation dans le canal</i>	133
III.3	Etude thermo-rhéo-cinétique	134
III.3.1	<i>Démarche de calcul</i>	134
III.3.2	<i>Résultats obtenus</i>	135
III.4	Conclusion	138

Dans ce chapitre, nous présentons l'étude de la configuration de référence du dispositif : l'écoulement dans une section de canal droit de diamètre 10 mm. Cette géométrie servira de référence pour l'étude des géométries modulaires du chapitre 4. Dans une première partie, nous présentons le protocole d'exploitation des mesures et les principaux résultats expérimentaux qui concernent le canal droit. Dans la deuxième partie, nous détaillons la modélisation numérique et présentons la comparaison entre les mesures et la simulation.

III.1 Mesures expérimentales et exploitation

Avant de présenter les premières mesures faites avec les CMT, nous détaillons le protocole expérimental utilisé pour effectuer les essais lors de la campagne de mesures.

III.1.1 Protocole expérimental

Le protocole comporte le choix des conditions aux limites ainsi que les paramètres que nous avons choisi afin de maîtriser les conditions aux limites et de pouvoir accéder à l'ensemble de la gamme de débit de l'extrudeuse.

III.1.1.1 Températures de régulation

La température de l'outillage est un paramètre de mise en œuvre qui peut avoir une influence non-négligeable sur la température de l'écoulement. Dans notre travail, nous avons imposé une température progressive dans l'extrudeuse et stable dans la filière.

III.1.1.1.1 Régulation de l'extrudeuse.

Les expérimentations ont été menées sur l'extrudeuse décrite au chapitre 2 (cf. Chapitre II.4.2). Le refroidissement de l'extrudeuse est assuré par de l'eau sous pression, les températures de régulation sont ainsi limitées à 140°C (T_{REG_E1-4} , Figure II-58). Cette température est toutefois difficile à atteindre sur les zones appelées « corps » de l'extrudeuse. Par ailleurs, les températures de mise en œuvre en extrusion caoutchouc sont généralement comprises entre 100°C et 120°C [Ha, 2008] [Limper, 2002]. Au vu de ces éléments, lors des expérimentations, l'extrudeuse est régulée de manière à obtenir une température la plus homogène possible se situant autour de 110°C en sortie d'extrudeuse et donc en entrée du dispositif expérimental (Tableau III-1).

Dénomination	Corps 1	Corps 2	Tête	Vis	Filière
Notation	T_{REG_E1}	T_{REG_E2}	T_{REG_E3}	T_{REG_E4}	T_{REG_F1-5}
Température	95°C	100°C	110°C	110°C	110°C

Tableau III-1 : Régulation des zones de chauffe de l'extrudeuse et du dispositif instrumenté

La régulation des corps et de la tête est progressive : elle évolue de 95°C dans le corps 1 (T_{REG_E1}), à 100°C dans le corps 2 (T_{REG_E2}) puis 110°C dans la tête de l'extrudeuse (T_{REG_E3}). L'ensemble des températures zones de régulation du dispositif (T_{REG_F1-5}) sont fixées à 110°C et la température de régulation de la vis d'extrusion (T_{REG_E4}) est fixée à 110°C, dans le but d'obtenir une température homogène dans toute la section d'écoulement

III.1.1.1.2 Régulation de la filière.

Nous avons montré dans le chapitre 2 que la régulation de la filière était assurée par de nombreuses zones de chauffe.

Trois profils de température mesurés par les thermocouples de régulation placés dans l'enveloppe de la filière sont représentés sur la Figure III-1 pour $N = 5, 30$ et 70 tr/min.

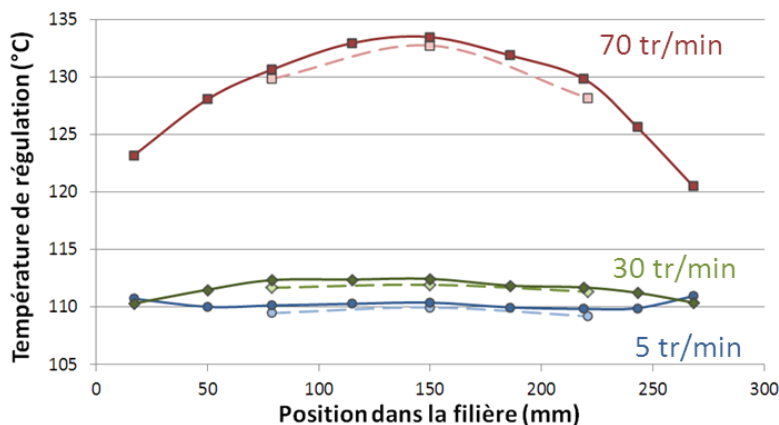


Figure III-1 : Profils de régulation dans le dispositif instrumenté, pour $N = 5, 30$ et 70 tr/min, thermocouples de régulation partie haute (Traits pleins), partie basse (Traits discontinus)

La température de régulation étant imposée en tout point de la filière à 110°C , on peut souligner les points suivants :

- A faible vitesse de rotation, le profil de régulation dans la filière est homogène et proche de 110°C . La régulation est donc effective.
- A vitesse de rotation plus élevée, la température de l'écoulement dépasse la température de consigne des régulateurs. La température de la filière est alors pilotée par le flux de chaleur provenant de l'écoulement et par les échanges convectifs avec l'air environnant.

Le profil de température en « cloche » qui découle de cette dernière condition est caractéristique et avait déjà été observé dans les travaux précédents [Karkri, 2004] [Pujos, 2006] [Wielhorski, 2009]. Il s'explique par la conduction vers l'extrudeuse et par la convection avec l'air. Pour assurer une véritable régulation, un système de refroidissement spécifique a été conçu mais n'a pas pu être mis en place faute de temps (cf. Annexe 4). Par ailleurs, nous verrons dans le chapitre 4 qu'une légère asymétrie de la régulation sur le périmètre de l'écoulement peut apparaître dans l'analyse des résultats mesurés sur certaines géométries modulaires.

III.1.1.2 Déroulement des essais

Avant que les essais expérimentaux ne commencent, plusieurs étapes sont nécessaires :

- L'extrudeuse et le dispositif sont mis en chauffe
- la vis est mise en rotation jusqu'à ce que la machine et le dispositif soient entièrement remplis
- Un temps d'attente de 30 minutes est respecté avant que les mesures ne commencent, pour la mise en régime et la stabilité thermique des outillages.

Les essais consistent à faire varier la vitesse de rotation de la vis N , puis à attendre que les profils de températures relevés par les CMT d'entrée et de sortie du dispositif aient atteint une relative « stabilité » (Figure III-2). Ce temps de mise en régime thermique stationnaire dépend de

l'équilibre global du système, résultat des transferts de chaleur issus de la dissipation visqueuse dans l'écoulement, de la puissance de régulation et des transferts convectifs avec l'environnement.

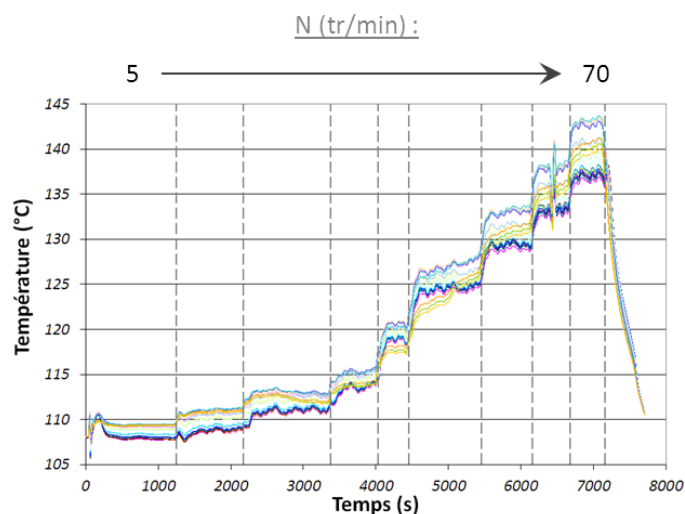


Figure III-2 : Températures relevées par la CMT d'entrée lors d'un essai d'extrusion, avec variation de la vitesse de rotation de la vis N

La vitesse de rotation de la vis varie de 5 tr/min jusqu'à 70 tr/min, par paliers de 5 ou 10 tr/min. La gamme de débit massique correspondante s'étend de 3,4 kg/h à 5 tr/min, jusqu'à 41,2 kg/h à 70 tr/min. Dans certains cas, la pression occasionnée par le dispositif instrumenté monté en tête d'extrudeuse devient trop importante, atteignant 35 MPa, limite de sécurité de la machine fixée en sortie de vis. Dans ce cas, les vitesses de rotation sont adaptées de façon à obtenir plusieurs essais exploitables. A chaque augmentation de vitesse de rotation, la pression relevée par les capteurs augmente puis se stabilise au bout d'un temps très court, inférieur à celui de la stabilisation thermique. La Figure III-3 présente le déroulement d'un essai, par observation des pressions dans le dispositif. On peut ainsi vérifier que l'équilibre mécanique est plus rapide que l'équilibre thermique.

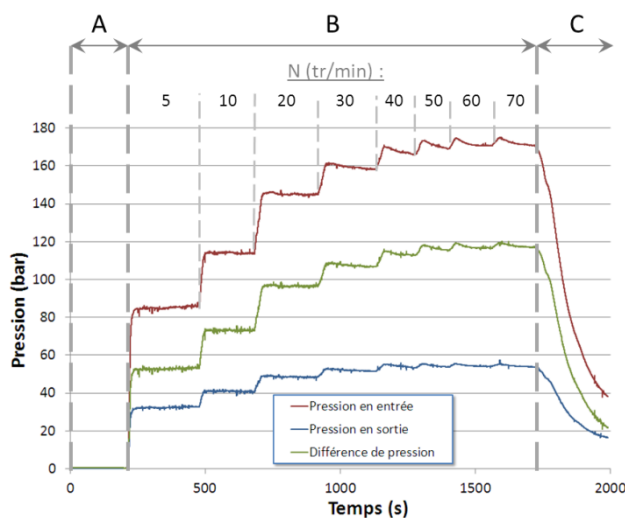


Figure III-3 : Pressions relevées lors d'un essai d'extrusion, (A) phase de mise en chauffe, (B) mise en rotation de la vis d'extrusion puis variation de sa vitesse par palier, (C) arrêt de la rotation de la vis

III.1.2 Description des essais réalisés

La Figure III-4 présente les données qui sont récoltées manuellement (P_{EXT} , T_{EXT}) et les données relevées par la chaîne d'acquisition, enregistrées automatiquement par le logiciel Labview durant toute la durée de l'essai.

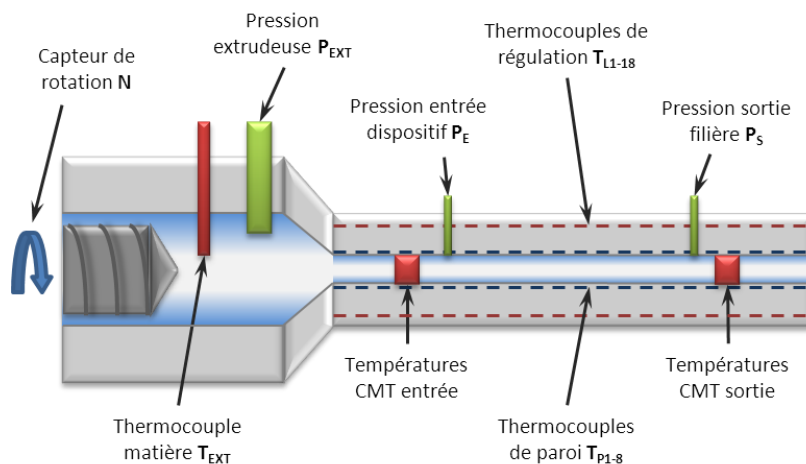


Figure III-4 : Données relevées lors des expérimentations

Pour chaque vitesse de rotation (i.e. chaque débit), les grandeurs physiques mesurées (débit, pressions et températures) sont moyennées sur un intervalle de temps lorsque le régime d'équilibre est atteint. La longueur de cet intervalle est laissée à l'appréciation de l'expérimentateur. Les valeurs de pression P_{EXT} , P_E , P_S , et $\Delta P = P_E - P_S$, le débit Q et la température mesurée par le thermocouple matière de l'extrudeuse T_{EXT} , sont données pour chaque vitesse de rotation dans le tableau II-2.

Vitesse de rotation de vis N (tr/min)	Débit massique Q (kg/h)	Pression en sortie de vis P_{EXT} (MPa)	Pression en entrée du dispositif P_E (MPa)	Pression en sortie du dispositif P_S (MPa)	Ecart de pression entre l'entrée et la sortie ΔP (MPa)	Température en sortie de vis T_{EXT} (°C)
5	3,4	20,3	9	3,3	5,7	97
10	6,5	25,5	11,7	4	7,7	98
20	12,2	30,5	14,6	4,7	9,9	101
30	18,2	33	16	5	11	104
40	24,0	33,2	16,1	4,8	11,3	107
50	29,7	33,7	16,5	4,8	11,7	110
60	35,6	33,7	16,5	4,7	11,8	112
70	41,2	33,7	16,5	4,6	11,9	112

Tableau III-2 : Données expérimentales relevées pour les essais en configuration canal droit ($\varnothing 10$ mm)

Sur la Figure III-5, nous avons représenté l'évolution du débit et de la variation de pression dans la filière.

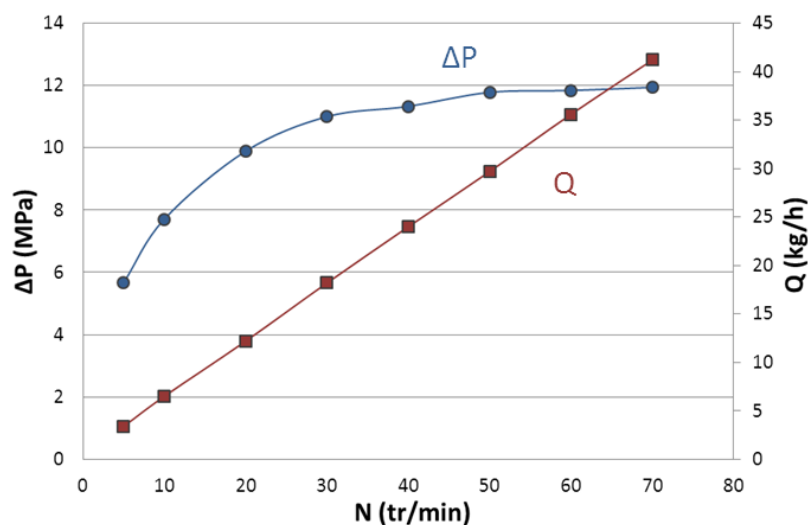


Figure III-5 : Evolution du débit et de la pression dans la filière en fonction de la vitesse de rotation de la vis de l'extrudeuse

On constate tout d'abord que le débit augmente linéairement avec la vitesse de rotation de la vis, linéarité déjà observée par le passé [Kosher, 2003]. D'autre part, on remarque que la variation de pression se stabilise après 50 tr/min. Elle est une fonction non-linéaire du débit qui peut s'écrire :

$$Q = f(N, \Delta P, \eta(T))$$

Au-delà d'une certaine valeur de N , l'augmentation de la pression, associée à l'augmentation de la vitesse de rotation, est limitée par la diminution de la viscosité induite par l'augmentation des vitesses de cisaillement et par l'auto-échauffement du fluide (dissipation visqueuse). Cet équilibre thermo-rhéologique se traduit par une stabilisation de la pression. L'augmentation de T_{EXT} , température donnée par le thermocouple placé dans l'extrudeuse, qui passe de 97°C à 112°C, confirme en partie cette hypothèse.

III.1.3 Exemple de mesures avec le canal droit

Nous présentons ici le traitement de mesures réalisées à une vitesse de rotation de 30 tr/min. Deux configurations expérimentales ont été testées :

- avec la CMT d'entrée afin de déterminer le profil de température en entrée de la filière
- sans CMT d'entrée afin de déterminer le profil de température de l'écoulement en sortie du dispositif (sans la perturbation thermique occasionnée par la CMT d'entrée)

Le tableau III-3 présente les débits et pressions relevés pour les deux configurations.

N (tr/min)	Type d'essai	Q (kg/h)	P_{EXT} (MPa)	P_E (MPa)	P_S (MPa)	ΔP (MPa)
30	(a)	18,17	33	16	5	11
	(b)	18,32	30	15,7	5	10,7

Tableau III-3 : Débits et pressions relevés dans la configuration canal droit (a) avec CMT en entrée, (b) sans CMT en entrée

III.1. Mesures expérimentales et exploitation

Ces deux essais montrent que la présence de la CMT en entrée ajoute environ 3 MPa de pression en tête d'extrudeuse. Le débit, aux erreurs de mesure près, est peu affecté par la présence de la CMT. Le débit dans la zone de pompage peut-être donné analytiquement par la relation suivante [Agassant, 1996]:

$$Q = W \frac{V_{1z}}{2} H_p - \frac{W H_p^3 \Delta p}{12 \eta Z_p} \quad (27)$$

Dans cette équation, le premier terme est le débit de cisaillement et le second terme le débit de contre-pression. Z_p , H_p et W représentent la longueur de la zone de pompage, la hauteur et la largeur du filet de la vis, et V_{1z} est la composante longitudinale (direction de l'écoulement) de la vitesse de la matière autour de la vis, calculée à partir de l'équation 28.

$$V_1 = \Omega \times \frac{D_1}{2} \quad (28)$$

Avec Ω la vitesse de rotation de la vis en rad/s et D_1 le diamètre intérieur du fourreau. Le profil de vitesse dans un filet de la vis est fonction des débits de cisaillement Q_c et de contre-pression Q_p (Figure III-6) [Agassant, 1996] [Denn, 2008].

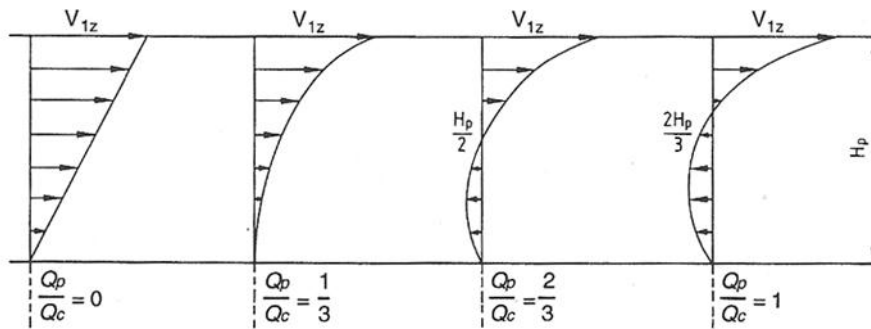


Figure III-6 : Evolution du profil de vitesse longitudinal en fonction des débits de cisaillement Q_c et de contre-pression Q_p [Agassant, 1996]

Le débit est donc la différence d'un débit d'avance proportionnel à la vitesse de rotation et d'un débit de « contre-pression » proportionnel à la pression dans la filière [Chiruvella, 1996]. Pour chaque vitesse de rotation, nous calculons une viscosité moyenne à partir d'un cisaillement moyen sur la hauteur du filet (correction approximative pour tenir compte de la pseudoplasticité du matériau). Les données utilisées pour le calcul sont indiquées dans le tableau III-4.

Z_p (m)	W (mm)	H_p (mm)	D_1 (mm)
0,5	15	8,9	45

Tableau III-4 : Dimensions principales de la vis dans la zone de pompage

Nous comparons les débits calculés avec et sans prise en compte du terme de contre-pression (second terme dans l'équation 27), avec le débit mesuré expérimentalement sur la Figure III-7.

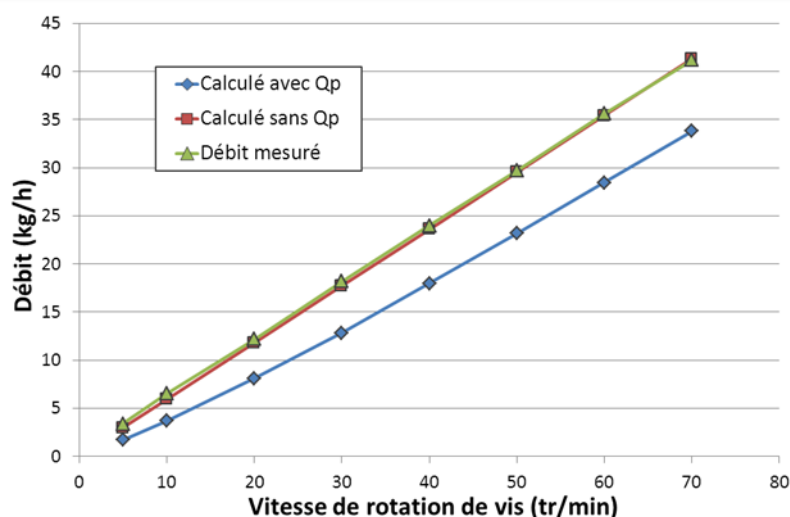


Figure III-7 : Comparaison des débits calculés avec et sans prise en compte du débit de contre-pression Q_p , avec le débit mesuré expérimentalement

Ces résultats confirment la faible influence du débit de contre-pression, par ailleurs difficile à évaluer, dans la vis d'extrusion.

Le tableau III-3 montre également que la variation de pression dans la filière est insensible, aux erreurs de mesure près, à la présence de la CMT. Seuls les effets thermiques liés à la présence de la CMT, notamment la dissipation visqueuse, peuvent induire via la thermo-dépendance de la viscosité une éventuelle variation de ΔP .

La Figure III-8 présente le profil de températures mesuré par la CMT en sortie du canal.

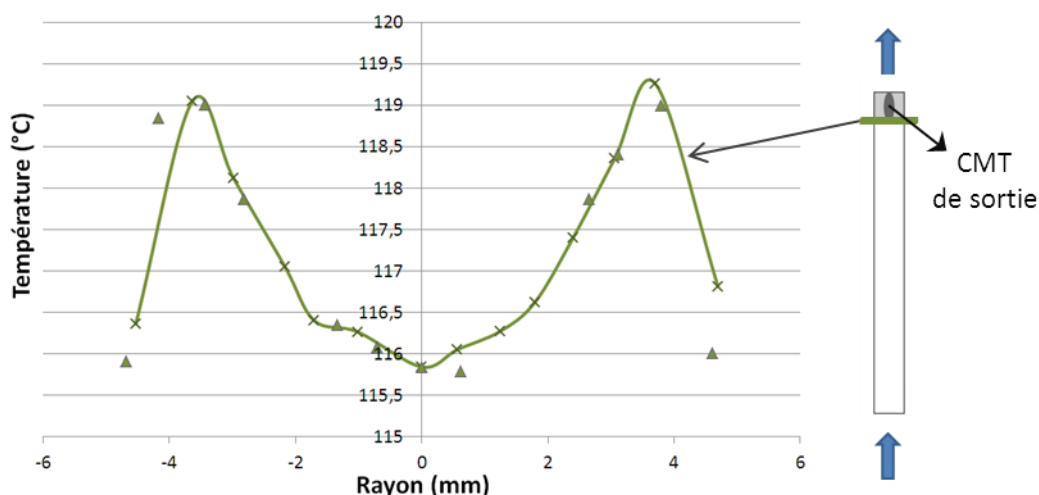


Figure III-8 : Profil de température mesuré par la CMT en sortie du canal à 30 tr/min

Le résultat est remarquable puisqu'il montre :

- que la cellule relève un profil classique dans le cas d'un mélange pseudoplastique [Hassan, 2008], avec un échauffement très net aux parois du canal, environ 3°C par rapport au centre de l'écoulement.
- que le profil horizontal (traits et croix) et le profil vertical (symboles) sont très proches, validant ainsi l'axisymétrie thermique du dispositif.

Dans ces conditions, il convient de savoir si l'échauffement observé est le résultat de la dissipation visqueuse dans le canal ou de phénomènes thermiques plus en amont, dans le système vis-fourreau notamment.

La Figure III-9 peut apporter des éléments de réponse. Elle représente les profils mesurés dans l'essai avec les deux CMT. Le premier (Figure III-9, 1) est le profil de température mesuré par la CMT d'entrée et le second (Figure III-9, 2) le profil mesuré par la CMT de sortie.

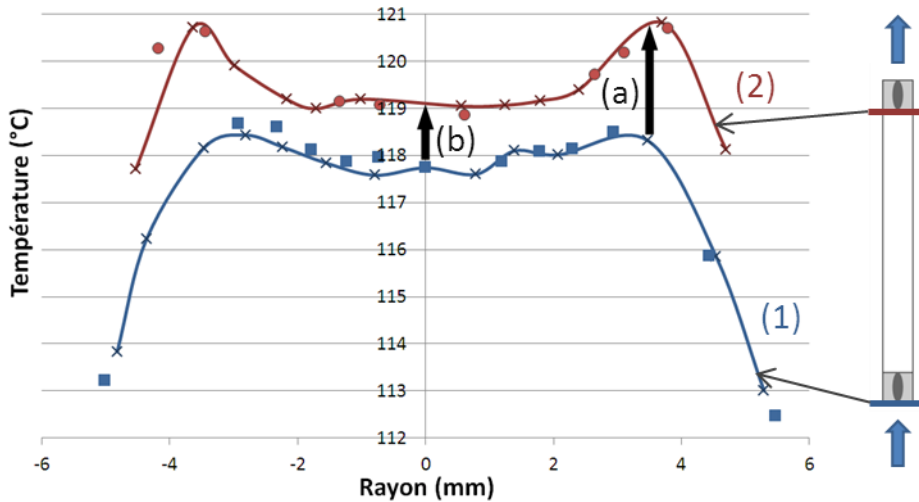


Figure III-9 : Profils de température mesurés en présence des deux CMT dans l'écoulement, en entrée (1) et sortie (2) à 30 tr/min

Les points suivants peuvent être soulignés :

- Une augmentation de la température (Figure III-9, a) à environ 1,5 mm de la paroi du canal ($r = -3,5$ mm et $r = 3,5$ mm), résultant de la dissipation visqueuse intervenant près de la paroi. Ce qui confirme bien la sensibilité du capteur à l'auto-échauffement du fluide dans le canal.
- Une augmentation de la température au centre de l'écoulement de plus de 1°C (Figure III-9, b). Cette augmentation est due à la présence de la CMT en entrée qui ajoute un cisaillement important donc un échauffement supplémentaire au centre de l'écoulement (cf. chapitre II.3.2.2).

Pour conclure la présentation de ces premiers résultats, comparons les deux figures précédentes et notamment le profil mesuré en sortie (sans CMT en entrée) (Figure III-10, 1) et le profil mesuré en entrée (Figure III-10, 2).

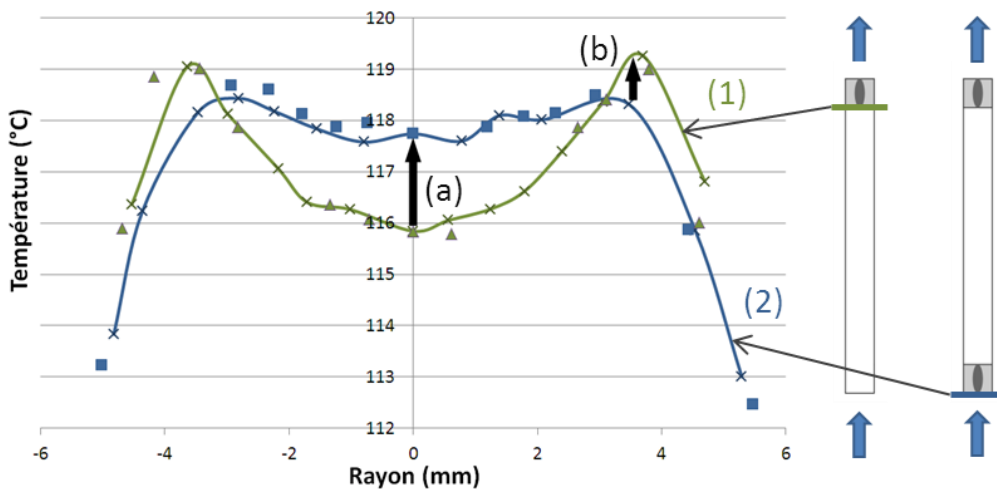


Figure III-10 : Profils mesurés en entrée de l'écoulement (a), et en sortie sans CMT d'entrée (b), à 30 tr/min

Nous pouvons remarquer :

- Une température supérieure sur le profil en entrée de plus de 1,5°C au centre de l'écoulement (Figure III-10, a)
- Une température plus élevée sur le profil de sortie, sans CMT en entrée, au niveau de la paroi (pics de dissipation visqueuse) (Figure III-10, b)
- Des températures moyennes très proches (environ 117°C)

Ces résultats, curieux au premier abord, peuvent en partie s'expliquer. L'effet perturbateur de la cellule sur la mesure de température a été montré dans le chapitre II (cf. Chapitre II.3.2.2) mais il ne peut, à lui seul, expliquer les écarts observés. Par contre la présence de la CMT d'entrée rajoute 3 MPa de pression en tête d'extrudeuse (cf tableau III-3). Le débit étant constant, le travail de la matière autour de la vis augmente et l'échauffement aussi. L'échauffement moyen est maximisé par la formule $\Delta T = \frac{\Delta P}{\rho C_p}$. L'incidence de la présence de la CMT d'entrée se traduit donc par un échauffement moyen en entrée de canal de $\frac{30e5}{1042*1950} = 1,47^\circ\text{C}$, échauffement significatif et perturbant.

Conclusions :

Les cellules de mesure sont performantes pour mesurer des profils de températures dans l'écoulement mais la présence de la cellule d'entrée modifie l'échauffement local dans le canal et l'échauffement moyen par augmentation de la pression en tête. Deux conséquences importantes en découlent pour la suite :

- l'échauffement absolu dans le canal droit (et a fortiori dans les autres géométries testées) ne pourra être déterminé à partir de la comparaison des profils mesurés en entrée et en sortie car la CMT d'entrée modifie trop le comportement thermo-rhéologique de l'écoulement.

- L'utilisation de la CMT d'entrée doit permettre de caractériser le travail thermomécanique dans la vis d'extrusion.

Ce deuxième aspect, sans être le cœur et l'objectif de nos travaux, est mis en évidence et discuté dans le paragraphe qui suit.

III.1.4 Problématique du profil de température d'entrée du canal

Il existe une réelle difficulté pour mesurer le profil de température d'entrée car la présence de la cellule dans l'écoulement perturbe le champ de température. Nous étudions en détail cette information qui est cruciale pour l'étude de l'évolution du champ thermique dans l'écoulement.

III.1.4.1 Profils mesurés en entrée de canal

Les profils relevés par la cellule de mesure placée en entrée du dispositif sont représentés sur la Figure III-11 pour chaque vitesse de rotation de vis testée.

A partir des relevés de la CMT en entrée, plusieurs observations peuvent être faites :

- La CMT relève des variations significatives de température. Sa sensibilité est donc bonne.
- A très faible débit, le mélange est homogène en température, autour de 106°C. Bien que le débit d'écoulement soit très faible, la régulation de l'extrudeuse ne suffit pas à obtenir la température souhaitée de 110°C.

III.1. Mesures expérimentales et exploitation

- A débit moyen, un échauffement apparaît au centre de l'écoulement, ainsi que deux pics de dissipation visqueuse à 1,5 mm de la paroi du canal. La différence de température relevée entre la paroi du canal et le centre de l'écoulement s'élève à environ 5°C.
- A la vitesse maximale, l'écart de température entre la paroi et le centre est équivalent, mais un pic de température important apparaît près de la paroi, amenant un écart de température de 6°C avec le centre de l'écoulement, et de plus de 10°C avec la paroi.

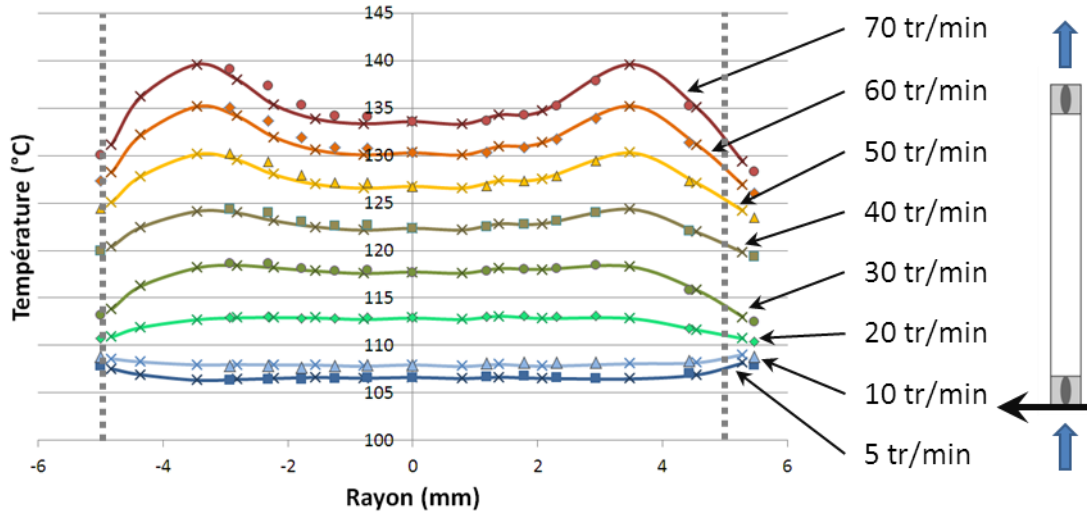


Figure III-11 : Profils de température relevés en entrée de l'écoulement pour l'ensemble des vitesses de rotation comprises entre 5 et 70 tr/min

Les profils de température verticaux se superposent aux profils de température horizontaux. Cette comparaison nous permet de valider l'hypothèse d'axisymétrie largement utilisée lors des modélisations d'écoulement dans des canaux de forme cylindrique [Wielhorski, 2011]. Ces résultats confirment d'autres résultats obtenus par le passé à l'aide des maillages de thermocouples [Brown, 2004] [Sorroche, 2012].

III.1.4.2 Interprétation

Dans ce paragraphe, nous proposons des éléments d'interprétation pour expliquer les profils mesurés. Nous savons qu'ils sont le résultat du travail thermomécanique dans le système vis-fourreau et de l'écoulement dans une géométrie, entre la sortie de la vis et la CMT d'entrée, géométrie que l'on assimilera à un écoulement cylindrique de 24 cm de longueur et de 17,6 mm de rayon moyen.

Le tableau III-5 présente les valeurs du nombre de Cameron de l'écoulement cylindrique pour les différentes vitesses de rotation.

N (tr/min)	5	10	20	30	40	50	60	70
Ca	0,139	0,073	0,039	0,026	0,020	0,016	0,013	0,011

Tableau III-5 : Nombre de Cameron de l'écoulement cylindrique pour les vitesses de rotation testées

L'équilibre thermique n'est pas atteint et la température moyenne $\bar{T}(z)$ peut être estimée analytiquement par l'équation 29 [Agassant, 1996]. Cette relation est obtenue avec les hypothèses d'un fluide pseudoplastique non thermodépendant et une température d'entrée d'écoulement T_0 identique à la température de paroi.

$$\bar{T}(z) = T_0 + \frac{4n + 1}{5n + 1} \Delta T \left(1 - \exp \left[-2 \frac{5n + 1}{n} \times \frac{3n + 1}{4n + 1} \times Ca \frac{z}{L} \right] \right) \quad (29)$$

avec :

$$\Delta T = \frac{K}{\lambda} \left(\frac{n}{3n + 1} \right)^{1-n} \times \frac{\bar{V}^{n+1}}{R^{n-1}} \quad (30)$$

$$Ca = \frac{\lambda}{\rho C \bar{V}} \frac{L}{R^2} \quad (31)$$

Où n est l'indice de pseudoplasticité du mélange, K sa consistance, z la distance parcourue et L la longueur totale. Dans notre cas, les données du problème sont rappelées dans le tableau III-6.

N (tr/min)	K à 110°C	λ (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)	ρ (kg.m ⁻³)	Cp (J.kg ⁻¹ .K ⁻¹)	L (m)	R (mm)
0,514	16813	0,339	1042	1950	0,24	17,6

Tableau III-6 : Données utilisées pour le calcul de la température moyenne en entrée du dispositif

La Figure III-12 représente l'échauffement moyen calculé entre la sortie de vis et la CMT d'entrée en fonction de la vitesse de rotation de la vis. On remarque que dans tous les cas l'échauffement reste faible (0,4°C au maximum) et ne peut donc pas expliquer les échauffements importants mesurés par la CMT.

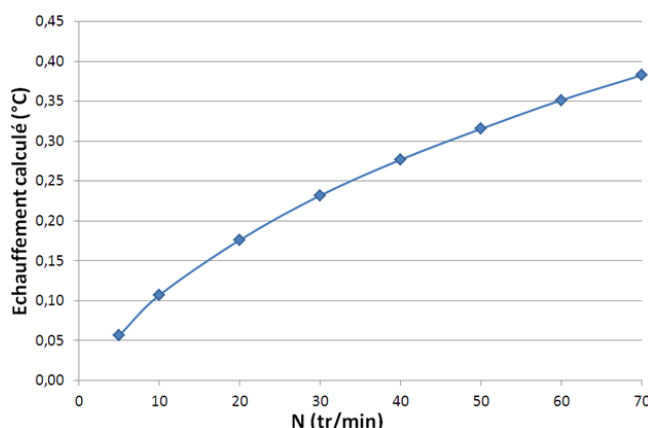


Figure III-12 : Echauffement calculé en entrée du dispositif

Le profil de température (amplitude et répartition de l'échauffement) en entrée de filière est donc piloté par le travail dans le système vis-fourreau. En effet, la thermique de l'écoulement en sortie de machine est régie par quatre phénomènes principaux représentés très schématiquement sur la Figure III-13 :

- Les flux de chaleur échangés par conduction depuis les différentes parties de l'extrudeuse régularisées en température (Corps 1, Corps 2, Tête et Vis) (Figure III-13, 1)
- A débit suffisamment élevé, les flux de chaleur par conduction depuis l'écoulement, de température plus élevée vers le fourreau de l'extrudeuse (Figure III-13, 2)
- La dissipation visqueuse au centre de l'écoulement, découlant du travail de la vis d'extrusion sur la matière (Figure III-13, 3)
- La dissipation visqueuse intervenant près des parois (Figure III-13, 4)

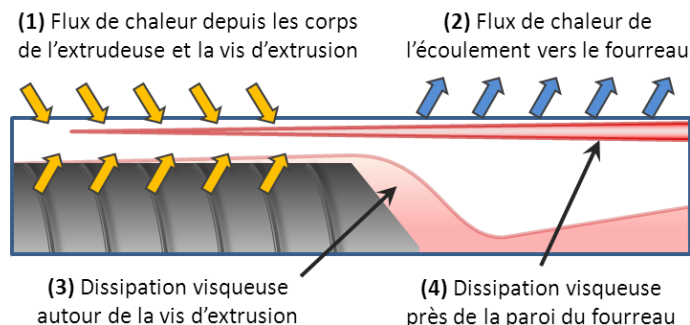


Figure III-13 : Représentation schématique des phénomènes thermiques intervenant dans le fourreau de l'extrudeuse.

Ces phénomènes sont complexes et dépendent de nombreux paramètres, notamment des caractéristiques de la vis et du fourreau (Figure III-14).



Figure III-14 : Vis de l'extrudeuse COLMEC, de type double flighted-barrier

Dans un premier temps, nous comparons les températures moyennes calculées à partir des relevés de la CMT en entrée de la filière et la température mesurée avec le thermocouple matière de l'extrudeuse, situé en sortie de vis (Figure III-15).

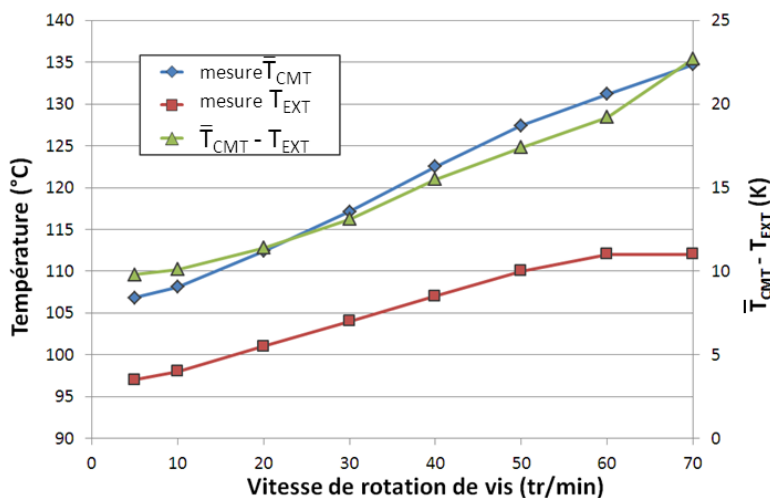


Figure III-15 : Evolutions de la température moyenne relevée par la CMT en entrée de la filière (\bar{T}_{CMT}) et de la température relevée par le thermocouple matière (T_{EXT})

A 5 tr/min, la température relevée par le thermocouple matière de l'extrudeuse est de 97°C, soit 10°C de moins que la température moyenne donnée par la cellule de mesure en entrée. Ces écarts s'accroissent avec l'augmentation de la vitesse de rotation de la vis : à 30 tr/min, cet écart passe à 14°C, puis 20°C à la vitesse de rotation maximale. Le thermocouple matière de l'extrudeuse ne donne qu'une information localisée de la température de la matière, erronée, et vraisemblablement plus proche de la température de l'outillage que de celle de l'écoulement [Johnston, 2007].

L'étude de la mise en température et en pression du matériau dans l'extrudeuse ne fait pas l'objet de la thèse mais il est possible de comparer les températures moyennes déduites des mesures faites avec la CMT avec celles données par le thermocouple matière de l'extrudeuse et un calcul

analytique simplifié (fluide équivalent newtonien). Agassant et al. [Agassant, 1996] proposent un bilan thermique dans la zone de pompage de l'extrudeuse qui permet d'approcher l'évolution de la température moyenne de l'écoulement dans cette zone.

Dans le cas où le fourreau et la vis sont supposés isothermes, la température moyenne en sortie de vis est donnée par l'équation 32 :

$$\bar{T} = T_0 + \eta \frac{V_1^2}{\lambda} \left(\frac{1}{2Nu} + \frac{1}{Br} \right) (1 - \exp[-2Nu \times Ca]) \quad (32)$$

Dans le cas où le fourreau est supposé isotherme et la vis adiabatique, la température moyenne de sortie est donnée par l'équation 33 :

$$\bar{T} = T_0 + \eta \frac{V_1^2}{\lambda} \left(\frac{1}{Nu} + \frac{1}{Br} \right) (1 - \exp[-Nu \times Ca]) \quad (33)$$

Avec :

$$Ca = a \frac{Z_p W}{Q_v H_p} \text{ et } Br = \frac{\eta V_1^2}{\lambda (T_p - T_0)} \quad (34)$$

Z_p , H_p et W représentent la longueur de la zone de pompage, la hauteur et la largeur du filet de la vis et Q_v le débit volumique. V_1 représente la vitesse linéaire liée à la vitesse de rotation de la vis et est calculée à partir de l'équation 28.

Cependant, le manque de connaissance sur les écoulements de matière autour de la vis double-filet utilisée lors des expérimentations ne nous permet pas d'appliquer ces équations analytiques avec fiabilité.

III.1.4.3 Influence des éléments homogénéisateurs : grille et croisillon

L'extrudeuse est équipée d'éléments homogénéisateurs situés en sortie de la vis dans la tête d'extrudeuse, et susceptibles de modifier le champ de température : un croisillon et une grille (cf. Chapitre II.4.2), dont le positionnement est présenté sur la Figure III-16.

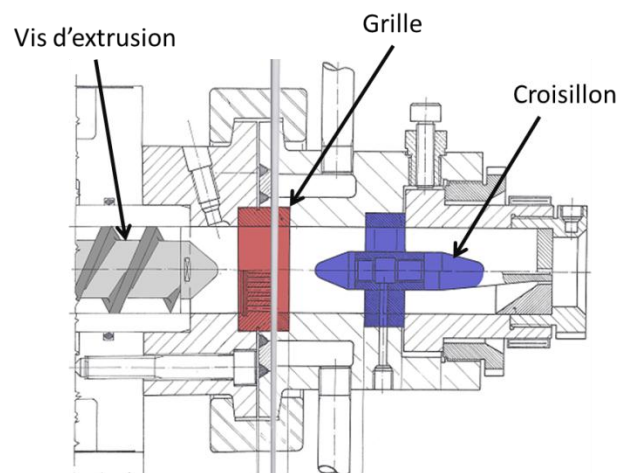


Figure III-16 : Localisation des éléments homogénéisateurs « grille » et « croisillon »

III.1. Mesures expérimentales et exploitation

Afin d'étudier l'influence de la présence de ces deux éléments sur la thermique de la matière, nous avons relevé les profils de température mesurés par la CMT en entrée du dispositif en fonction de la vitesse de rotation et selon trois configurations :

- utilisation du croisillon
- utilisation de la grille
- écoulement libre (absence de croisillon et de grille)

La Figure III-17 présente les pressions relevées par le capteur de l'extrudeuse pour les trois configurations testées.

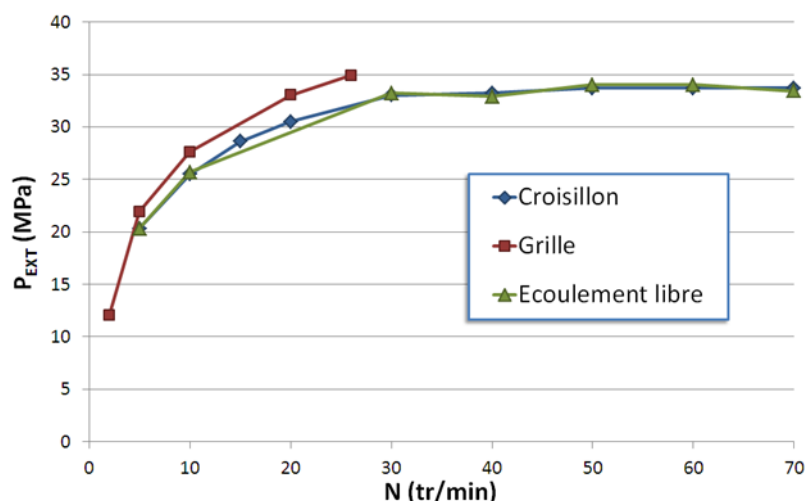


Figure III-17 : Pressions relevées par le capteur de l'extrudeuse pour les configurations « croisillon », « grille » et « écoulement libre ».

L'intrusion de ces éléments dans l'écoulement est à l'origine d'une réduction de la section de passage. Dans le cas de l'utilisation de la grille, cette réduction est très importante et la pression maximale de sécurité de l'extrudeuse (35 MPa) est rapidement atteinte (dès que N devient supérieure à 25 tr/min). En revanche, le croisillon n'entraîne aucune influence notable sur la pression relevée par le capteur de l'extrudeuse par comparaison avec l'écoulement libre. Pour les débits élevés, le cisaillement autour de la vis est suffisamment important pour diminuer la viscosité du mélange, et augmenter de manière importante les températures de la matière, et la pression se stabilise autour de 33 MPa.

La Figure III-18 présente les profils de température relevés par la cellule de mesure en entrée du dispositif pour deux vitesses de rotation : 5 tr/min et 10 tr/min.

La présence du croisillon ou de la grille est à l'origine d'une amélioration de l'homogénéité thermique de l'écoulement, accentuée avec l'augmentation de la vitesse de rotation de la vis. Par comparaison avec l'écoulement libre :

- A 5 tr/min, la température au centre de l'écoulement est de 1°C plus élevée dans le cas de la grille, et de 3°C dans le cas du croisillon
- A 10 tr/min cette différence s'accroît, à près de 2,5°C dans le cas de la grille et près de 4°C dans le cas du croisillon

L'importance de l'augmentation de la surface d'échange avec la matière est mise en évidence dans ces résultats. La grille est placée entre deux zones de régulation (T_{REG_E1} et T_{REG_E2}), respectivement régulées à 100°C et 110°C. Elle homogénéise la matière autour de 105°C au centre de l'écoulement à 5 tr/min, et autour de 107°C à 10 tr/min.

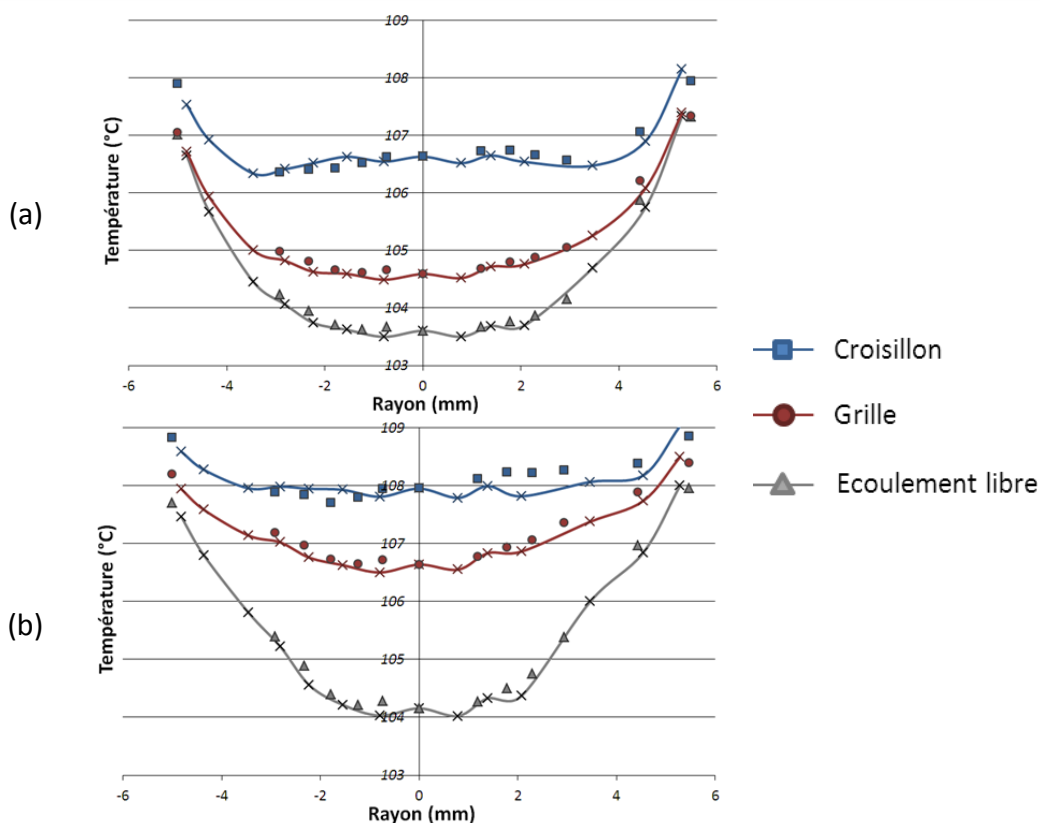


Figure III-18 : Profils de température relevés par la CMT d'entrée, pour les trois configurations: croisillon, grille, écoulement libre, (a) $N = 5$ tr/min, (b) $N = 10$ tr/min

Dans le cas du croisillon, monté dans la tête de vis régulée à 110°C , la température au centre de l'écoulement atteint quelques degrés de plus, mais pas la température de régulation du corps. L'effet d'ailette est plus important dans le cas de la grille, car la surface de contact entre celle-ci et la matière en écoulement est plus importante.

La Figure III-19 présente les profils de température relevés par la CMT d'entrée avec et sans croisillon pour des vitesses de rotation de vis de 5, 30 et 70 tr/min.

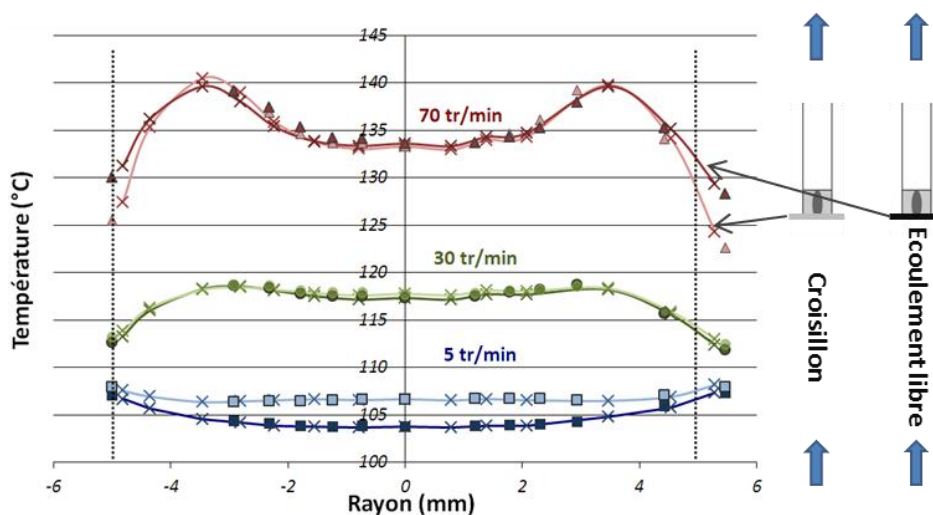


Figure III-19 : Comparaison des profils de température relevés dans la cellule de mesure d'entrée, avec le croisillon (couleurs claires) et sans le croisillon (couleurs foncées)

L'introduction du croisillon en sortie de vis apporte un effet d'homogénéisation de la matière :

- important à bas débit, la température au centre de l'écoulement augmente de plus de 2°C pour $N = 5$ tr/min
- léger à débit moyen, avec l'augmentation du débit d'extrusion, le phénomène de conduction devient négligeable devant le terme de dissipation visqueuse, la différence de température même au centre de l'écoulement reste inférieure à 1°C
- à 70 tr/min, l'introduction du croisillon n'a plus aucune influence sur la température moyenne relevée dans l'écoulement et sur la température au centre du canal

Ce résultat est intéressant, puisqu'il montre que l'augmentation de la température au centre, à haut débit, dépend principalement du travail de la vis, et n'est pas impactée par les échauffements autour du croisillon. Ce constat confirme l'importance du travail de la matière autour de la vis sur la thermique au centre de l'écoulement.

Conclusion :

Enfinement les tests expérimentaux ont montré que le croisillon apportait une meilleure homogénéisation des températures à bas et moyen débits, et n'entraînait pas de surpression notable. C'est pourquoi pour la suite des expérimentations, nous placerons toujours le croisillon en sortie de vis.

III.1.5 Analyse du profil de température en sortie d'écoulement

III.1.5.1 Profils mesurés en sortie du canal

La Figure III-20 présente les profils de température relevés par la CMT placée en sortie du dispositif, pour l'ensemble des vitesses de rotation testées.

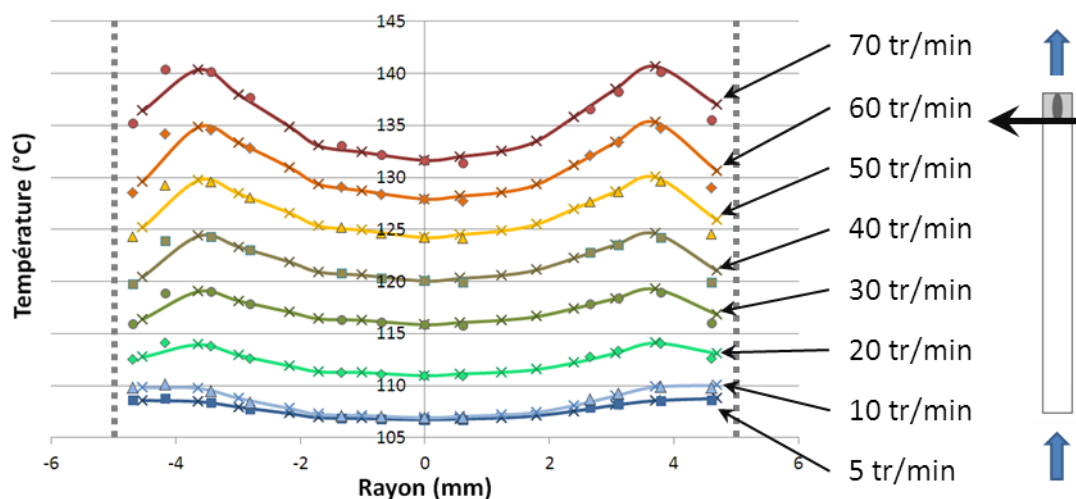


Figure III-20 : Profils de température relevés par la CMT de sortie pour l'ensemble des vitesses de rotation de vis testées

Quelle que soit la vitesse de rotation de la vis, les profils de température sont axisymétriques.

A 5 et 10 tr/min, le profil de température est piloté par la conduction. On remarque cependant que l'homogénéisation n'est pas encore parfaite et qu'il existe un écart de température entre la paroi et l'écoulement de près de 2°C à 5 tr/min et de près de 3°C à 10 tr/min.

A partir de 20 tr/min, un pic de dissipation visqueuse apparaît à environ 1,5 mm de la paroi du canal. L'écart de température avec le centre de l'écoulement qui en résulte est de 3°C à 20 tr/min et atteint 8,8°C à 70 tr/min.

Ces profils de températures mesurés par la CMT de sortie sont le résultat :

- De la dissipation visqueuse intervenant dans le fourreau et dépendant de la vitesse de rotation comme nous l'avons vu précédemment
- Des effets thermiques intervenant dans la section canal droit

Une étude plus poussée de ces profils et de la dissipation visqueuse dans le canal sera présentée au paragraphe III.2.6.

Conclusion

Les mesures expérimentales des CMT ont permis de mieux appréhender le comportement thermique de l'écoulement, ainsi que l'influence du travail de la matière autour de la vis. La détermination expérimentale de l'évolution de la température entre les deux CMT reste cependant difficile en raison de l'influence de la CMT d'entrée dans l'écoulement, en amont et en aval. L'utilisation de l'outil numérique peut, en s'appuyant sur les mesures expérimentales, permettre une meilleure compréhension des phénomènes thermiques intervenant dans l'écoulement. Dans la suite de ce chapitre, nous cherchons à comparer les résultats expérimentaux avec ceux obtenus par simulation.

III.2 Modélisation du canal droit et comparaison

III.2.1 Logiciel de simulation ANSYS POLYFLOW

La résolution du modèle numérique est réalisée avec le logiciel ANSYS POLYFLOW®. Logiciel de mécanique des fluides numériques (CFD) utilisant la méthode des éléments finis et spécialisé dans l'étude d'écoulements de fluides visqueux complexes, il est notamment utilisé dans l'industrie des polymères [Crochet, 1992], du verre [Vanandruel, 1996], des métaux [Sun, 2012], du ciment, de l'agroalimentaire [Norton, 2006], etc. Il permet l'étude de nombreux procédés de mise en forme, d'un point de vue rhéologique, thermique et chimique, telles que :

- L'écoulement et la mise en forme des fluides newtoniens et non-newtoniens
- Les procédés d'extrusion, du thermoformage, du soufflage et de l'étirage
- La cristallisation des polymères
- Le transfert dans les parois poreuses
- Le mélangeage de la matière
- Les fours de fusion de verre
- Le dimensionnement de filières d'extrusion

Dans un premier temps, nous avons validé le logiciel POLYFLOW en effectuant des comparaisons avec des solutions analytiques. Deux études sont présentées : un écoulement à l'équilibre et un écoulement de type adiabatique. L'étude est menée sur un fluide pseudoplastique, décrit par une loi rhéologique de type puissance, dont les caractéristiques rhéologiques et thermophysiques sont décrites dans le tableau III-7.

III.2. Modélisation du canal droit et comparaison

K (Pa.s ⁿ)	n	λ (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)	ρ (kg.m ⁻³)	Cp (J.kg ⁻¹ .K ⁻¹)
20000	0,3	0,3	1000	2000

Tableau III-7 : Données utilisées pour le calcul

Le régime de l'écoulement est déterminé à partir du nombre de Cameron, calculé à partir d'un modèle d'écoulement axisymétrique de rayon R = 5 mm et de longueur L = 0,5 m, avec une température d'entrée constante T₀. La Figure III-21 présente l'évolution du nombre de Cameron en fonction de la pression imposée en entrée du canal.

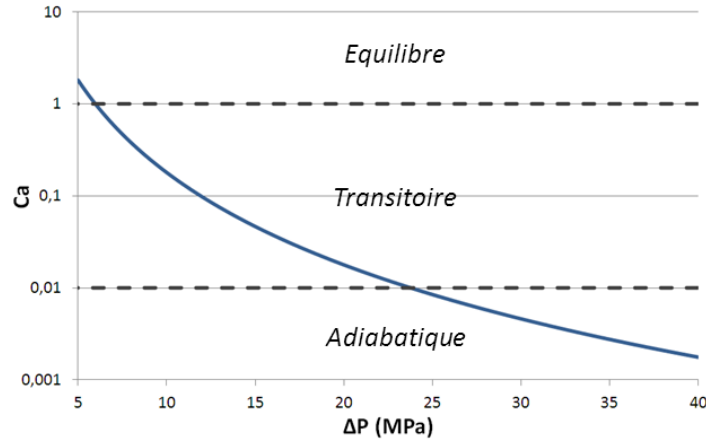


Figure III-21 : Evolution du nombre Cameron en fonction de la pression en entrée de l'écoulement

Nous choisissons de comparer le calcul numérique effectué avec POLYFLOW aux solutions analytiques pour les régimes d'équilibre et adiabatique. Dans le premier cas, nous prenons comme condition d'entrée une pression de 5 MPa. La solution analytique pour la détermination du profil de température à l'équilibre est donnée par l'équation 35.

$$T(r) = T_p + \frac{K}{\lambda} \left(\frac{n}{3n+1} \right)^{1-n} \frac{\bar{V}^{n+1}}{R^{(n+1/n)^2}} \left(R^{3n+1/n} - r^{3n+1/n} \right) \quad (35)$$

Avec T_p la température de la paroi du canal, égale à la température d'entrée du fluide. En dessous d'une valeur du nombre de Cameron de 0,01, le régime thermique est dit adiabatique. Pour la simulation numérique nous prenons une valeur de pression de 25 MPa et appliquons une condition de flux nul en paroi. La température de mélange de l'écoulement est déterminée à partir de l'équation 36.

$$T(z) = \frac{\Delta P}{\rho \cdot Cp L} z + T_0 \quad (36)$$

Dans tous les cas le profil de vitesse est donné par l'équation 37.

$$V(r) = \frac{3n+1}{n+1} \bar{V} \left[1 - \left(\frac{r}{R} \right)^{1+n/n} \right] \quad (37)$$

La Figure III-22 présente la comparaison des profils de vitesse et de température pour les régimes d'équilibre et adiabatique.

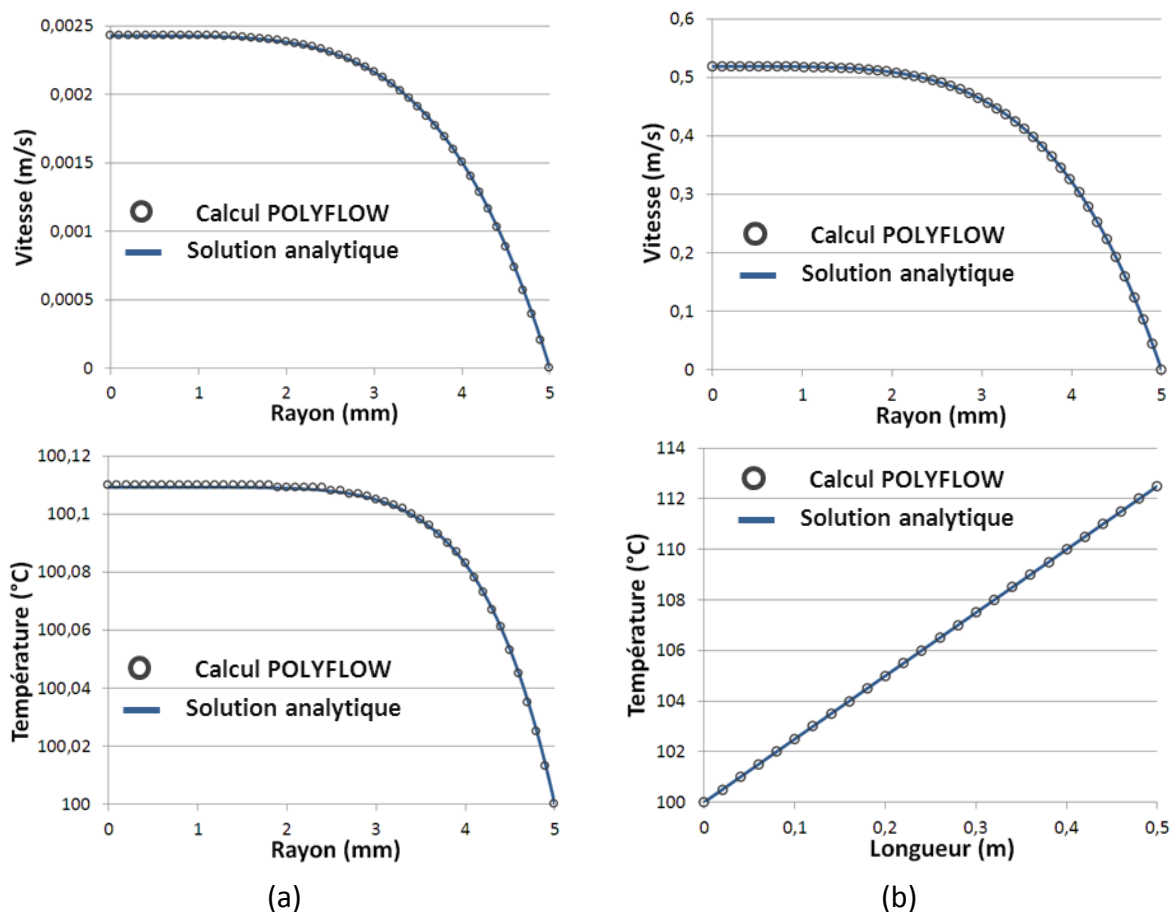


Figure III-22 : Comparaison des résultats obtenus avec le logiciel POLYFLOW, et les solutions analytiques, (a) écoulement en régime d'équilibre, (b) écoulement en régime adiabatique

Les profils de vitesse et de température obtenus sont identiques aux valeurs données par les solutions analytiques, à la qualité numérique près : le profil de température en régime d'équilibre calculé avec POLYFLOW a été restreint à trois chiffres significatifs sur les résultats. Mis à part ce détail, les solutions données par le logiciel sont pleinement validées.

III.2.2 Modélisation du canal droit

La géométrie du modèle numérique est délimitée selon le dispositif expérimental :

- La longueur de l'écoulement considéré est celle séparant les deux CMT (au niveau des soudures de thermocouples), soit $L = 0,205$ m
- La hauteur de 0,0205 m correspond à l'écart entre le centre de l'écoulement et la position des thermocouples de régulation

La Figure III-23 présente la relation entre le dispositif et le modèle numérique.

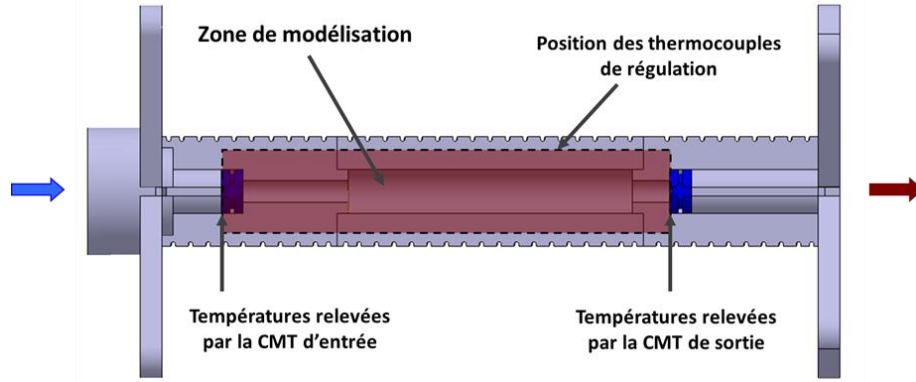


Figure III-23 : Zone d'étude du modèle numérique pour la validation des essais expérimentaux

La Figure III-24 présente le modèle numérique axisymétrique ainsi que les notations des conditions aux limites.

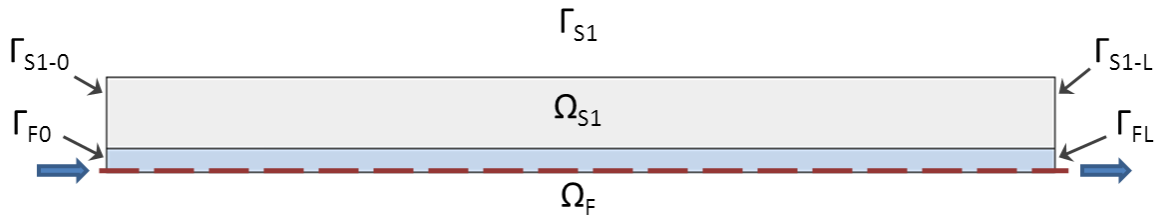


Figure III-24 : Géométrie et notations du modèle numérique

L'écoulement, considéré comme incompressible, non-isotherme et laminaire est régi par les équations de continuité, de Stokes et de la chaleur (cf. Chapitre II.3.2.1). Les conditions aux limites sont déterminées à partir des mesures expérimentales et sont définies comme suit :

$$\Gamma_{F0} : \frac{1}{S} \iint V dS = Q ; \frac{\partial \vec{V}}{\partial \vec{n}} = 0 ; T = T_0(r) \quad (38)$$

$$\Gamma_{FL} : p = 0 ; \frac{\partial \vec{V}}{\partial \vec{n}} = 0 \quad (39)$$

$$\Gamma_{S1-0,L} : \frac{\partial T}{\partial n} = 0 \quad (40)$$

$$\Gamma_{S1} : T = T_{REG}(r) \quad (41)$$

$$\Gamma_{F \rightarrow S1} : \vec{V} = \vec{0} ; \quad (42)$$

Avec $T_0(r)$ le profil de température en entrée de l'écoulement que nous considérons **dans un premier temps** égal à celui mesuré par la CMT, $T_{REG}(r)$ le profil de température de régulation déterminé à partir des thermocouples situés sur la paroi extérieure de la filière. Le débit est préféré aux pressions car les capteurs sont compris dans la longueur d'écoulement considéré. La comparaison entre les pressions relevées dans le modèle numérique, pour la longueur séparant les deux capteurs, soit 0,183 m, avec les pressions relevées expérimentalement permettra la validation dynamique.

Nous appliquons un maillage à pas géométrique, avec un facteur d'augmentation de l'épaisseur des couches de 1,05 appliqué à la paroi de l'écoulement avec une première épaisseur de 10 μm . La longueur des éléments dans le sens de l'écoulement est fixée à 1 mm. Le détail du maillage est présenté sur la Figure III-25.



Figure III-25 : Détail du maillage du modèle « Canal droit » sur une partie de l'écoulement (Ω_F)

Le modèle est composé de 67757 éléments de maillage et un temps d'environ 450 s est nécessaire pour une résolution.

III.2.3 Conditions limites

La procédure retenue pour exprimer les conditions aux limites dans le modèle à partir des relevés expérimentaux est décrite ci-après et illustrée à titre d'exemple pour la vitesse de rotation de vis $N = 70 \text{ tr/min}$. Le débit massique est déterminé à partir de la balance située en sortie de filière (cf. Chapitre II.4.1.3.5). Le profil de température de régulation de la filière est représenté par un polynôme de degré 3. La détermination du profil d'entrée $T_o(r)$ est effectuée à partir d'un polynôme de degré 6 (pour $N = 70 \text{ tr/min}$, $R^2 = 0,9581$) et calculé à partir de l'ensemble des points de mesure (profils horizontal et vertical) de la CMT d'entrée (Figure III-26).

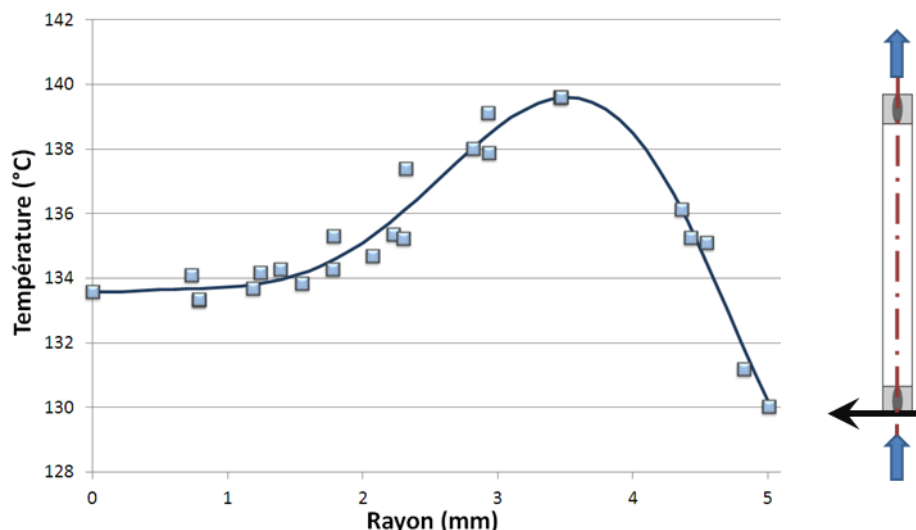


Figure III-26 : Modèle pour le profil de température en entrée, $N = 70 \text{ tr/min}$

Les caractéristiques thermophysiques du mélange sont calculées à partir des mesures présentées dans le chapitre 2 (cf. Chapitre II.2.2), et de la moyenne entre la température minimale

III.2. Modélisation du canal droit et comparaison

en entrée et la température maximale en sortie. Les conditions limites utilisées pour la validation numérique de l'essai à 70 tr/min, ainsi que les caractéristiques thermophysiques des matériaux sont récapitulées dans le tableau III-8.

Domaines solides	Ω_{S1}	Ω_{S2}	Ω_{S3}	Ω_{S4}
Description	Acier inox	Céramique	Résine	Thermocouples
λ (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)	49	2,3	0,2	20
Écoulement : caractéristiques thermophysiques et débit à 70 tr/min				
ρ (kg.m ⁻³)	1029	λ (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)		0,339
C_p (J.kg ⁻¹ .K ⁻¹)	2014	Q (kg.h ⁻¹)		41,2

Tableau III-8 : Récapitulatif des caractéristiques thermophysiques utilisées pour la validation de l'essai à 70 tr/min

III.2.4 Comparaison mesures / simulations numériques

III.2.4.1 Comparaison brute

Dans le chapitre 2, l'étude de sensibilité a montré que le profil de température mesuré est perturbé par la présence de la CMT (cf. Chapitre II.3.2.3). Dans un premier temps nous effectuons la comparaison des calculs et des mesures en appliquant le profil mesuré en entrée du modèle numérique sans aucune correction. Nous comparons les résultats numériques en sortie de l'écoulement avec la mesure au même endroit (Figure III-27).

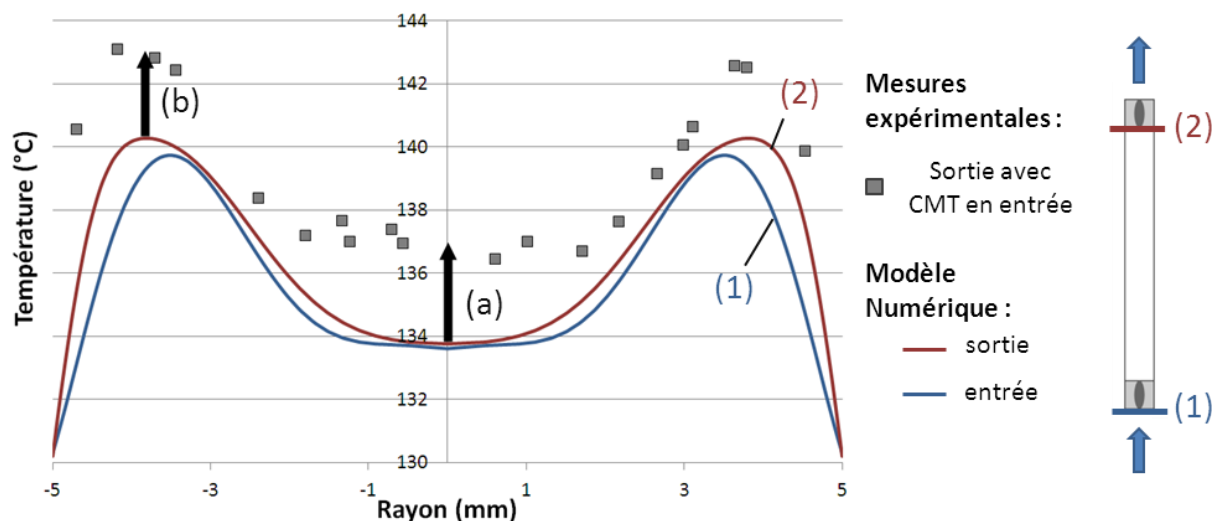


Figure III-27 : Résultats de validation avec profil expérimental appliqué en entrée du modèle numérique, N = 70 tr/min

Il apparaît entre le modèle numérique et les résultats expérimentaux:

- Un écart de température important au centre de l'écoulement de l'ordre de 3°C. Cet écart découle du cisaillement autour de la CMT d'entrée, non prise en compte dans le modèle numérique (Figure III-27, a)

- Un écart de température de 3°C au niveau des pics de dissipation visqueuse (Figure III-27, b)

Ce second écart ne peut être attribué à la seule influence de la CMT d'entrée, mais il est plus certainement lié à une imprécision au niveau de la rhéologie du matériau. En effet, il est assez étonnant de constater que la dissipation visqueuse n'a qu'une influence très limitée dans le modèle : l'augmentation de température atteint seulement 0,5°C entre l'entrée et la sortie. La validation dynamique permet de déterminer si le comportement rhéologique est bien représenté dans le modèle numérique, en comparant les pressions mesurées expérimentalement et celles calculées par le modèle numérique, à deux vitesses de rotation, 30 et 70 tr/min (Tableau III-9).

Vitesse de rotation de vis N (tr/min)	Ecart de pression expérimental $\Delta P_{\text{expé}}$ (MPa)	Ecart de pression numérique ΔP_{num} (MPa)	Erreur ϵ (%)
30	10,6	6,2	45,4
70	11,4	6,7	45,5

Tableau III-9 : Pressions relevées expérimentalement et pressions calculées numériquement avec rhéologie déterminée par rhéométrie capillaire

Les pressions calculées sont d'environ 45% inférieures aux pressions mesurées. Nous attribuons cette différence aux paramètres de la loi de viscosité du mélange EPDM. En effet, lors des expérimentations en rhéométrie capillaire, la température du mélange est supposée constante. Cette hypothèse est vraisemblablement erronée, car :

- Les échauffements par dissipation visqueuse deviennent non-négligeables lors d'écoulements à travers des filières de diamètres très faibles [Kang, 2002]
- Même si la température de régulation est assurée par un refroidissement, nous savons qu'il existe un gradient de température entre la paroi extérieure du dispositif et la paroi du canal, notamment en raison de l'énergie dissipée dans l'écoulement

S'affranchir de la dissipation visqueuse lors de la rhéométrie capillaire nécessite un traitement conséquent des résultats de mesure [Laun, 2003]. Cependant, la filière instrumentée développée dans notre travail est un outil rhéométrique puisqu'elle permet la mesure de pressions dans une section d'écoulement cylindrique de dimensions connues, la mesure de débit, et le contrôle précis de la température dans l'écoulement. Cet outil permet également de s'affranchir de la correction de Bagley à l'aide de ses deux capteurs de pression. Nous allons donc déterminer une loi rhéologique à partir des expérimentations réalisées avec la filière instrumentée.

III.2.4.2 Problématique du bilan mécanique : correction rhéologique

Nous choisissons de travailler sur un modèle de type loi puissance. D'une part ce modèle est le plus simple, d'autre part dans la gamme de vitesses de cisaillement rencontrée durant les expérimentations, la pseudoplasticité du mélange varie peu. La consistance et la thermodépendance de notre matériau ont été calculées à partir des mesures effectuées avec une température de régulation de 110°C, et d'autres mesures non présentées, effectuées à 100 et 140°C.

Les paramètres de la loi rhéologique (cf. équation 3) et de la thermodépendance associée (cf. équation 6) déterminés à partir de la filière sont présentés dans le tableau III-10.

III.2. Modélisation du canal droit et comparaison

K_0 (Pa.s ⁿ)	C (°C ⁻¹)	n	η_0 (110°C) (Pa.s ⁿ)
129210	0,0185	0,515	16813

Tableau III-10 : Paramètres de la loi puissance avec thermodépendance identifiée à partir des mesures avec la filière instrumentée

La Figure III-28 confronte le modèle rhéologique proposé, avec les mesures expérimentales obtenues pour des températures de régulation de 100°C, 110°C et 120°C.

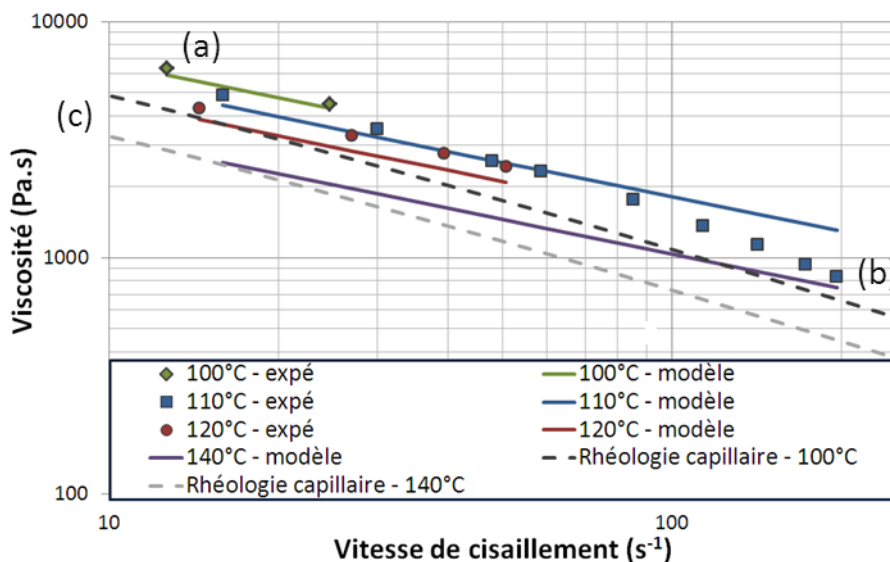


Figure III-28 : Comparaison du modèle rhéométrique avec les mesures expérimentales

Le modèle représente bien les mesures à faibles vitesses de cisaillement, où la température de la matière est homogène et proche de la température de régulation (Figure III-28, a). L'augmentation de la vitesse de cisaillement s'accompagne durant les essais d'une hausse de la température moyenne de l'écoulement. Aux vitesses de cisaillement maximales, la température moyenne de l'écoulement est de 137,5°C, les mesures sont alors très proches du modèle à 140°C (Figure III-28, b).

La loi rhéologique déduite des mesures au rhéomètre capillaire est aussi représentée sur la Figure III-28 sous la forme de traits discontinus. Celle-ci sous-estime clairement la viscosité. A 100°C l'ancien modèle est plus bas en viscosité que les mesures réalisées avec une température de régulation de 120°C. La thermodépendance qui y est associée semble faible (Figure III-28, c).

Après simulation numérique, nous relevons les pressions calculées par le modèle et les comparons aux mesures dans le tableau III-11, pour deux vitesses de rotation, 30 et 70 tr/min.

N (tr/min)	$\Delta P_{\text{expé}}$ (MPa)	ΔP_{num} (MPa)	ϵ (%)
30	10,6	9	15,8
70	11,4	8,9	24,5

Tableau III-11 : Pressions relevées et calculées numériquement avec rhéologie filière

La loi rhéologique thermodépendante apporte une nette amélioration par rapport à la loi déterminée par rhéométrie capillaire. Il subsiste néanmoins encore une différence, qui peut être expliquée par les éléments suivants :

- L'incertitude des capteurs de pressions a été évaluée à 14% (cf. Chapitre II.4.1.3.4)
- La qualité de l'identification des paramètres de la loi puissance
- L'approximation du profil de température en entrée $T_0(r)$

La Figure III-29 présente les résultats de validation numérique calculés avec la nouvelle rhéologie thermodépendante.

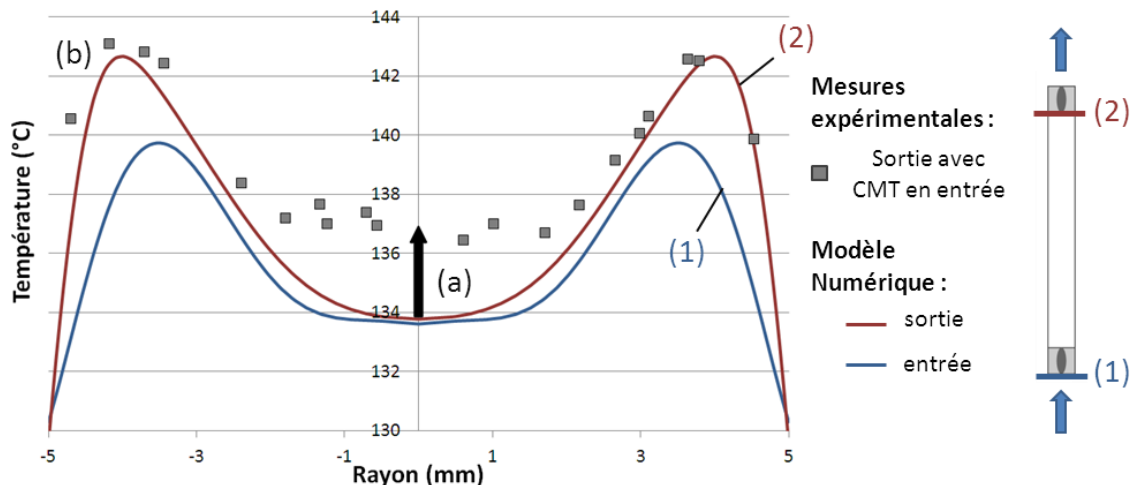


Figure III-29 : validation avec le profil d'entrée expérimental appliqué en entrée du modèle et la rhéologie thermodépendante identifiée à partir des mesures avec la filière instrumentée, $N = 70 \text{ tr/min}$

La correction de la rhéologie a une influence positive sur les pics de dissipation visqueuse près de la paroi : le niveau de température est très proche de celui relevé expérimentalement avec CMT en entrée de l'écoulement (Figure III-29, b).

Un écart de température très important subsiste au centre de l'écoulement (Figure III-29, a). Cet écart est attribué à l'erreur sur le profil de température d'entrée. Il s'explique par la perturbation liée à la présence de la CMT d'entrée. Pour s'en affranchir, nous utilisons la méthode suivante (Figure III-30):

- 1) Mesure du profil $T_0(r)$ avec la CMT d'entrée
- 2) Corrections $\delta T_0(r)$ de $T_0(r)$ pour se rapprocher du profil d'entrée réel $\widetilde{T}_0(r)$ sans CMT d'entrée
- 3) Simulation numérique avec $\widetilde{T}_0(r)$ et comparaison des profils de sortie mesurés et calculés $T_L^{calc}(r) - T_L^{mes}(r)$

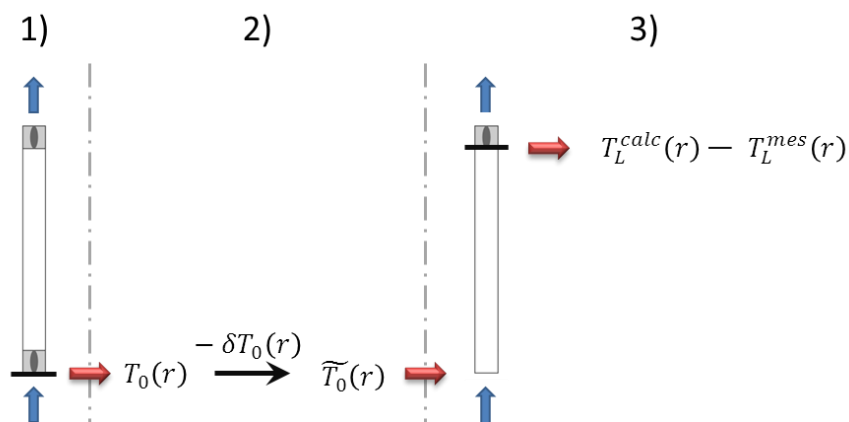


Figure III-30 : Schéma du principe de la correction appliquée au profil d'entrée mesuré

III.2.4.3 Correction du profil d'entrée $\delta T_0(r)$ et détermination de $\tilde{T}_0(r)$

Le profil de température d'entrée mesuré expérimentalement par la CMT d'entrée, comme nous l'avons montré lors de l'étude thermique de la CMT (cf. Chapitre II.3.2.2), est influencé par un phénomène de retour de flux thermique, directement lié à la dissipation visqueuse autour des ellipses de la CMT (cf. Figure II-24). Le profil de température de l'écoulement passant autour des ellipses n'est donc pas celui mesuré par les thermocouples de la CMT. Deux types de correction sont apportés aux profils d'entrée, selon le comportement thermique de la matière situé au centre de l'écoulement.

III.2.4.3.1 Correction à 30 et 70 tr/min

La correction du profil numérique d'entrée à 30 et 70 tr/min repose sur les hypothèses suivantes :

- La forme du profil de température mesuré par la CMT d'entrée $T_0(r)$ représente correctement le profil de température réel de l'écoulement $\tilde{T}_0(r)$
- Sur la longueur séparant les deux CMT, et sans présence de la CMT d'entrée, la variation de la température au centre de l'écoulement est négligeable (faible nombre de Cameron)
- La température mesurée par la CMT de sortie au centre est bien celle de l'écoulement

La correction consiste à décaler le profil de température d'entrée en tout point de ΔT_c , où ΔT_c est la différence de température au centre de l'écoulement entre la sortie (sans CMT en entrée) et l'entrée (Figure III-31).

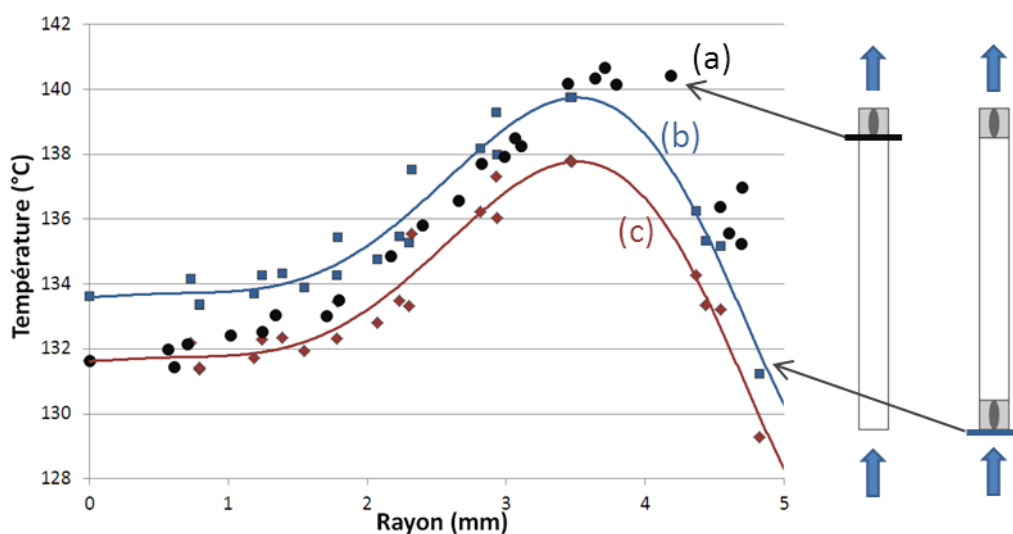


Figure III-31 : Correction du profil de température d'entrée
 (a) Profil expérimental de température de sortie sans CMT en entrée, (b) Profil expérimental de température en entrée avec modèle polynomial de degré 6, (c) Profil de température d'entrée corrigé avec modèle polynomial de degré 6

La correction appliquée aux profils mesurés avec la CMT d'entrée, de valeur ΔT_c , est de 1,97°C à 70 tr/min et 1,7°C à 30 tr/min. La correction permet de prendre en compte plusieurs phénomènes :

- L'influence de la CMT de sortie sur le profil mesuré (puisque nous considérons que la température mesurée par celle-ci est bien celle de l'écoulement)
- L'influence sur la température de l'écoulement du travail supplémentaire de la matière près de la vis, dû à l'augmentation des pressions, lorsque la CMT est insérée dans l'écoulement

III.2.4.3.2 Correction à 5 tr/min

A 5 tr/min, le débit d'écoulement est si faible que la température au centre évolue en raison de la conduction radiale. Ne pouvant appliquer la même correction que précédemment, nous tentons de retrouver de manière simple le profil réel de l'écoulement à partir du profil mesuré expérimentalement et du modèle numérique utilisé lors du dimensionnement thermique de la CMT (cf. II.3.2). Nous appliquons au modèle les différentes conditions limites correspondant à l'essai à 5 tr/min, ainsi que le profil de température mesuré par la CMT d'entrée. La correction, présentée sur la Figure III-32, consiste à :

- Relever le profil calculé dans le modèle numérique au niveau des soudures de thermocouples
- Soustraire en tout point du profil expérimental d'entrée, la valeur ΔT_C , où ΔT_C est la différence de température au centre de l'écoulement entre le profil calculé numériquement au niveau des soudures de thermocouples, et le profil expérimental

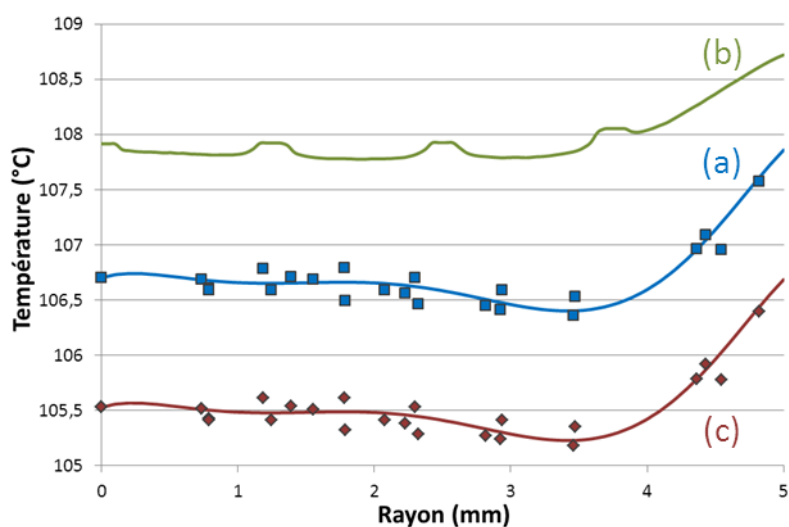


Figure III-32 : Correction du profil de température d'entrée
 (a) Profil expérimental mesuré en entrée, et modèle polynomial de degré 6, (b) Profil de température calculé par le modèle au niveau des soudures de thermocouples, (c) Profil de température d'entrée corrigé avec modèle polynomial de degré 6

La correction appliquée au profil d'entrée expérimental atteint 1,2°C. Nous pouvons expliquer cette perturbation non négligeable d'une part par le faible débit de l'écoulement, et la conduction depuis la filière d'acier, régulée à 110°C, par la cellule de mesure.

Conclusion :

A partir des essais expérimentaux, une loi de type puissance avec prise en compte de la thermodépendance a été déterminée. Le profil d'entrée mesuré étant perturbé par la présence de la CMT, des corrections ont été appliquées, fonction de l'essai, afin de s'affranchir des phénomènes perturbateurs liés à l'insertion de la CMT dans l'écoulement. Nous présentons par la suite les résultats de la validation numérique aux trois essais considérés, 5, 30 et 70 tr/min.

III.2.5 Résultats de la validation numérique

La validation numérique est réalisée avec la configuration axisymétrique du modèle numérique (Figure III-24). Les profils de température de régulation T_{REG} , les débits Q et les pressions sont calculés à partir des essais sans CMT en entrée de l'écoulement. La capacité thermique

III.2. Modélisation du canal droit et comparaison

massique et la masse volumique sont déterminées comme précédemment, à partir de la moyenne entre la température minimale des profils d'entrée corrigés et la température maximale du profil expérimental de sortie (Tableau III.12).

N (tr/min)	Q (kg/h)	ρ (kg.m ⁻³)	Cp (J.kg ⁻¹ .K ⁻¹)	\bar{T} (°C)
5	3,2	1049,2	1931	107,9
30	18,1	1044,2	1952	116,6
70	41,7	1030,9	2008	135,7

Tableau III-12 : Récapitulatif des conditions aux limites appliquées dans le modèle « Canal droit »

Nous nous intéressons dans un premier temps aux résultats de validation dynamique pour les trois vitesses de cisaillement considérées (Tableau III-13).

N (tr/min)	$\Delta P_{\text{expé}}$ (MPa)	ΔP_{num} (MPa)	ϵ (%)
5	5,2	4,3	17,6
30	10,6	9,2	14,2
70	11,4	10,0	13,9

Tableau III-13 : Pressions relevées expérimentalement et calculées numériquement pour les trois essais de validation numérique

La validation dynamique avec les corrections de profils d'entrée et de rhéologie est acceptable, si l'on considère l'erreur de mesure estimée des capteurs de pression, soit 14%, et les incertitudes au niveau de l'identification de la rhéologie thermodépendante.

La Figure II-28 présente la comparaison des profils de températures obtenus en sortie du modèle avec les profils expérimentaux de sortie, à 5, 30 et 70 tr/min.

Pour les trois vitesses de rotation, la forme du profil de sortie numérique est proche du profil expérimental. A 30 et 70 tr/min, le niveau moyen de température est supérieur dans le cas du numérique, amenant des écarts de température au niveau des pics de dissipation visqueuse d'environ 1,4°C à 70 tr/min, et de 0,7°C à 30 tr/min. A 5 tr/min, les écarts sont très faibles et sont inférieurs à 0,5°C en tout point du profil. Nous attribuons les différences obtenues, notamment au centre et au niveau des pics de dissipation visqueuse à la conduction dans la CMT de sortie, non prise en compte dans le modèle numérique.

Ces résultats sont très satisfaisants tant au niveau des valeurs de température que de la forme générale des profils. Nous pouvons conclure de cette étude que :

- **Le terme de dissipation visqueuse est correctement intégré dans la résolution du modèle numérique**
- **Malgré les incertitudes de mesures sur les conditions limites (Profils de température, débits) et les caractéristiques thermophysiques, les phénomènes physiques sont bien modélisés.**

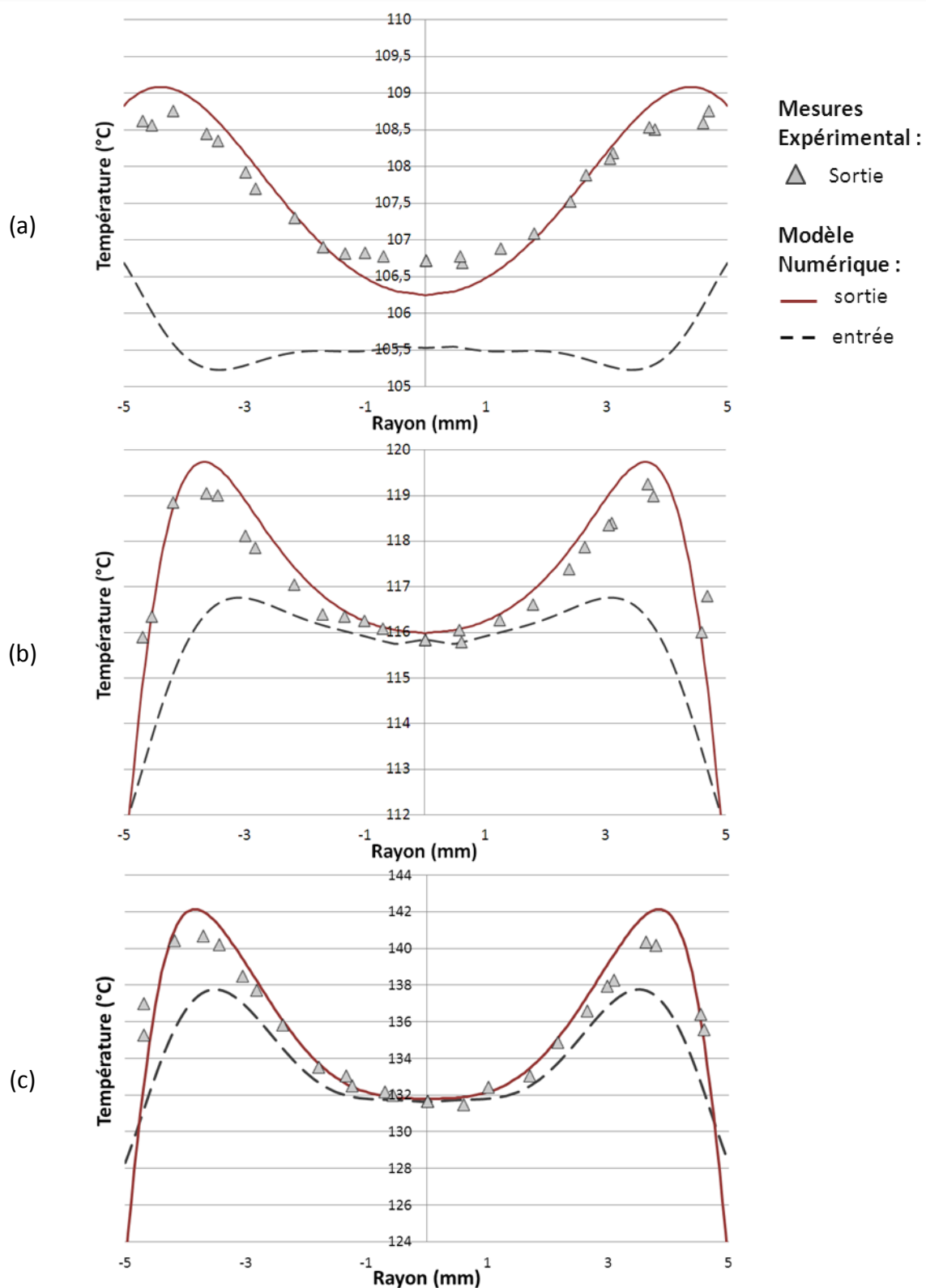


Figure III-33 : Résultats de la validation numérique (a) $N = 5 \text{ tr/min}$, (b) $N = 30 \text{ tr/min}$, (c) $N = 70 \text{ tr/min}$

III.2.6 Etude de l'influence de la dissipation dans le canal

L'évolution de la température dans l'écoulement dépend de deux phénomènes thermiques : les auto-échauffements résultant de la dissipation visqueuse dans le fluide \dot{W} et les flux de pertes avec l'enveloppe d'acier ϕ_{perte} (équation 43) :

$$\xi_L - \xi_0 = \phi_{perte} + \dot{W} \quad (43)$$

Avec ξ_0 l'énergie en entrée de l'écoulement, ξ_L l'énergie en sortie. Les mesures expérimentales ne permettent pas de déterminer l'échauffement résultant de la dissipation visqueuse dans la longueur du canal droit. En effet, en plus des flux de pertes à la paroi, la régulation thermique de la filière est à l'origine de flux de chaleurs qui rendent compliquée l'exploitation directe des mesures. Cependant, comme ces mesures ont permis de valider le modèle, un jeu de simulations supplémentaires a été réalisé sans prise en compte de la dissipation visqueuse dans l'écoulement. Nous pouvons ainsi isoler le terme de dissipation visqueuse en retranchant aux résultats de validation numérique les profils de température de sortie sans prise en compte de la dissipation visqueuse (équation 44) :

$$T_L^{calc}(r) - \dot{T}_L^{calc}(r) = \delta T_L^W(r) \quad (44)$$

Où $\delta T_L^W(r)$ représente l'augmentation de température liée à la dissipation visqueuse entre l'entrée et la sortie du canal droit. Sur la Figure III-34, nous traçons $\delta T_L^W(r)$ pour les vitesses de rotation de 5, 30 et 70 tr/min.

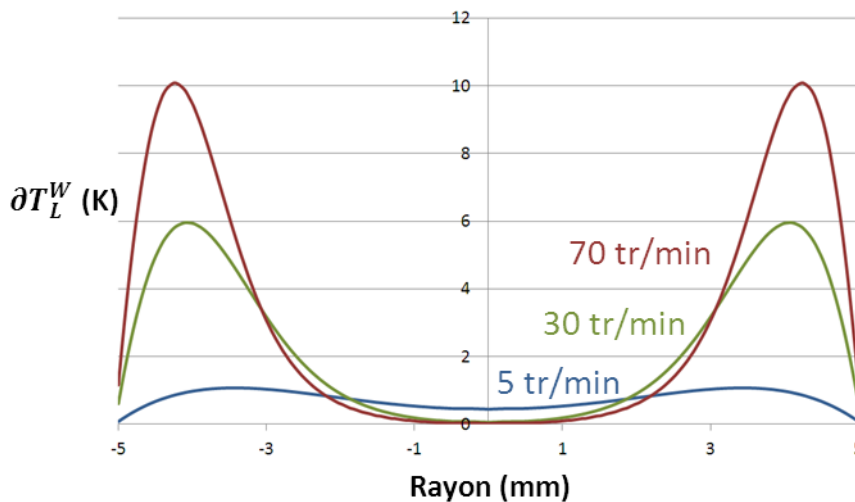


Figure III-34 : Evolution de l'augmentation de température par dissipation visqueuse dans le canal droit, à 5, 30 et 70 tr/min

L'effet du régime de l'écoulement est mis en valeur dans ces résultats. A 5 tr/min, l'augmentation de température atteint au maximum 1,1°C. En raison des faibles vitesses, cette hausse de température impacte aussi le centre de l'écoulement du profil par conduction. A 30 et 70 tr/min, l'échauffement au centre de l'écoulement reste nul et les pics de dissipation visqueuse atteignent respectivement 6°C et 10°C.

Bien que les débits soient assez faibles et que le diamètre de l'écoulement soit de 10 mm, plus grand que ceux que l'on rencontre par exemple dans les moules d'injection, l'échauffement dû à la dissipation visqueuse est non-négligeable.

Cette méthode permet d'extraire des mesures expérimentales le potentiel énergétique de la géométrie. En effet, nous pouvons retirer tous les effets inhérents à la conduction, et donc aux profils de régulation, mais aussi au champ de température d'entrée lié au système vis-fourreau.

Le « potentiel énergétique » du canal droit est de 84W à 70 tr/min, 28W et 1,6W aux deux autres débits. Ces valeurs seront comparées à celles obtenus avec les autres géométries du chapitre 4 (cf. Chapitre IV.5).

III.3 Etude thermo-rhéocinétique

L'objectif de cette partie est de compléter l'étude du canal droit en approchant le couplage thermo-rhéocinétique. Nous cherchons donc à déterminer le niveau de consommation de l'induction qui résulte de l'histoire thermique de l'écoulement.

III.3.1 Démarche de calcul

Le calcul de l'avancement dans l'induction est réalisé à partir du logiciel POLYFLOW, et de l'outil POLYSTAT, via une simulation additionnelle connue sous le nom de « *Mixing Task* », autrement dit « tâche de mélangeage ». Ce type de simulation permet entre autres de réaliser des études sur :

- L'évolution de paramètres cinétiques
- L'évolution du mélangeage (par exemple entre deux fluides)
- Le mélangeage distributif, c'est-à-dire la répartition des particules lors du mélangeage
- Le mélangeage, la rupture et l'érosion de particules solides de diamètre pouvant varier

Son principe consiste à suivre, à partir d'un champ de vitesse précédemment calculé, la trajectoire et donc le positionnement d'un certain nombre de particules, lancées de façon aléatoire en entrée de l'écoulement. Le logiciel est en mesure de récupérer à chaque position l'ensemble des données correspondantes: la vitesse, la température, la viscosité, les vitesses de cisaillement locales, etc. L'historique thermique de chaque particule, c'est-à-dire sa température à chaque position dans le canal d'écoulement est ainsi accessible. Il est alors possible d'en déduire à partir des équations présentées dans le chapitre II.2.3.1 l'avancement réactionnel. La Figure III-35 présente le récapitulatif des étapes suivies pour la détermination de l'avancement dans l'induction.

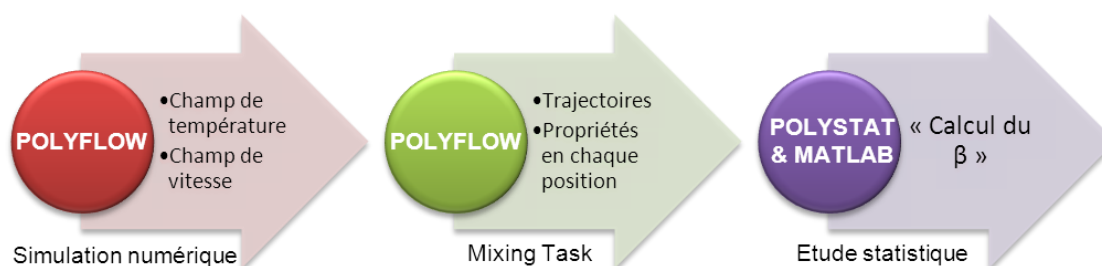


Figure III-35 : Organigramme présentant le principe de détermination de l'avancement d'induction

Les trajectoires des particules lancées en entrée de la géométrie sont déterminées à partir de leur position précédente et de la vitesse correspondante. Il existe plusieurs méthodes pour la détermination des positions successives. On peut déterminer un pas de temps ou une longueur, qui détermineront la fréquence de calculs des positions. A chacune d'elles, les propriétés (vitesse, température, etc.) de l'élément de maillage correspondant sont enregistrées, puis la position suivante est déterminée. Afin d'obtenir une qualité optimale de résultats, nous faisons le choix de prendre en compte l'ensemble des points, c'est-à-dire qu'une nouvelle position de la particule est déterminée à chaque fois qu'elle atteint un nouvel élément de maillage. Le nombre de propriétés exportées pour le calcul ne dépend plus que du maillage et ne peut donc être plus précis.

Le second paramètre de calcul est le nombre de particules lancées en entrée. Une étude de sensibilité a été menée afin de déterminer le nombre de particules minimal nécessaire pour obtenir une qualité suffisante. En prenant les résultats avec 5000 particules en référence, l'erreur relative en sortie de la géométrie sur l'avancement réactionnel s'élève à 3,8% avec 500 particules, et se réduit à seulement 0,1% avec 1000 particules. Nous choisissons donc pour la suite de l'étude de conserver un nombre de 1000 particules permettant ainsi un compromis satisfaisant entre précision et temps de calcul.

Nous réalisons les simulations à partir du modèle axisymétrique utilisé pour la validation numérique (cf. III.2). Les données appliquées au modèle sont celles mesurées lors des expérimentations, les profils de température d'entrée sont ceux mesurés par la CMT d'entrée sans correction.

Pour la représentation des résultats, nous utilisons deux types de visualisation :

- L'avancement réactionnel moyen en fonction de la longueur de fibre neutre parcourue, $\bar{\beta} = f(Z)$
- La représentation de l'avancement réactionnel sous forme de profil axisymétrique en fonction du rayon du canal d'écoulement, $\beta = f(r)$

III.3.2 Résultats obtenus

La Figure III-36 présente le profil d'avancement réactionnel selon le rayon du canal, en sortie de géométrie pour une vitesse de rotation de la vis de 30 tr/min.

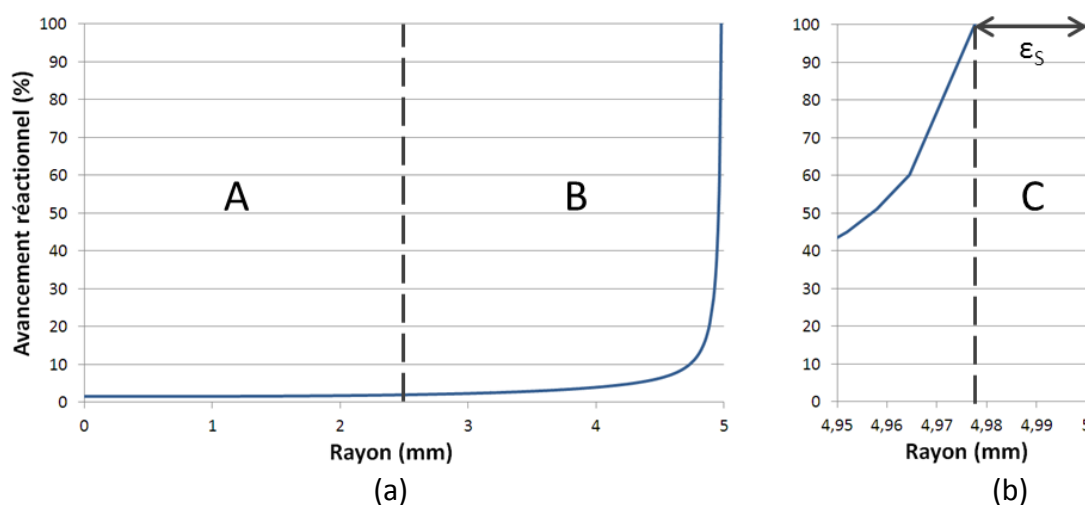


Figure III-36 : (a) Profil d'avancement réactionnel selon le rayon du canal d'écoulement à 30 tr/min
(b) zoom près de la paroi du canal

Le profil d'avancement réactionnel en fonction du rayon du canal peut être divisé en trois zones :

- Une zone au centre de l'écoulement (A), où l'avancement dans l'induction est stable et directement lié au plateau de vitesse au centre de l'écoulement (pseudoplasticité du mélange)
- Une zone située au-delà de 2,5 mm du centre de l'écoulement (B), où l'avancement dans l'induction augmente légèrement puis de façon importante. Dans cette zone, l'avancement dans l'induction est fortement impacté par l'augmentation des temps de résidence mais aussi par l'augmentation de la température liée à la dissipation visqueuse

- Une zone proche de la paroi (C), que nous appelons zone de grillage, où les vitesses sont si faibles que la matière atteint un taux de conversion $\beta = 1$, autrement dit, la réaction de vulcanisation a démarré. Cette zone, d'épaisseur ε_s , que nous appelons épaisseur de grillage, est directement liée à la condition de non-glissement à la paroi appliquée dans le modèle numérique.

La Figure III-37 présente l'avancement réactionnel selon le rayon en sortie de géométries pour des vitesses de rotation de 5, 30 et 70 tr/min, avec et sans prise en compte de la dissipation visqueuse.

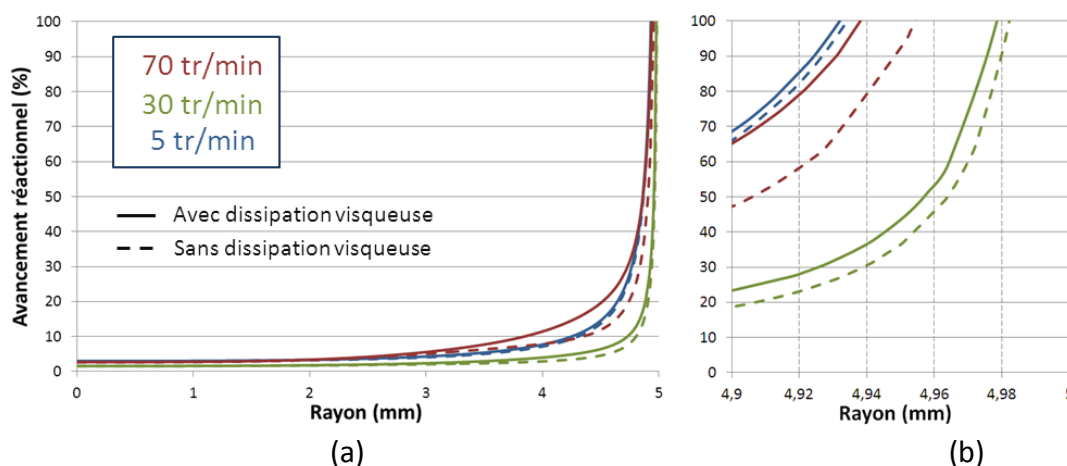


Figure III-37 : (a) Profil d'avancement réactionnel selon le rayon du canal d'écoulement à 5, 30 et 70 tr/min, (b) zoom près de la paroi du canal

L'influence de la dissipation visqueuse, négligeable à 5 tr/min, présente une influence de plus en plus marquée à mesure que le débit augmente. La valeur d'avancement au centre de l'écoulement n'est que très faiblement impactée. Au-delà de 3mm, le profil d'avancement réactionnel est augmenté de manière non négligeable.

La Figure III-38 présente l'avancement réactionnel moyen $\bar{\beta}$, calculé à partir des profils d'avancement selon le rayon, avec et sans prise en compte de la dissipation visqueuse en fonction de la vitesse de rotation de la vis. La part de la dissipation visqueuse sur l'avancement moyen y est également représentée ainsi que l'avancement réactionnel minimum β_{min} en sortie de géométrie, en fonction de la vitesse de rotation de la vis.

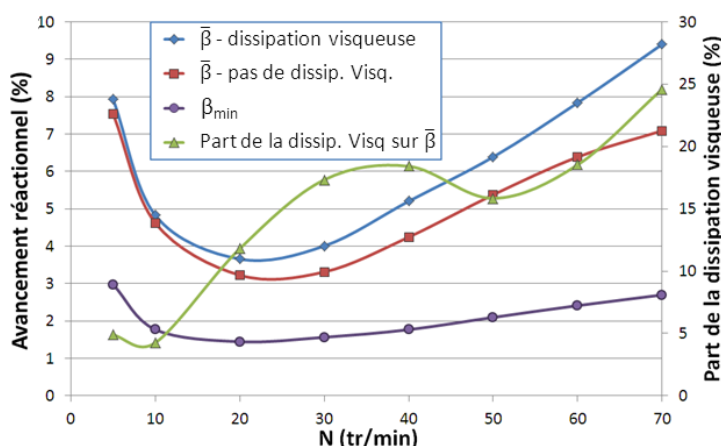


Figure III-38 : Evolution de l'avancement dans l'induction moyen, avec et sans prise en compte de la dissipation visqueuse, et de l'avancement minimum

L'avancement dans l'induction est fonction de deux paramètres : le temps de séjour de la matière et sa température. Le calcul de l'avancement dans l'induction semble présenter un minimum. En effet, jusqu'à 20 tr/min, les temps de résidence pilotent l'avancement réactionnel : plus la vitesse de rotation (débit) augmente, plus les temps de résidence diminuent et donc l'avancement dans l'induction. Au-delà, les temps de résidence continuent à diminuer avec l'augmentation du débit, mais l'élévation de la température suffit à contrebalancer cette diminution et à provoquer une augmentation de l'avancement réactionnel de la matière. A noter par ailleurs, que ces résultats sont très dépendants de $T_0(r)$ donc du travail dans le système vis-fourreau.

Dans ces essais, l'avancement réactionnel moyen est de 8% à la plus faible vitesse de rotation et atteint 9,4% à 70 tr/min. Si l'on s'intéresse au pourcentage d'avancement dû aux auto-échauffements dans la matière, celui-ci est de moins de 2% à faible débit et atteint près de 25% à 70 tr/min.

On remarque une augmentation linéaire de l'avancement, moyen et minimum, à partir de 30 tr/min. L'avancement minimum suit le même comportement que l'avancement moyen. Cependant, dans le cadre de ce jeu de simulations, sa valeur maximale est atteinte pour le débit le plus faible. Ce phénomène est attendu, puisque la valeur minimale de β correspond au centre de l'écoulement, cette zone est la moins impactée par la dissipation visqueuse.

L'épaisseur de grillage, mise en valeur sur la Figure III-37b, est impactée par les temps de séjour et la dissipation visqueuse dans l'écoulement, comme le montre la Figure III-39.

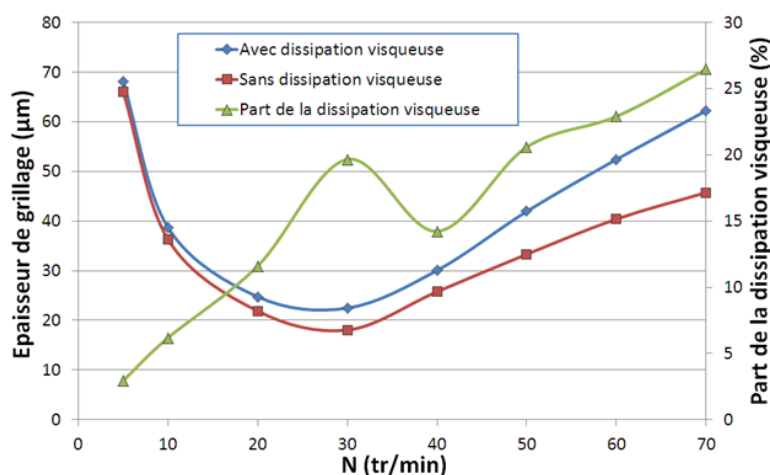


Figure III-39 : Evolution de l'épaisseur de grillage en fonction de la vitesse de rotation de la vis, avec et sans prise en compte de la dissipation visqueuse dans l'écoulement

L'épaisseur de grillage est d'autant plus liée au temps de séjour que l'on considère une condition de non glissement à la paroi. Cette épaisseur peut être assimilée à une zone de stagnation. L'augmentation du débit est à l'origine d'une diminution de l'épaisseur de cette couche, puisque les gradients de vitesses augmentent fortement près de la paroi. Cette augmentation des gradients de vitesse est aussi à l'origine d'auto-échauffements amenant à une cuisson prématurée de la matière. Dans la série de tests réalisés dans cette étude, l'épaisseur de grillage reste toujours inférieure à 0,1 mm. Mais on imagine que la présence de cette zone de stagnation est à l'origine d'une réduction de la veine d'écoulement et donc d'un accroissement de cette couche de grillage. Cela pourrait entraîner des modifications importantes de l'écoulement, par exemple dans le cas de changements de direction. Une accumulation de matière « grillée » pourrait par ailleurs être problématique lors de changement de production avec un autre mélange, de la matière grillée pourrait rester dans les moules d'injection.

La Figure III-40 présente l'évolution de l'avancement réactionnel moyen en fonction de la longueur de canal parcourue, pour des vitesses de rotation de 5, 30 et 70 tr/min avec et sans prise en compte de la dissipation visqueuse dans le calcul numérique.

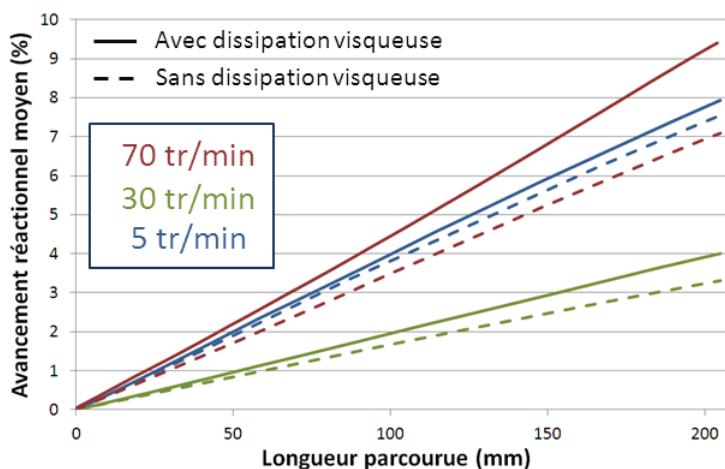


Figure III-40 : Evolution de l'avancement dans l'induction en fonction de la longueur parcourue à 5, 30 et 70 tr/min, avec et sans prise en compte de la dissipation visqueuse

L'évolution de l'avancement moyen est de forme quasi-linéaire. Ces résultats permettent de mieux appréhender l'influence de la dissipation visqueuse sur l'avancement réactionnel de la matière. D'un point de vue industriel, ils montrent que la dissipation visqueuse dans les canaux et les échauffements dans le fourreau de l'extrudeuse ont une influence réellement non négligeable sur l'avancement dans l'induction de la matière.

III.4 Conclusion

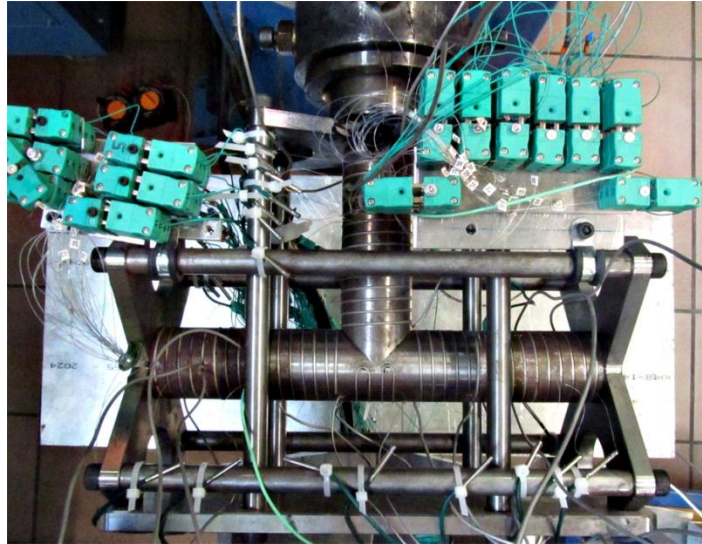
Dans cette partie, nous avons présenté les expérimentations menées dans la configuration de référence : un écoulement en canal cylindrique droit. Les mesures réalisées avec les CMT ont été présentées. Les profils de température relevés en entrée sont le résultat des phénomènes thermiques intervenant dans le système-vis fourreau, et notamment de la conduction transverse et de la dissipation visqueuse. Entre des vitesses de rotation de vis de 5 et 70 tr/min, une augmentation de température moyenne de 30°C est mesurée. Les profils relevés dans l'écoulement sont axisymétriques. La comparaison de ces mesures avec le modèle analytique d'Agassant sur les températures de sortie de vis montre une bonne concordance.

La validation numérique des mesures expérimentales est réalisée à l'aide du logiciel ANSYS POLYFLOW selon un modèle axisymétrique. Dans un premier temps, la validation dynamique entre les pressions mesurée et le débit met en évidence une sous-estimation de la viscosité du mélange que nous attribuons à la loi identifiée à partir de tests rhéométriques capillaire. Un nouveau modèle thermodépendant basé sur la loi puissance est déterminée. L'intrusion de la CMT en entrée est par ailleurs à l'origine d'une hausse de pression en amont dans l'extrudeuse, résultant en une dissipation supplémentaire dans la matière. Après avoir appliqué une correction de ces profils à partir des mesures réalisées avec seulement la CMT de sortie, la validation numérique est réalisée avec succès.

Finalement, l'évolution thermique dans la section due à la dissipation visqueuse est déterminée et le potentiel énergétique calculé. Une étude cinétique permet de déterminer les profils d'avancement selon le rayon et l'avancement moyen dans l'induction de la matière, et met en évidence l'apparition d'une couche de grillage près de la paroi. L'avancement est important à faible débit en raison des temps de résidence, et important à haut débit, en raison de la température très importante en entrée. A débit moyen, un progrès d'avancement d'induction minimum est observé.

Chapitre IV.

Etude de géométries modulaires



IV.1	Coude 90°	140
IV.1.1	<i>Géométrie d'écoulement et essais réalisés</i>	140
IV.1.2	<i>Comparaison avec la configuration de référence</i>	142
IV.1.3	<i>Modélisation et comparaison</i>	143
IV.2	Diviseur	147
IV.2.1	<i>Géométrie d'écoulement et essais réalisés</i>	147
IV.2.2	<i>Comparaison avec la configuration de référence</i>	149
IV.2.3	<i>Modélisation et comparaison</i>	150
IV.3	Divergent	155
IV.3.1	<i>Géométrie d'écoulement et essais réalisés</i>	155
IV.3.2	<i>Comparaison avec la configuration de référence</i>	156
IV.3.3	<i>Modélisation et comparaison</i>	157
IV.4	Convergent	160
IV.4.1	<i>Géométrie d'écoulement et essais réalisés</i>	160
IV.4.2	<i>Comparaison avec la configuration de référence</i>	161
IV.5	Etude comparative des différents éléments et conclusion	162
IV.5.1	<i>Influence de la dissipation visqueuse et potentiel énergétique</i>	162
IV.6	Conclusion	165

Ce chapitre concerne l'étude expérimentale de géométries modulaires. Pour chacune des configurations d'écoulement étudiées, des expérimentations avec et sans CMT en entrée ont été effectuées. Lors de l'étude du canal droit (cf. Chapitre 3), nous avons vu la difficulté associée à la présence de la CMT en entrée, et la perturbation qu'elle entraîne aussi bien en amont au niveau de la vis, qu'en aval. C'est pourquoi, dans ce chapitre nous nous concentrerons sur les résultats correspondant aux essais sans CMT d'entrée. Les profils mesurés avec celle-ci seront toutefois utilisés pour déterminer le profil de température d'entrée à appliquer dans les modèles numériques, comme nous l'avons fait pour le canal droit.

Les principaux résultats expérimentaux sont discutés et comparés aux résultats obtenus dans la configuration de référence « Canal droit $\varnothing 10$ ». Des validations numériques sont par ailleurs menées sur ces géométries, basées sur les profils d'entrée mesurés dans la configuration canal droit.

IV.1 Coude 90°

IV.1.1 Géométrie d'écoulement et essais réalisés

La Figure IV-1 présente la géométrie d'écoulement correspondant à la configuration « Coude 90° ».

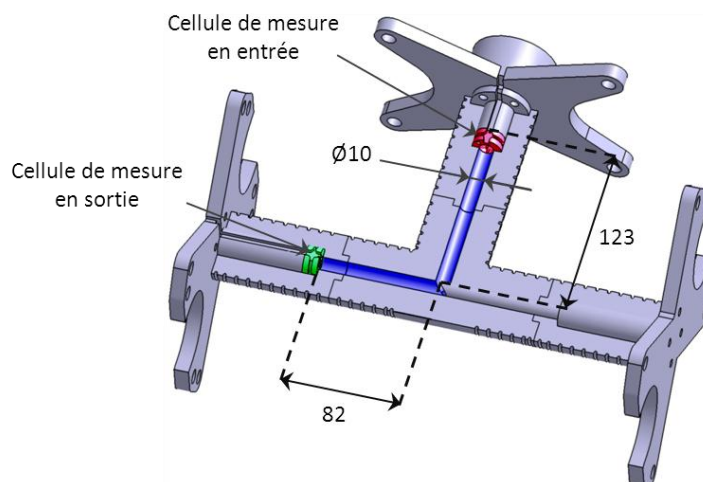


Figure IV-1 : Géométrie d'écoulement dans la configuration « coude 90° », vue en coupe

Les données expérimentales relevées durant les tests en configuration « Coude 90° » sont présentées dans le tableau IV.1. La présence du coude dans l'écoulement apporte une perte de charge supplémentaire entre l'entrée et la sortie du dispositif (ΔP) de 1,3 MPa à 5 tr/min, et de 1,8 MPa à 70 tr/min, par rapport au ΔP relevé avec la géométrie canal droit.

L'assemblage en T diffère de l'assemblage droit en raison du plus grand nombre de zones de régulation (Figure IV-2). Les profils de température mesurés par les thermocouples de régulation sont présentés sur la Figure IV-3 pour $N = 5, 30$ et 70 tr/min. Dans la configuration « Coude 90° », la totalité des zones de chauffe est utilisée mais seules les zones 1 à 7 « entourent » l'écoulement. On constate que quelle que soit la vitesse de rotation, la température sur la zone 7 est plus faible que sur les autres zones (Figure IV-3, $z = 150$ mm). Cette zone, est en effet particulièrement complexe à maintenir en température en raison (cf. Figure IV-2, 7):

- du fil chauffant qui y est maintenu sur la paroi extérieure et pas dans une rainure
- de la répartition non-homogène du fil chauffant sur l'ensemble de la surface
- de l'importante masse d'acier à cet endroit

IV.1. Coude 90

Vitesse de rotation de vis N (tr/min)	Débit massique Q (kg/h)	Pression en sortie de vis P _{EXT} (MPa)	Pression en entrée du dispositif P _E (MPa)	Pression en sortie du dispositif P _S (MPa)	Ecart de pression entre l'entrée et la sortie ΔP (MPa)	Température en sortie de vis T _{EXT} (°C)
5	3,3	18,5	10,2	3,7	6,5	97
10	6,5	23,2	13,1	4,4	8,7	98
20	12,8	28	16,2	5,2	11	100
30	18,6	30,3	17,7	5,5	12,2	102
40	24,4	31,3	18,4	5,6	12,8	105
50	30,7	32	18,8	5,7	13,1	108
60	36,5	32,4	19,1	5,8	13,3	110
70	42,5	32,3	18,9	5,7	13,2	113

Tableau IV-1 : Données expérimentales relevées pour les essais avec la configuration « Coude 90° »

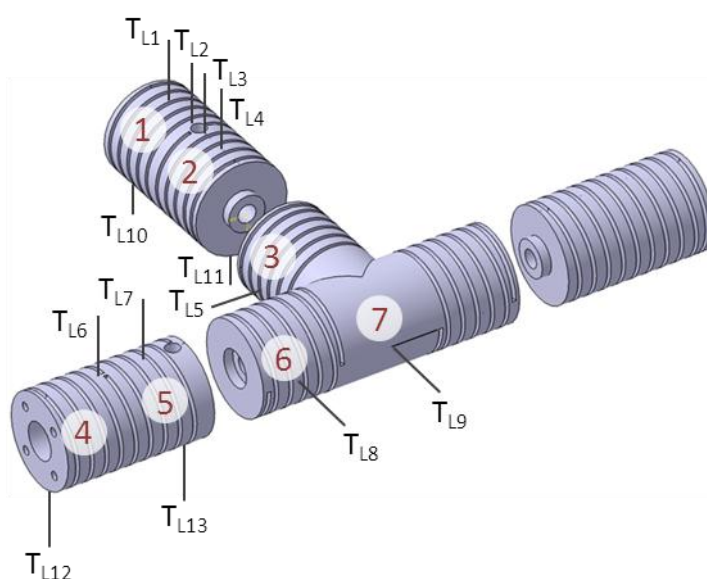


Figure IV-2 : Position des thermocouples de régulation et zones de régulation dans l'assemblage Té en configuration « Coude 90° »

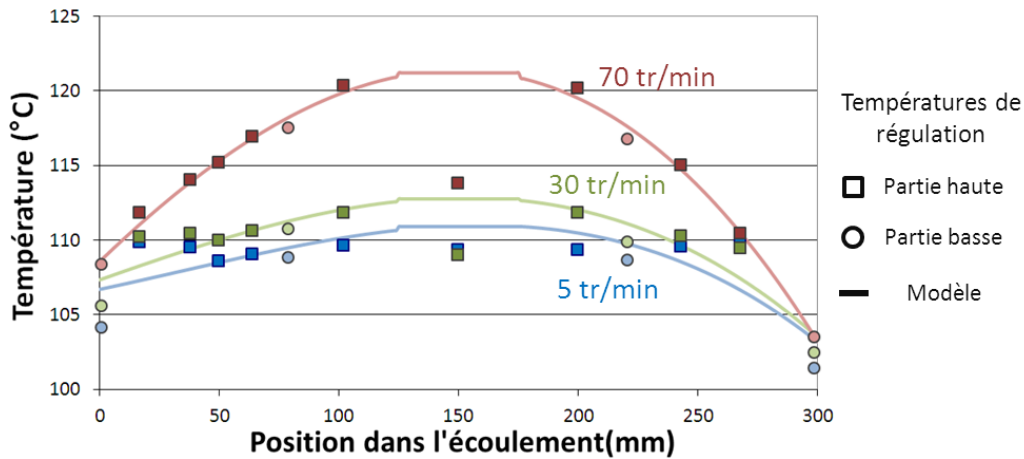


Figure IV-3 : Profils de régulation et thermocouples utilisés lors des expérimentations en configuration « Coude 90° »

IV.1.2 Comparaison avec la configuration de référence

En assemblage en « Té », l'écoulement n'est plus axisymétrique. Il est donc important de différencier les profils de température verticaux et horizontaux donnés par la CMT de sortie, ainsi que les parois intérieures (Γ_{int}) et extérieures (Γ_{ext}) de la filière. Les notations associées, qui seront également utilisées lors de l'étude de la configuration « Diviseur », sont détaillées sur la Figure IV-4.

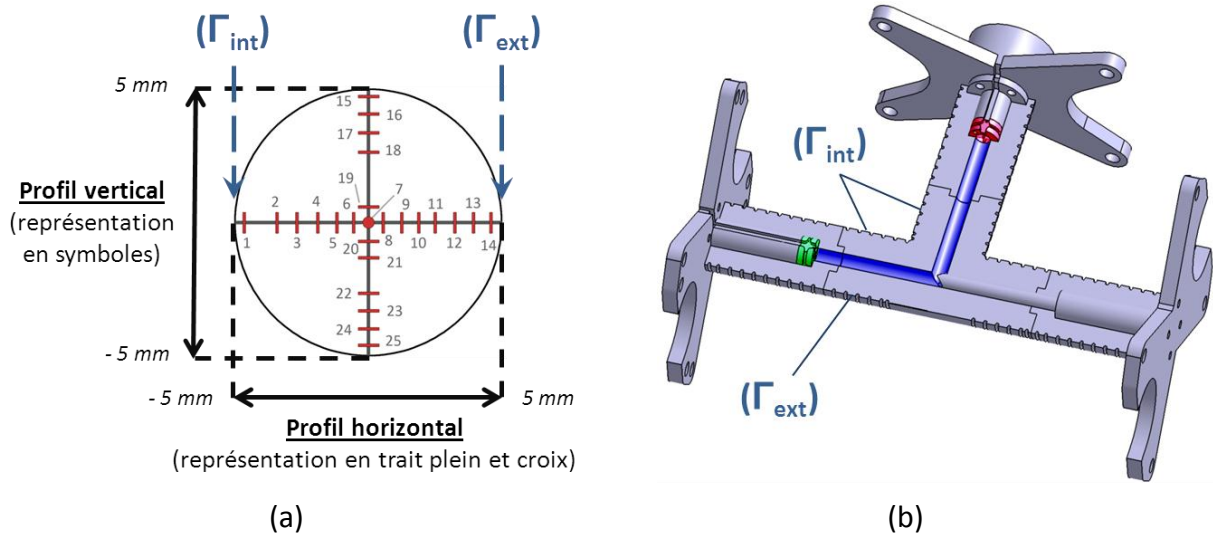


Figure IV-4 : Notations associées à la représentation et à l'étude des résultats dans les configurations non axisymétriques « Coude 90° » et « Diviseur », (a) représentation des profils de température, (b) Notation associée aux parois intérieure et extérieure

La Figure IV-5 présente les températures relevées par la cellule de mesure en sortie de l'écoulement, pour les configurations « Coude 90° » et « Canal droit ».

La forme générale des profils de température relevés dans le cas du coude est très proche de celle de la configuration de référence. Les pics de dissipation visqueuse sont situés à la même position radiale, soit à environ 1,5 mm de la paroi du canal. Pour l'ensemble des vitesses de rotation, les profils de température sont très proches avec un écart moyen de 0,08°C à 5 tr/min, 0,8°C à 30 tr/min et 0,6°C à 70 tr/min. Les principales différences observées, notamment près de la

paroi à 70 tr/min, sont dues à une température de régulation plus faible dans la configuration coude 90°. De plus, à 70 tr/min, une dissymétrie de 1,5°C apparaît sur le profil vertical.

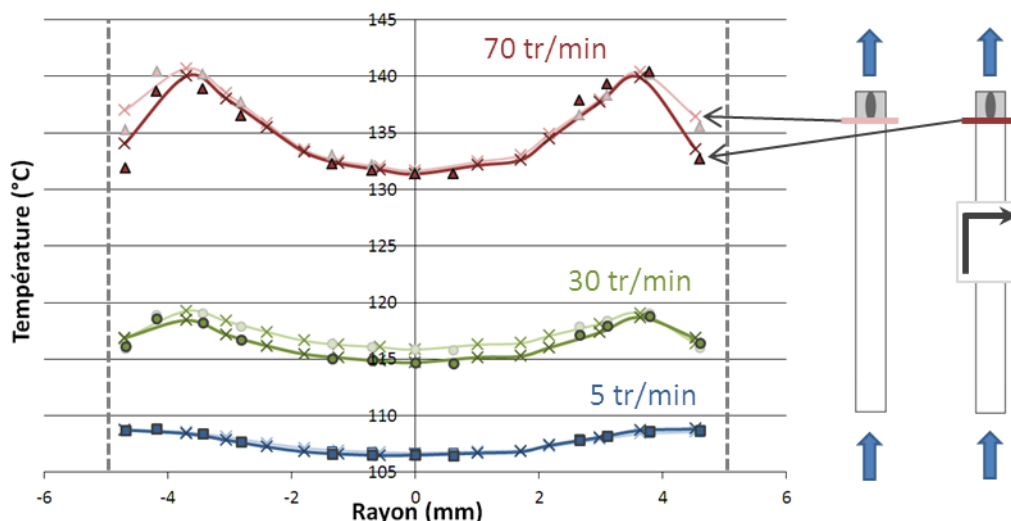


Figure IV-5 : Profils de températures relevés en sortie de l'écoulement pour les configurations « coude 90° » (couleurs foncées) et « canal droit » (couleurs claires)

IV.1.3 Modélisation et comparaison

Un modèle numérique, tenant compte des variations de pressions et des températures de régulation, a été développé pour décrire l'écoulement de polymère en configuration coude 90°. Dans ce modèle, nous prenons en compte le domaine d'écoulement (Ω_F) ainsi que le domaine représentant l'enveloppe d'acier (Ω_{S1}). La géométrie du modèle peut donc être divisée par deux selon le plan de symétrie horizontal ($\vec{O_{XZ}}$) (Figure IV-6).

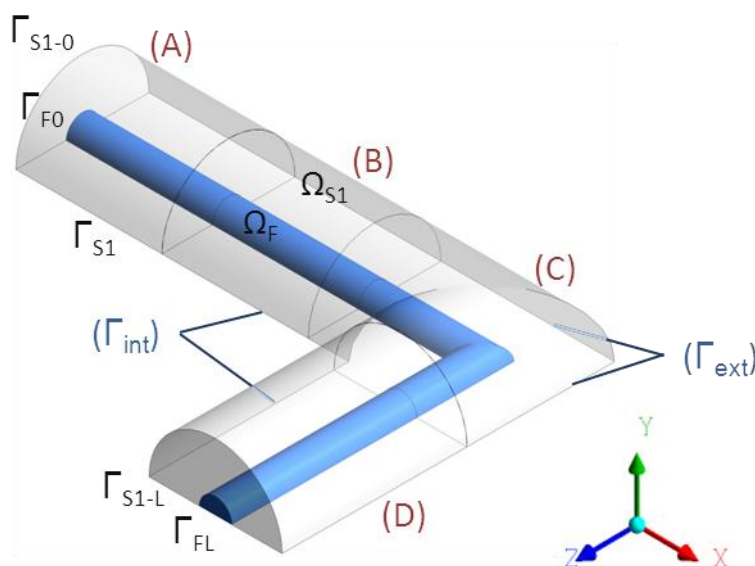


Figure IV-6 : Modèle numérique pour la configuration « coude 90° »

La géométrie étudiée étant relativement complexe, elle est décomposée en quatre parties (A, B, C, D) et résolue en cascade : le modèle numérique est résolu dans chaque partie indépendamment des autres en appliquant en entrée de l'une les champs de température et de vitesse calculés en sortie de la partie précédente. Un maillage surfacique composé de quadrangles, est appliqué sur les

surfaces d'entrée Γ_{F0} et Γ_{S1-0} . Ce maillage de type géométrique consiste en une évolution de l'épaisseur des éléments d'un facteur de 1,05 avec une épaisseur minimale près de la paroi de 50 μm (Figure IV-7a). Le maillage de la section est extrudé le long de la fibre neutre (Figure IV-7b, c). La qualité du maillage reste ainsi constante tout le long de la géométrie. Finalement le nombre total d'éléments est de 358736, pour un temps de résolution approximatif de 4h30, descendant à 2h en partant de précédents résultats de simulation.

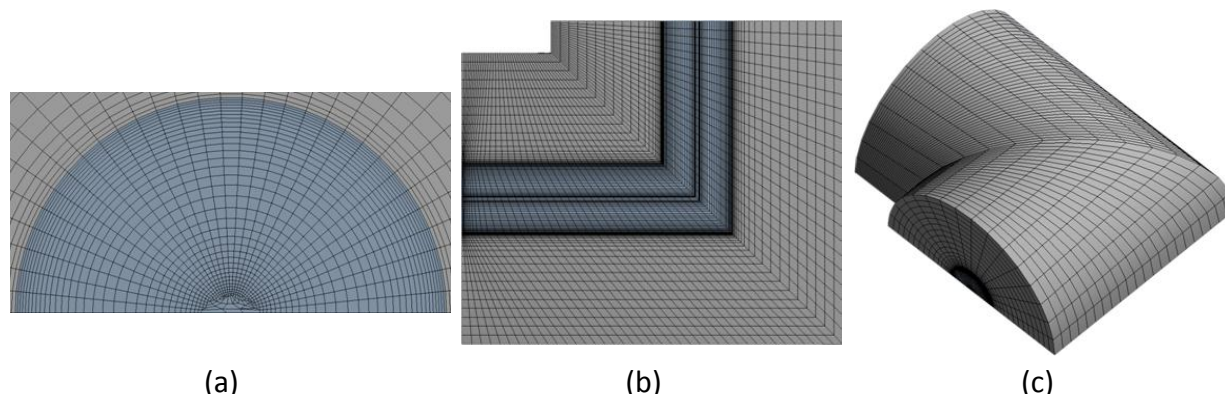


Figure IV-7 : Détail du maillage du modèle numérique « Coude 90° »
 (a) Maillage de Γ_{F0} – vue de face, (b) balayage du maillage – vue de dessous, (c) zone C

Les équations et les conditions aux limites du modèle sont équivalentes à celles appliquées lors de la modélisation du canal droit (cf. Chapitre III.2.2). Les modèles pour la représentation des profils de régulation sont donnés sur la Figure IV-3. La température imposée sur la paroi extérieure (Γ_{S1}) est décrite par une loi de degré 6. Nous la considérons dépendante uniquement de x dans les deux premières parties (A et B), et dépendante seulement de z dans la partie (D). Au niveau du coude (C), il est délicat d'imposer une évolution de température en fonction de la position dans l'écoulement. Une température moyenne est donc appliquée dans la zone correspondant au Té ($X > 102,5 \text{ mm} \cap Z < 20,5 \text{ mm}$).

Le profil d'entrée a été corrigé de manière équivalente au traitement effectué pour le modèle canal droit (cf. Chapitre III.2.4.2), à savoir :

- A 5 tr/min, le profil d'entrée expérimental est corrigé de la seule influence de la CMT d'entrée
- A 30 et 70 tr/min, les profils d'entrée sont corrigés à partir de la température du centre du profil de température relevé en sortie sans CMT en entrée

Le débit est déterminé à partir des mesures avec le coude sans CMT en entrée. La capacité thermique massique et la masse volumique sont calculées à partir de la température moyenne de l'écoulement (Tableau IV-2).

N (tr/min)	Q (kg/h)	ρ (kg.m ⁻³)	Cp (J.kg ⁻¹ .K ⁻¹)	\bar{T} (°C)
5	3,3	1049,2	1930	107,5
30	18,6	1044,8	1950	114,1
70	42,5	1031,1	2007	133,2

Tableau IV-2 : Récapitulatif des conditions limite appliquées au modèle « Coude 90° »

Les pressions obtenues via le modèle numérique pour les trois essais décrits dans le tableau IV-2 sont comparées aux pressions relevées expérimentalement dans le tableau IV-3.

Vitesse de rotation de la vis N (tr/min)	Ecart de pression expérimental $\Delta P_{exp.}$ (MPa)	Ecart de pression numérique $\Delta P_{num.}$ (MPa)	ϵ (MPa)	ϵ (%)
5	6,5	4,3	2,2	34,4
30	12,2	9,1	3,1	25,4
70	13,2	10,1	3,1	23,6

Tableau IV-3 : Différences de pressions expérimentales et numériques

L'erreur relative entre les pressions expérimentales et numériques est significative mais diminue avec la vitesse de rotation. Les causes possibles de cet écart peuvent être :

- un écart sur les températures de régulation pouvant impacter la viscosité du fluide, principalement dans la région du coude
- une imprécision au niveau des capteurs de pression
- l'apparition d'une composante élongationnelle de la viscosité due à une modification du champ de vitesse dans le coude, à l'origine d'une perte de charge supplémentaire

Les résultats de validation sont présentés sur la Figure IV-8 pour $N = 5, 30$ et 70 tr/min. Les profils horizontaux et verticaux expérimentaux et numériques sont séparés afin de permettre l'étude du comportement dissymétrique de l'écoulement. Tout comme lors de la validation numérique des expérimentations avec la configuration canal droit, nous constatons que pour les vitesses de 30 et 70 tr/min la forme du profil de température numérique est proche du profil expérimental. L'énergie dissipée est légèrement supérieure dans le cas du calcul numérique, principalement au niveau des pics de dissipation visqueuse où les écarts de température avoisinent respectivement $0,7^\circ\text{C}$ et $1,5^\circ\text{C}$ pour 30 et 70 tr/min

Pour ces deux vitesses de rotation, les résultats obtenus sont satisfaisants, aussi bien au niveau des valeurs de température que de la forme générale des profils, d'autant plus que les effets d'inertie, la viscoélasticité du matériau et les vitesses de glissement sont entièrement négligées.

A 5 tr/min, la température au centre des profils numériques et expérimentaux est similaire. Ceci confirme la validité des corrections apportées au profil d'entrée pour tenir compte des perturbations liées à la présence de la CMT d'entrée. Un écart de température de $1,3^\circ\text{C}$ est à noter près des parois, ce qui compte tenu des faibles échauffements n'est pas négligeable. Il peut trouver son origine sur plusieurs points :

- la correction appliquée au profil d'entrée corrige la valeur du centre mais pas la forme générale du profil
- un très faible écart de température de régulation peut avoir de fortes conséquences sur la thermique de l'écoulement, d'autant plus que le dispositif en assemblage Té présente des zones (Enveloppe Té) où la température dans la filière d'acier est fortement inhomogène
- l'influence de la CMT de sortie

A 70 tr/min, on mesure une dissymétrie sur le profil de température vertical. La géométrie étant symétrique, celle-ci ne peut être observée numériquement. Toutefois, ce phénomène pourrait être lié à une différence de température dans l'enveloppe d'acier, entre la partie haute et la partie basse, principalement au niveau du Té. La veine d'écoulement subit un rétrécissement au niveau du changement de direction, ce qui entraîne une accélération du fluide (Figure IV-9a) [Zavadsky, 1985]. Cette accélération est théoriquement à l'origine d'une dissymétrie des températures sur le profil horizontal (Figure IV-9b), cependant non relevée en ce qui concerne les expérimentations actuelles, avec la CMT de sortie.

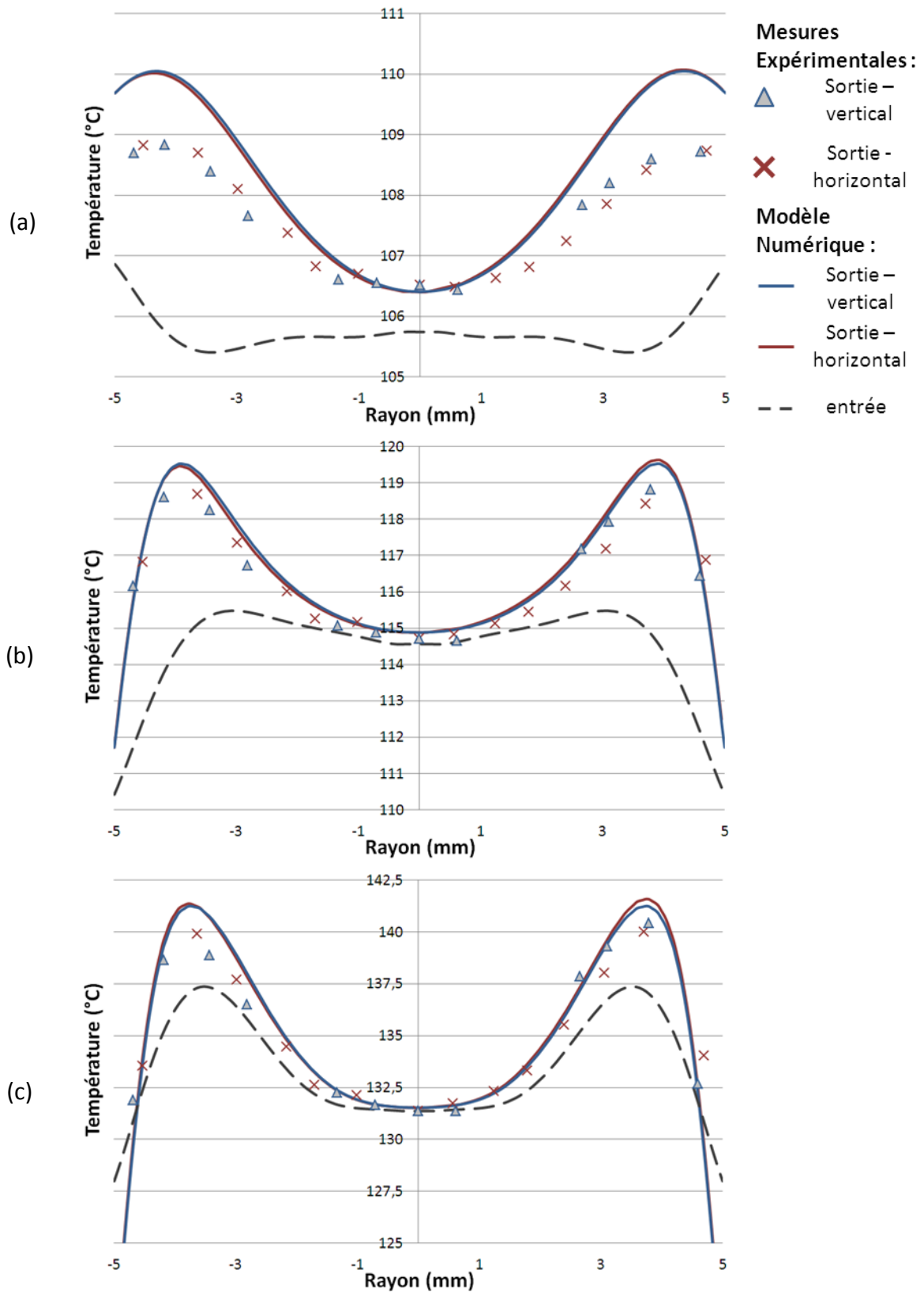


Figure IV-8 : Résultats de la validation numérique pour la configuration « coude 90° »
 (a) $N = 5 \text{ tr/min}$, (b) $N = 30 \text{ tr/min}$, (c) $N = 70 \text{ tr/min}$

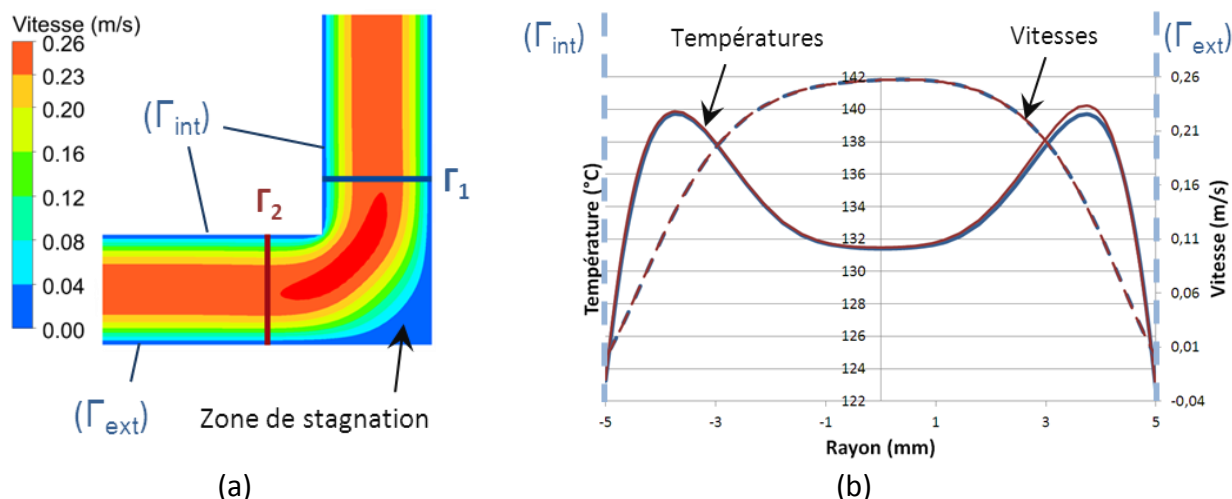


Figure IV-9 : (a) Champ de vitesse et zone de stagnation au niveau du coude, (b) profils de vitesse et de température avant (Γ_1) et après le coude (Γ_2), $N = 70$ tr/min

IV.2 Diviseur

IV.2.1 Géométrie d'écoulement et essais réalisés

La seconde configuration testée en assemblage « Té » est la configuration « Diviseur ». Elle consiste en une division de l'écoulement en deux sections de longueur identique, et de diamètre équivalent au diamètre d'entrée (diamètre 10 mm) (Figure IV-10).

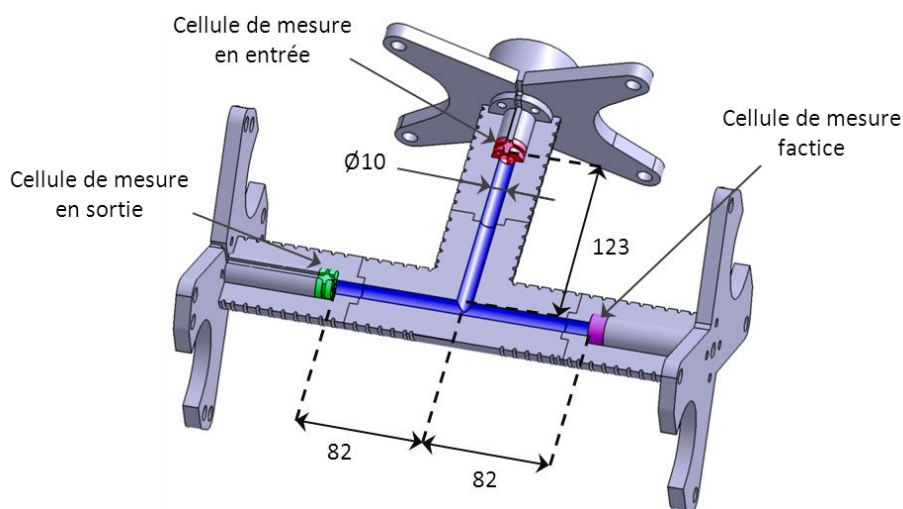


Figure IV-10 : Géométrie d'écoulement dans la configuration « Diviseur »

Les données relevées sont présentées dans le Tableau IV-4.

La bifurcation, qui correspond à une augmentation brusque de la section d'écoulement, est à l'origine d'une diminution importante des pressions dans l'écoulement. Par rapport aux essais canal droit, la différence de pression entre l'entrée et la sortie du dispositif (ΔP) est inférieure de 1,4 MPa à 5 tr/min, 1,6 MPa à 30 tr/min et de 1,2 MPa à 70 tr/min.

Contrairement aux autres géométries, la stabilisation dynamique n'est pas atteinte même à 70 tr/min. Le comportement mécanique est en effet différent en raison de la réduction du débit après la division de l'écoulement. La température donnée par le thermocouple matière près de la vis

présente une évolution similaire à celle observée dans les autres configurations d'étude. Elle augmente avec la vitesse de rotation et atteint 113°C à la vitesse de rotation maximale.

N (tr/min)	Q (kg/h)	P _{EXT} (MPa)	P _E (MPa)	P _S (MPa)	ΔP = P _E - P _S (MPa)	T _{EXT} (°C)
5	3,7	16,3	5,8	2	3,8	97
10	7,0	20,4	8,3	2,6	5,7	98
20	13,4	25,1	11,2	3,3	7,9	100
30	19,4	27,5	12,6	3,7	8,9	103
40	25,6	28,7	13,3	3,8	9,5	105
50	31,5	29,2	13,7	3,9	9,8	108
60	38,0	29,8	14,1	4,1	10	111
70	43,0	30,4	14,3	4,1	10,2	113

Tableau IV-4 : Données expérimentales relevées pour les essais avec la configuration « Diviseur »

Dans l'assemblage diviseur, la totalité des zones de régulation est utilisée (Figure IV-11). Pour avoir une répartition homogène du débit de l'écoulement entre la partie gauche (zones 4 à 6) et la partie droite (zones 8 à 10), il est important qu'une bonne homogénéité thermique soit respectée, c'est-à-dire que les températures relevées au-delà de 150 mm sur la partie gauche et sur la partie droite soient proches (Figure IV-12).

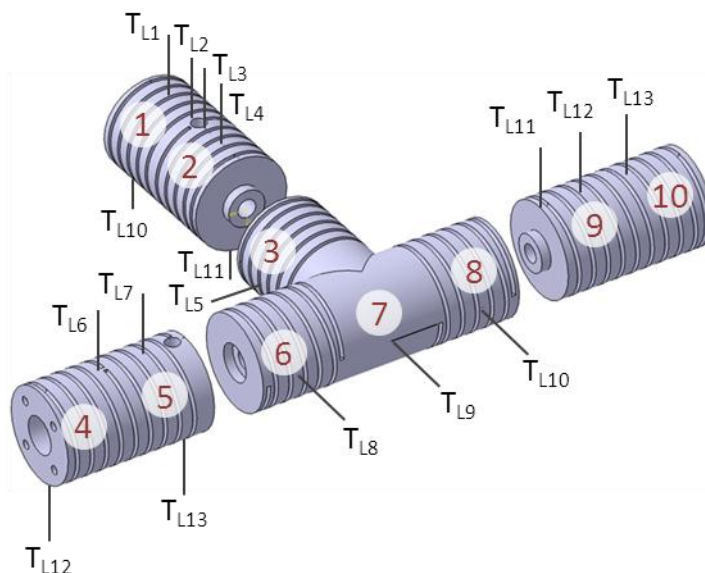


Figure IV-11 : Position des thermocouples de régulation et zones de régulation dans l'assemblage Té en configuration « Diviseur »

Comme on peut le noter sur la Figure IV-12, l'équilibrage thermique entre la partie droite et la partie gauche (correspondant à une position dans l'écoulement supérieur à 150 mm) est de bonne qualité. Nous remarquons, tout comme pour la configuration coude, que la température relevée au niveau du changement de direction est plus basse que pour le reste du dispositif.

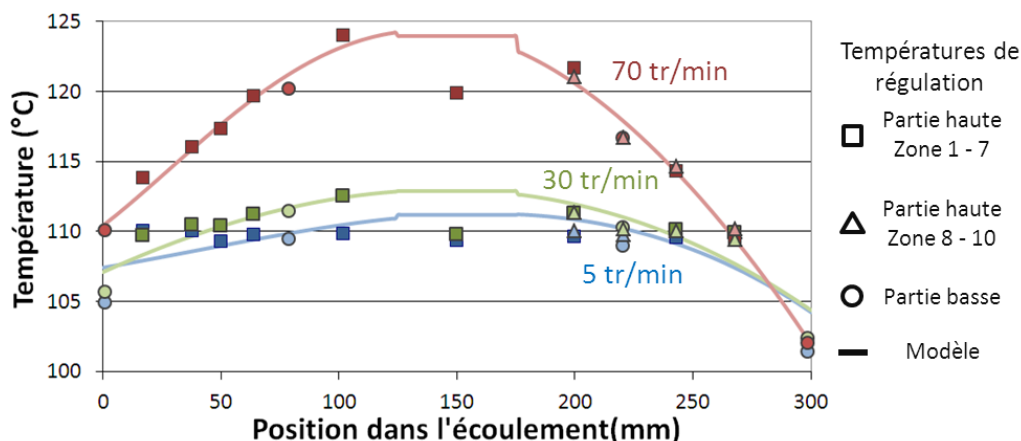


Figure IV-12 : Températures de régulation à 5, 30 et 70 tr/min en configuration « Diviseur 90° »

IV.2.2 Comparaison avec la configuration de référence

La Figure IV-13 présente la confrontation des profils de température relevés en sortie du dispositif avec la configuration « Diviseur » et la configuration « Canal droit ».

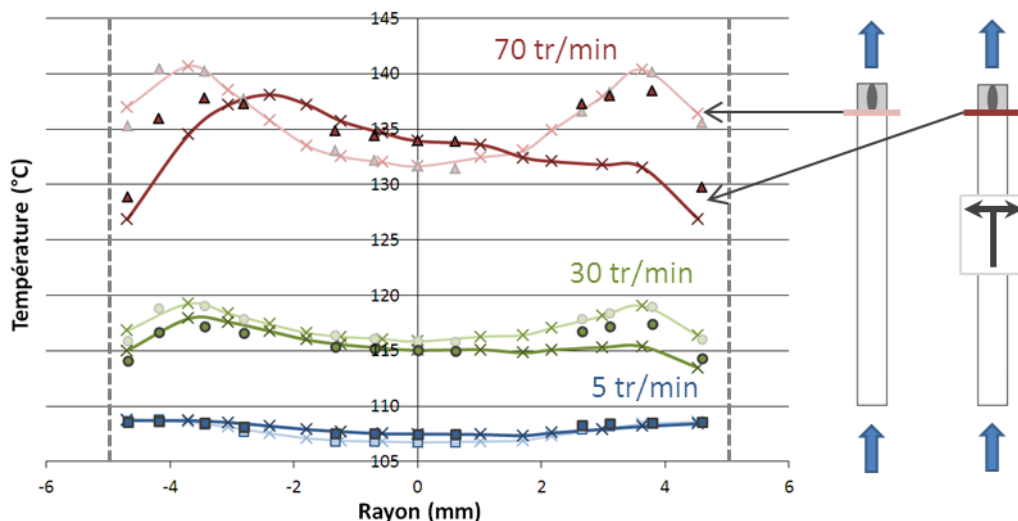


Figure IV-13 : Profils de températures relevés en sortie de l'écoulement pour les configurations « Diviseur » (couleurs foncées) et « Canal droit » (couleurs claires)

A 5 tr/min, la division de l'écoulement ne présente que peu d'influence sur la forme des profils de température par rapport au canal droit. L'écart cependant observable au centre de l'écoulement s'explique par la diminution du débit d'écoulement après la division, et donc d'une influence supplémentaire de la conduction par la paroi, c'est pourquoi en sortie la température est plus homogène. A 30 et 70 tr/min, et contrairement aux profils de température en configuration « Coude 90° », le changement de direction et la division de l'écoulement apportent d'importantes modifications par rapport à la configuration « Canal droit ».

Ainsi, à 30 tr/min :

- la température de l'élastomère est globalement plus faible. Les cisaillements étant moins importants dans la zone où le débit est diminué, la dissipation visqueuse est, elle aussi, moins importante.
- les pics de dissipation visqueuse se situent à la même position radiale que pour le canal droit. Toutefois, dans la configuration « Diviseur », ceux-ci sont inférieurs respectivement

de 1,8°C (proche paroi Γ_{int}) et 3,6°C (proche paroi Γ_{ext}) par rapport à la configuration « Canal droit ».

- une dissymétrie apparaît sur le profil horizontal (cf. notations Figure IV-4), avec une température plus élevée sur la paroi intérieure (Γ_{int})

A 70 tr/min les différences observables entre canal droit et diviseur sont accrues :

- la température de l'élastomère en sortie d'écoulement est beaucoup plus faible, en raison de l'important cisaillement supplémentaire subit par la matière en écoulement droit.
- près de la paroi intérieure (Γ_{int}), la position radiale du pic de dissipation visqueuse est plus proche du centre d'environ 1,3 mm
- la dissymétrie sur le profil horizontal est accentuée et entraîne un écart de 6,6°C au niveau des pics de dissipation visqueuse

Afin d'expliquer les phénomènes identifiés sur les profils relevés par la CMT en sortie, on utilise un modèle numérique, et une comparaison est réalisée pour les vitesses de rotation de vis de 5, 30 et 70 tr/min.

IV.2.3 Modélisation et comparaison

Le modèle numérique développé pour la validation de la configuration « Diviseur » est similaire à celui de la configuration « Coude 90° » avec cependant un plan de symétrie supplémentaire au niveau du plan $\overline{O_{XY}}$ (Figure IV-14).

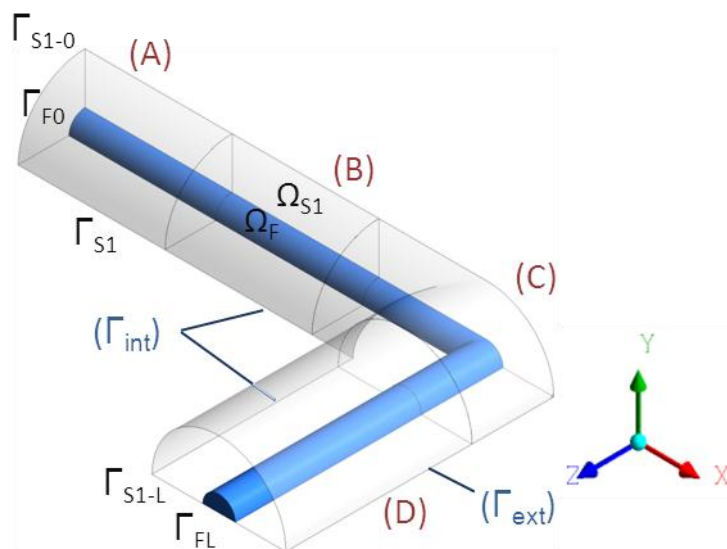


Figure IV-14 : Modèle numérique pour la configuration « Diviseur »

Comme précédemment la résolution se fait par cascade en décomposant la géométrie en quatre parties (A, B, C, D). A la différence du coude, dans la partie C, il n'est pas possible d'extruder un maillage surfacique le long de l'écoulement car la section passe d'¼ de cercle à ½ cercle. Un maillage volumique est donc appliqué à cette zone, maillage formé à la fois par des hexaèdres et des tétraèdres (Figure IV-15b, c). Un pas géométrique est appliqué près de la paroi de l'écoulement avec une première épaisseur de 50 µm et un facteur d'accroissement de 1,05 (Figure IV-15a). Les maillages des parties A, B et D sont déterminés de la même manière que dans le cas du modèle numérique pour le coude (cf. IV.1.3). Le nombre d'éléments total de la géométrie est de 464855, et le temps de résolution est d'environ 5h, et de 2h30 en partant de résultats de simulation précédents.

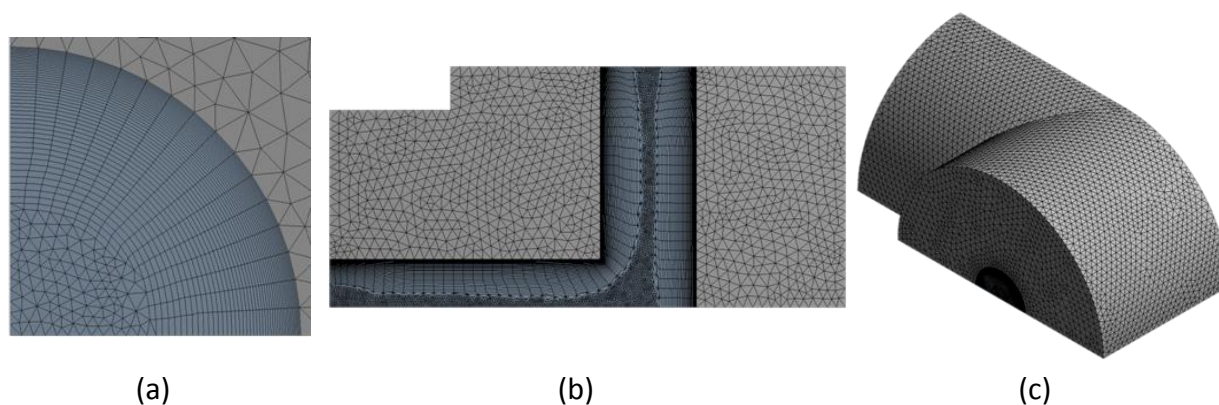


Figure IV-15 : Détail du maillage du modèle numérique « Coude 90° »
 (a) Maillage de Γ_{F0} – vue de face, (b) balayage du maillage – vue de dessous, (c) zone C

Les modèles pour représenter les températures de régulation, représentés sur la Figure IV-12, ainsi que le débit, la capacité thermique massique et la masse volumique ont été déterminés à partir des expérimentations avec la configuration « Diviseur » et appliqués au modèle numérique de la même manière que lors de l'étude de la configuration « coude 90° » (cf. IV.1.3). Le tableau IV-5 présente le récapitulatif des valeurs appliquées.

N (tr/min)	Q (kg/h)	ρ (kg.m ⁻³)	Cp (J.kg ⁻¹ .K ⁻¹)	\bar{T} (°C)
5	3,7	1049,2	1930	107,5
30	19,4	1045,1	1948	113,7
70	43,0	1031,7	2005	132,5

Tableau IV-5 : Récapitulatif des conditions limite appliquées au modèle « Diviseur »

IV.2.3.1 Correction spécifique du profil d'entrée

Contrairement aux autres géométries d'étude, l'ensemble de l'écoulement subit une modification de sa température en raison de la division et du changement de direction. Il est ainsi exclu pour cette géométrie de déterminer à partir de la température au centre du profil de sortie expérimental, le profil de température en entrée de l'écoulement. En première approximation nous établissons toutefois une correction à partir des deux hypothèses suivantes :

- La matière située au centre en entrée de l'écoulement est répartie après le changement de division sur un rayon compris entre 1,5 et 3 mm
- Cette matière n'a subi aucun changement de température, aussi bien avant qu'après le changement de direction

Ces deux hypothèses ne sont probablement pas fidèles à la réalité. En effet, une étude menée en utilisant la technique de suivi de particule (cf. Chapitre III.3.1), a démontré que la matière située au centre de l'écoulement en entrée (Γ_{F0}) était répartie, après le changement de direction et au niveau de la sortie (Γ_{FL}), sur un rayon compris entre 4,7 mm à 5 tr/min et 4,2 mm à 70 tr/min. La température du mélange sur cette zone varie puisqu'elle est soumise à d'importantes vitesses de cisaillements près de la paroi, mais elle est aussi impactée par les flux de pertes avec l'enveloppe d'acier. Remonter à la température exacte du centre à partir du profil expérimental de sortie sans CMT en entrée s'avère donc complexe. Considérer la zone comprise entre 1 et 3 mm comme celle

correspondant à la matière d'entrée est une alternative, qui sous-estime la correction nécessaire mais qui permet toutefois de nous rapprocher de la réalité.

Par cette méthode les corrections apportées aux profils d'entrée sont respectivement de 2,9°C à 30 tr/min et de 1,8°C à 70 tr/min.

En ce qui concerne l'essai à 5 tr/min, la correction de la présence de la CMT d'entrée consiste à corriger l'influence de la CMT d'entrée, comme pour les précédentes géométries.

IV.2.3.2 Résultats de validation numérique dans la configuration « diviseur »

Les différences de pressions relevées entre les deux capteurs de pression du dispositif sont confrontées aux pressions relevées numériquement dans le tableau IV-6.

N (tr/min)	$\Delta P_{\text{exp.}}$ (MPa)	$\Delta P_{\text{num.}}$ (MPa)	ϵ (MPa)	ϵ (%)
5	3,8	3,9	0,1	3,3
30	9	8,2	0,8	9,7
70	10,2	8,8	1,4	15,0

Tableau IV-6 : Différences de pressions expérimentales et numériques

L'écart entre pressions numériques et pressions expérimentales augmente avec N . A faible vitesse de rotation, les résultats sont très proches (3% d'écart), à 70 tr/min l'écart est de 15%, ce qui reste acceptable en prenant en compte la qualité des mesures de pression, ainsi que les incertitudes en terme de rhéologie.

Les résultats de validation à 5, 30 et 70 tr/min sont présentés sur la Figure IV-16. Les résultats numériques ne sont pas aussi proches des résultats expérimentaux que pour le canal droit et le coude. La température moyenne est nettement supérieure dans le cas du modèle numérique, ce qui découle probablement de la trop faible correction du profil d'entrée.

A 5 tr/min, les températures calculées numériquement sont plus élevées près des parois. De la même manière que pour la configuration « coude 90° », ces variations peuvent être attribuées à la non-homogénéité des températures de régulation. Celle-ci ayant un impact plus important qu'à moyen ou haut débit.

A 30 tr/min, l'écart moyen entre les températures expérimentales et numériques sur l'ensemble du diamètre est de 0,6°C, et les formes des profils de température calculés sont fidèles aux profils de température expérimentaux.

A 70 tr/min, nous pouvons faire les observations suivantes :

- les températures calculées et mesurées près de la paroi sont très proches,
- la forme du profil vertical calculé est fidèle à l'expérimental
- les variations de température au centre du profil horizontal numérique sont proches de celles du profil expérimental
- les profils de température, horizontaux et verticaux, se croisent bien au centre de l'écoulement

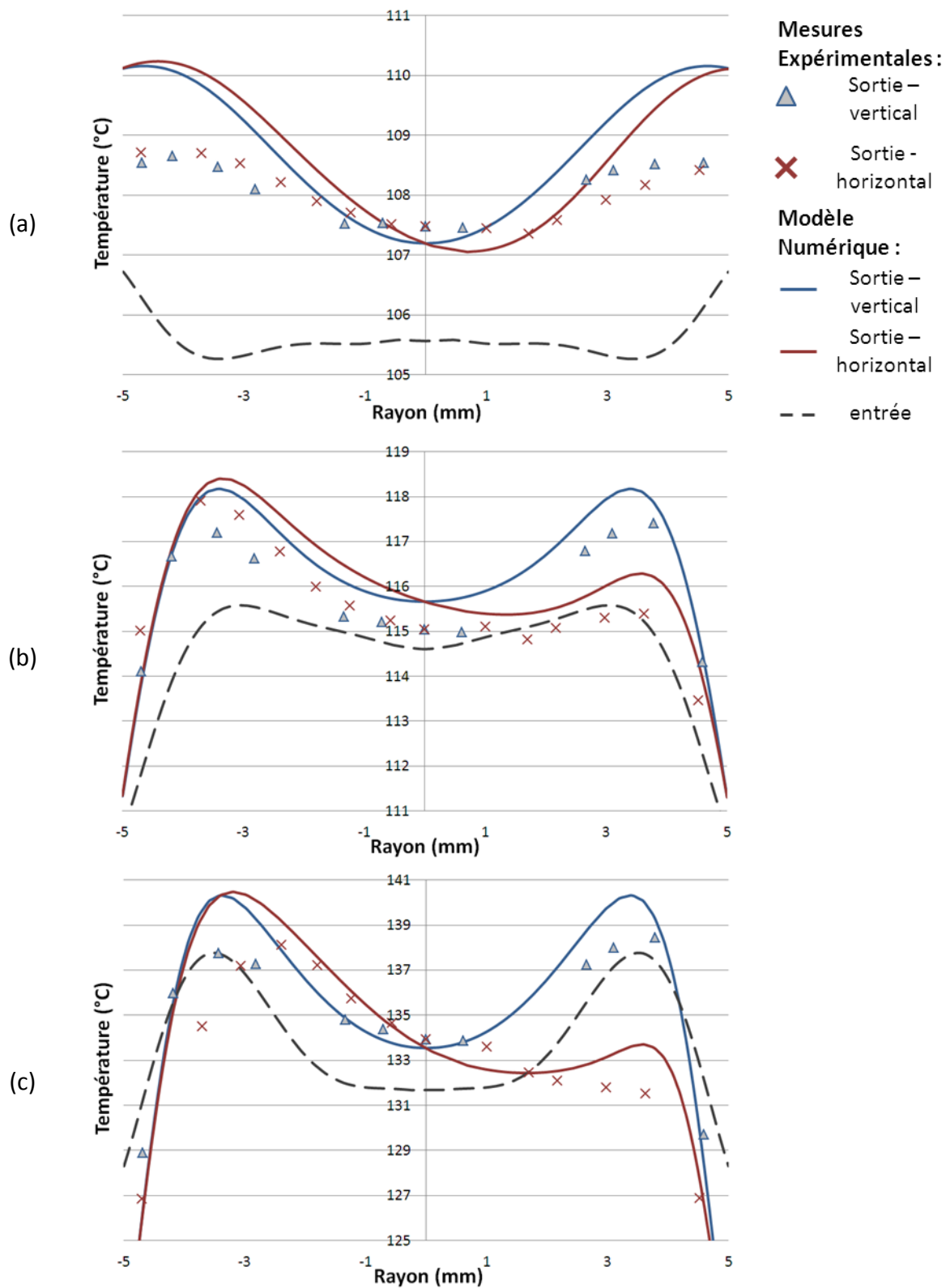


Figure IV-16 : Résultats de la validation numérique pour la configuration « diviseur »
 (a) $N = 5 \text{ tr/min}$, (b) $N = 30 \text{ tr/min}$, (c) $N = 70 \text{ tr/min}$

La différence la plus importante se situe au niveau du profil horizontal près de la paroi intérieure (Γ_{int}). Le modèle numérique ne prévoit pas un décalage aussi important du pic de dissipation visqueuse (Figure IV-17).

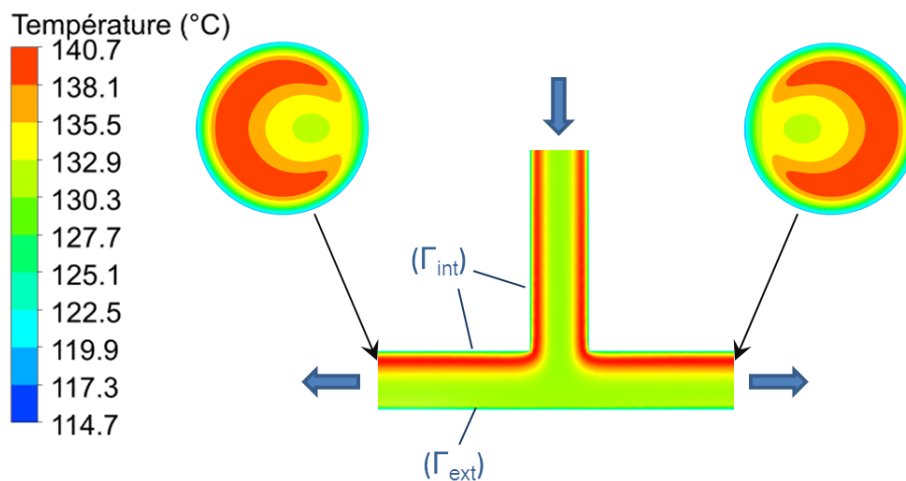


Figure IV-17 : Champ de température dans la géométrie « Diviseur », $N = 70$ tr/min

Il n'y a pas de mélangeage lors de la division : la matière qui était située sur la paroi intérieure (Γ_{int}) et qui avait subi l'échauffement par dissipation visqueuse dans la section canal droit reste près de la paroi intérieure. Ce fait est mis en évidence sur les profils expérimentaux de sortie. Mais le décalage du pic à 70 tr/min montre que la veine d'écoulement a été décalée, contrairement à ce que prédit le modèle numérique (Figure IV-18a). Celui-ci prévoit une seule zone de stagnation de la matière située près de la paroi extérieure (Γ_{ext}) suivie d'un redéploiement rapide de la matière sur l'ensemble du diamètre. Il est pourtant parfois admis qu'il existe une seconde zone de stagnation près de la paroi intérieure (Γ_{int}).

L'hypothèse suivante, qui reste à vérifier, pourrait expliquer le phénomène observé expérimentalement :

- L'angle à 90° pourrait être à l'origine, à débit élevé, d'un comportement de l'écoulement plus complexe que celui pris en compte par les équations du modèle (Figure IV-18b, zone 2) : rééquilibrage des vitesses moins rapide, zone de stagnation plus large, etc.
- Le profil de vitesse ne se redéveloppe pas immédiatement sur l'ensemble du diamètre comme prédit en numérique (Figure IV-18c, Γ_A) mais est décalé vers la paroi extérieure Γ_{ext} (Figure IV-18c, Γ_B)

Cette hypothèse induit que le profil de vitesse de la section d'écoulement nécessiterait une longueur plus importante avant d'arriver à stabilisation, stabilisation vraisemblablement non atteinte au niveau de la CMT de sortie.

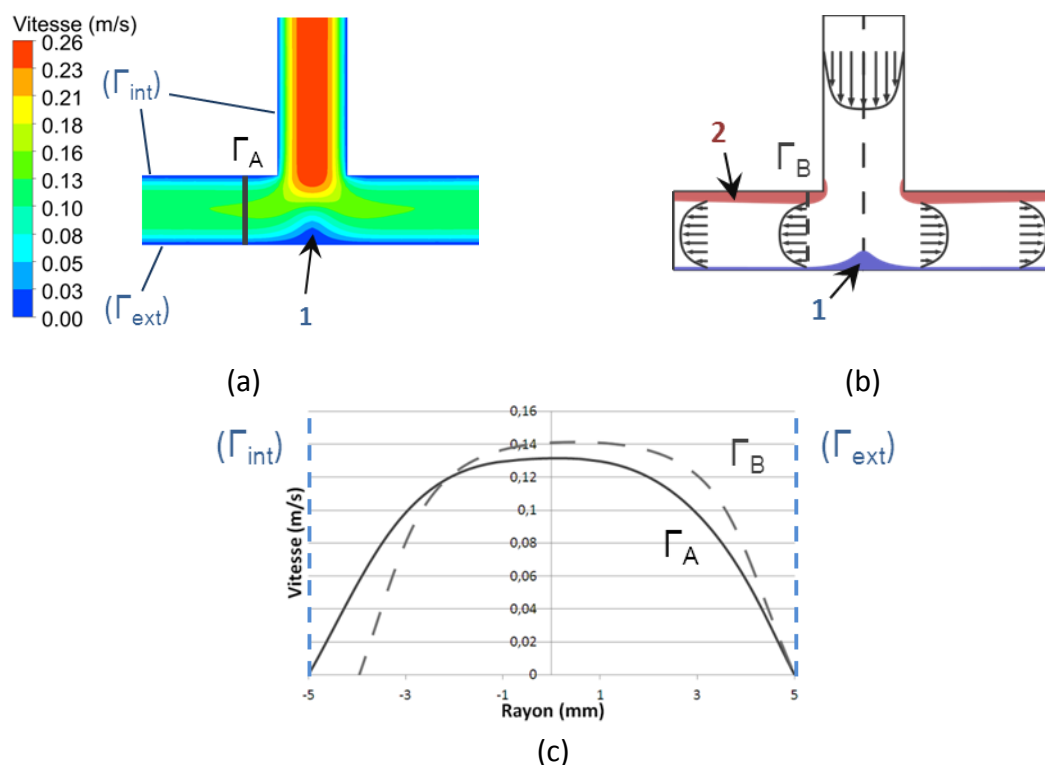


Figure IV-18 : Champ de vitesse et répartition de la matière après la division à 70 tr/min
 (a) Champ de vitesse dans le diviseur issu du modèle numérique,
 (b) Schéma explicatif du phénomène de décalage du pic de dissipation visqueuse près de la paroi intérieure Γ_{int} avec apparition d'une zone de rééquilibrage (2),
 (c) Profils de vitesse numérique (Γ_A) et supposé (Γ_B) décalé dans le cas d'une zone de rééquilibrage (2) près de la paroi intérieure

IV.3 Divergent

IV.3.1 Géométrie d'écoulement et essais réalisés

L'utilisation de l'enveloppe « Porte-filière » sans introduction de filière permet d'étudier un écoulement divergent de diamètre 20 mm. Le passage du diamètre 10 à 20 mm, que ce soit en entrée ou en sortie se fait de manière franche. La configuration « Divergent » et ses dimensions sont données sur la Figure IV-19:

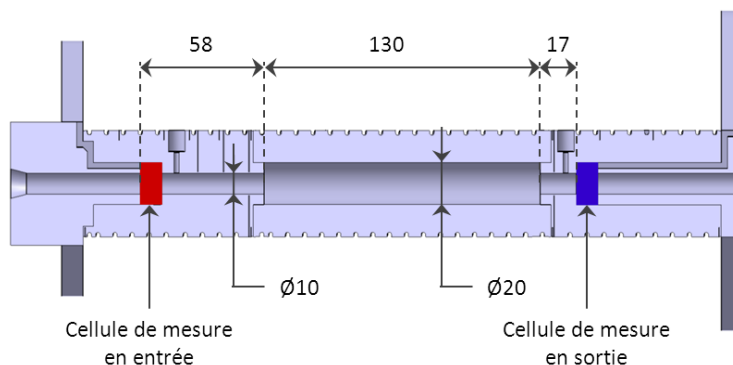


Figure IV-19 : Géométrie d'écoulement dans la configuration « divergent », vue en coupe

Les données mesurées pour les tests réalisés dans cette configuration sont présentées dans le tableau IV-7.

N (tr/min)	Q (kg/h)	P_{EXT} (MPa)	P_E (MPa)	P_S (MPa)	$\Delta P = P_E - P_S$ (MPa)	T_{EXT} (°C)
5	3,8	14,4	6,1	3,7	2,4	97
10	7,2	18,2	7,9	4,5	3,4	98
30	20,2	24,1	11	5,7	5,3	103
50	32,6	25,8	12	6,1	5,9	107
70	45	26,2	12,3	6,1	6,2	112

Tableau IV-7 : Données expérimentales relevées pour les essais avec la configuration « Divergent »

La géométrie « Divergent » est celle qui présente les pressions les plus faibles entre toutes les géométries testées dans ce travail. Par comparaison des pressions relevées avec la configuration canal droit, l'écart de pressions sur les ΔP est de 2,7 MPa à 5 tr/min et 5,3 MPa à 70 tr/min.

Les pressions plus faibles rencontrées avec cette géométrie sont à l'origine d'un débit plus important. Par comparaison avec la géométrie « diviseur », l'augmentation de débit à 70 tr/min est de 2 kg/h, et atteint même 3,8 kg/h par rapport à la géométrie canal droit.

Tout comme dans la configuration « Diviseur », et bien que la pression P_S relevée en sortie semble stabilisée, la stabilisation dynamique (ΔP) n'est pas atteinte à 70 tr/min.

IV.3.2 Comparaison avec la configuration de référence

Les profils de température relevés par la CMT en sortie du dispositif dans la configuration « Divergent » sont comparés à l'essai de référence « canal droit » sur la Figure IV-20.

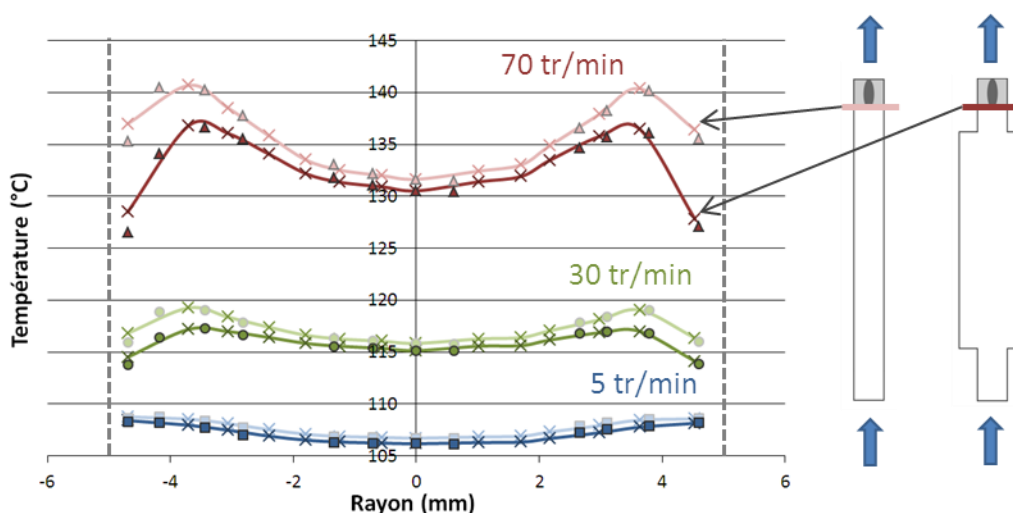


Figure IV-20 : Profils de température relevés par la CMT de sortie dans la configuration « Canal droit » (couleurs claires) « Divergent » (couleurs foncées)

Sur l'ensemble des essais, la température moyenne de l'écoulement est plus faible dans le cas de la géométrie « Divergent ». On peut noter :

- Une diminution de la température au centre du profil de température respectivement de 0,5°C, 0,7°C et 1,1°C à $N = 5, 30$ et 70 tr/min
- Une diminution des pics de dissipation visqueuse respectivement de 0,6°C, 2,1°C et 3,9°C à $N = 5, 30$ et 70 tr/min

Nous attribuons le premier effet à la diminution importante des pressions dans la géométrie. Le travail de la vis dans la matière résulte en un niveau moindre d'énergie dissipée, les profils d'entrée sont de ce fait à température relativement plus faible. Le second effet est directement lié à l'augmentation du diamètre de l'écoulement. Les vitesses de cisaillement sont réduites et avec elles l'importance du terme de dissipation visqueuse. A 5 tr/min, l'écoulement est régi principalement par la conduction thermique, ce qui explique que l'écart obtenu entre les deux géométries soit alors sensiblement le même sur l'ensemble du diamètre.

La température près de la paroi diffère d'une géométrie à l'autre, principalement à moyen et haut débit. Ce phénomène peut très certainement être attribué à l'effet de réservoir et l'apparition d'une zone de stagnation juste avant le passage en diamètre 10. La matière en mouvement n'est plus en contact direct avec la paroi de la filière mais avec de la matière stagnante ce qui modifie les flux de conduction.

IV.3.3 Modélisation et comparaison

Un modèle axisymétrique a été développé pour modéliser la géométrie du « Divergent ». La Figure IV-21a présente la géométrie du modèle numérique. Comme pour le canal droit, un maillage à pas géométrique est appliqué, avec un facteur d'augmentation de l'épaisseur des couches de 1,05 à la paroi de l'écoulement avec une première épaisseur de 10 μm . Le détail du maillage près du changement de diamètre d'écoulement est présenté sur la Figure IV-21b. Le modèle est composé de 71271 éléments de maillage, un temps de 552 s est nécessaire pour la résolution.

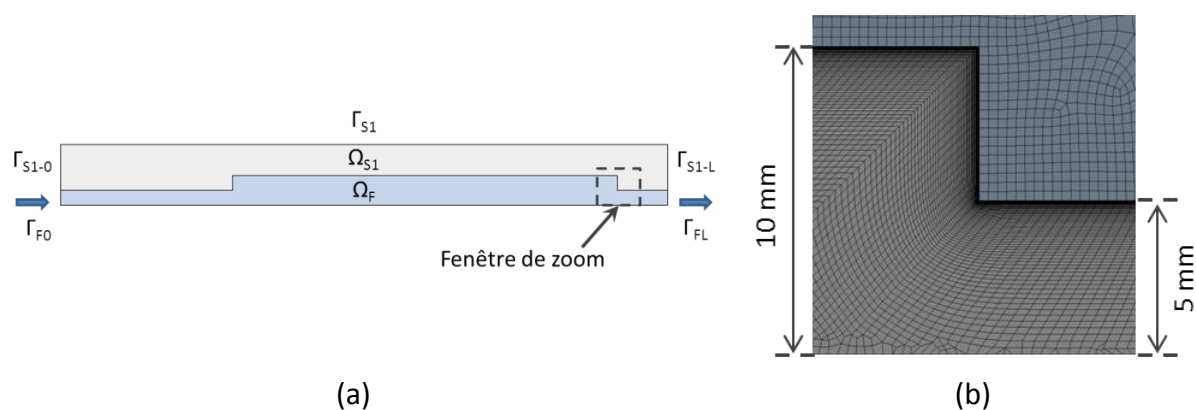


Figure IV-21 : (a) Géométrie du modèle numérique « Divergent », (b) Détail du maillage au niveau du changement de diamètre

La démarche suivie précédemment lors de l'étude du canal droit (cf. Chapitre III.2.3), est utilisée pour la détermination de l'ensemble des conditions aux limites ainsi que les corrections appliquées aux profils d'entrée. Le tableau IV-8 donne les conditions aux limites de débit et les valeurs de masse volumique et de capacité thermique massique du mélange.

N (tr/min)	Q (kg/h)	ρ (kg.m ⁻³)	Cp (J.kg ⁻¹ .K ⁻¹)	\bar{T} (°C)
5	3,8	1049,4	1929	107,1
30	20,2	1045,2	1948	113,6
70	45	1032,8	2001	131

Tableau IV-8 : Récapitulatif des conditions limite appliquées au modèle « Diviseur »

Les différences de pressions relevées expérimentalement et calculées numériquement sont présentées dans le tableau IV-9.

N (tr/min)	$\Delta P_{exp.}$ (MPa)	$\Delta P_{num.}$ (MPa)	ϵ (MPa)	ϵ (%)
5	2,5	2,1	0,4	16,0
30	5,3	4,4	0,9	18,4
70	6,1	5	1,1	20,3

Tableau IV-9 : Différences de pressions expérimentales et numériques

Les écarts de pressions relevés expérimentalement sont plus élevés que les écarts calculés par le modèle numérique. Au-delà des erreurs commises sur le relevé des pressions et sur la détermination de la rhéologie thermodépendante, des effets de viscoélasticité peuvent présenter dans le cas de la configuration « Divergent », une influence non-négligeable.

Les résultats de validation pour 5, 30 et 70 tr/min sont présentés sur la Figure IV-22. Sur l'ensemble de ces validations, le modèle numérique traduit de manière relativement efficace le comportement du mélange en présence de changements brusques de diamètre. A 5 tr/min, on constate un bon accord entre le profil de température calculé et les points expérimentaux. On observe un faible écart de température de 0,4°C au centre de l'écoulement, et de 0,5°C près des pics de dissipation visqueuse. Nous avons obtenu des résultats analogues lors de l'étude du canal droit.

A 30 tr/min, le profil numérique est proche du profil expérimental. Toutefois celui-ci présente une dissymétrie, signe probable d'une modification du champ de vitesse lors du passage du diamètre 20 au diamètre 10 mm. La température au centre de l'écoulement évolue entre l'entrée et la sortie. Cet écart s'explique par les vitesses plus faibles dans la section de diamètre 20 mm, augmentant ainsi l'effet de la conduction dans le fluide.

A 70 tr/min, la correction du profil d'entrée est moins fiable. En effet, le profil expérimental imposé en entrée, et corrigé, est plus proche du profil expérimental de sortie que le profil numérique de sortie. Cette différence s'explique principalement par la différence de travail de la matière autour de la vis. L'écoulement « Divergent » génère moins de perte de pression et donc moins de travail et de dissipation dans la vis. La réduction de vitesse générée par l'augmentation de section dans le « Divergent » entraîne un poids accru du terme de conduction. Cela entraîne une évolution accrue de la température au centre de l'écoulement et une difficulté supplémentaire pour corriger le profil de température d'entrée.

Ces résultats montrent, qu'appliquer en entrée de l'écoulement les profils relevés expérimentalement par la CMT d'entrée dans la configuration du canal droit ne suffit plus. Il faudrait procéder à des expérimentations complémentaires avec la CMT d'entrée dans la configuration actuelle.

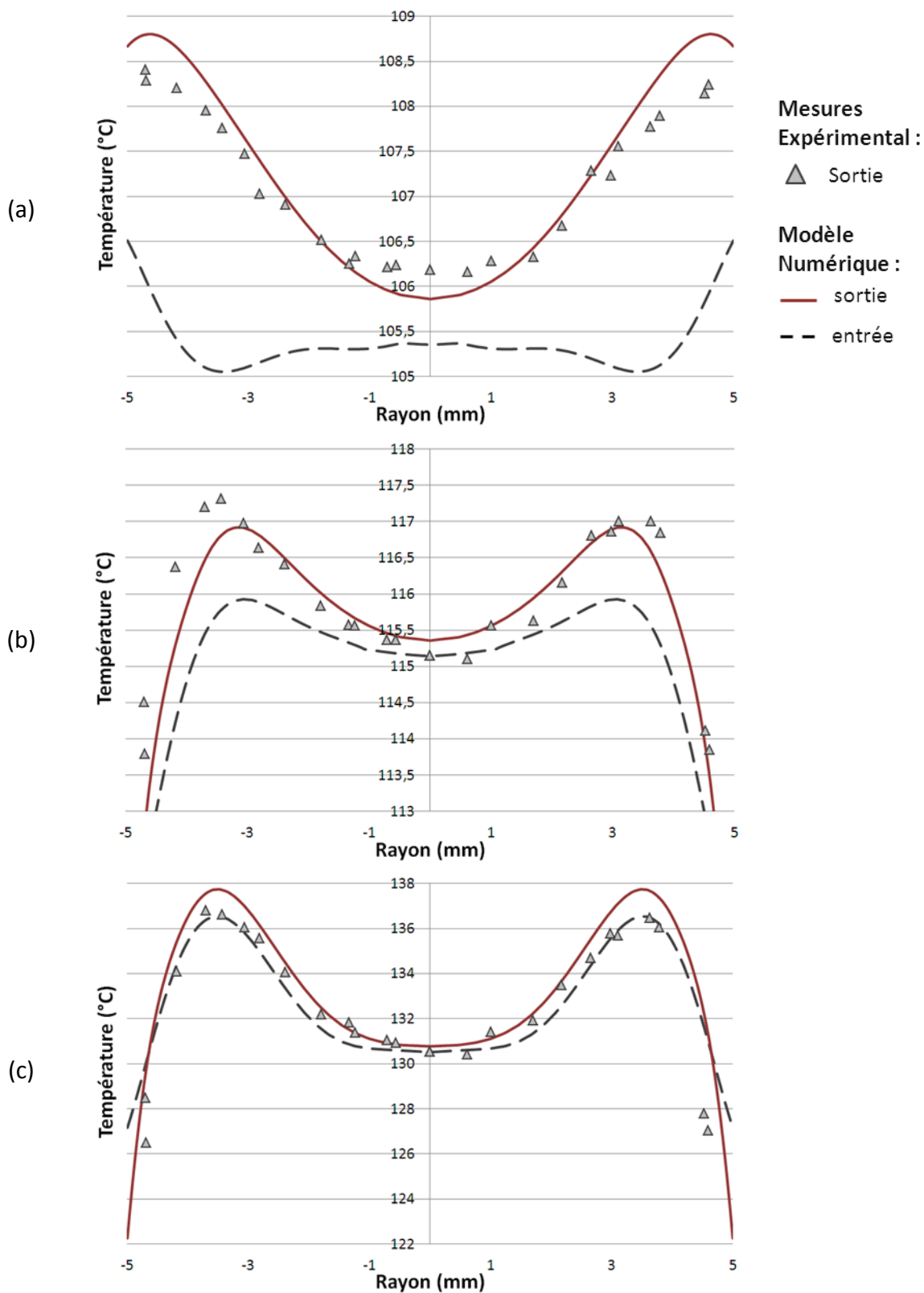


Figure IV-22 : Résultats de la validation numérique pour la configuration « divergent »
 (a) $N = 5 \text{ tr/min}$, (b) $N = 30 \text{ tr/min}$, (c) $N = 70 \text{ tr/min}$

IV.4 Convergent

IV.4.1 Géométrie d'écoulement et essais réalisés

La dernière configuration testée est un canal convergent vers un diamètre de 5 mm. La géométrie d'écoulement entre les deux CMT est représentée sur la Figure IV-23:

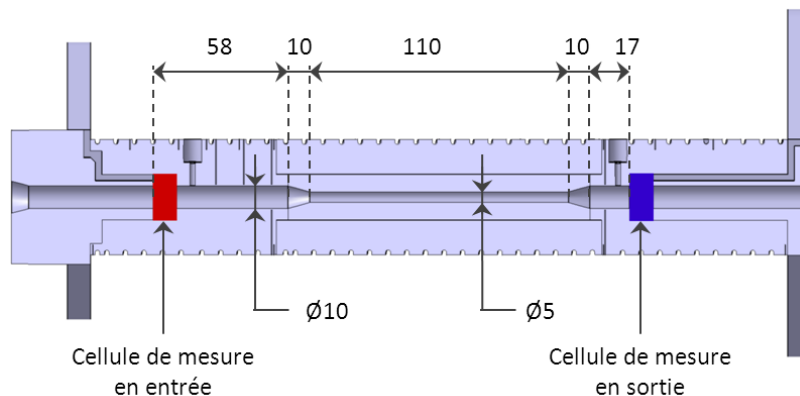


Figure IV-23 : Géométrie d'écoulement dans la configuration convergent, vue en coupe

Seulement deux essais ont été réalisés avec cette géométrie. En effet la réduction du diamètre de l'écoulement entraîne une augmentation importante des pressions, atteignant rapidement la limite de sécurité de 35 MPa de l'extrudeuse. La configuration « convergent » a donc été limitée aux vitesses de rotation de vis de 5 tr/min et 6,2 tr/min. Les données relevées lors de ces deux essais sont présentées dans le tableau IV-10.

N (tr/min)	Q (kg/h)	P_{EXT} (MPa)	P_E (MPa)	P_S (MPa)	$\Delta P = P_E - P_S$ (MPa)	T_{EXT} (°C)
5	2,5	33,4	20,2	2,8	17,4	94
6,2	3,1	34,9	21,2	3	18,8	94

Tableau IV-10 : Données expérimentales relevées pour les essais avec la configuration « convergent diamètre 5 mm »

En sortie de vis, à 5 tr/min, la pression relevée par le capteur de pression de l'extrudeuse est de 33,4 MPa, soit 15 MPa de plus que dans le cas de la configuration « Canal droit » dans les mêmes conditions d'essais. De la même manière, la différence de pression entre l'entrée et la sortie du dispositif est fortement augmentée, puisqu'elle est supérieure de 12 MPa à celle relevée dans la configuration « Canal droit » à la même vitesse de rotation.

Pour les deux vitesses de rotation testées, les températures de régulation sur la zone d'étude sont stables autour de 110°C à plus ou moins 0,7°C. La Figure IV-24 présente la comparaison des profils relevés en sortie du dispositif pour les deux essais de la configuration « Convergent ».

L'augmentation de la vitesse de rotation de la vis de 5 à 6,2 tr/min entraîne une augmentation de la température proche des parois de 0,3°C et à l'inverse une diminution de la température au centre de l'écoulement de 0,6°C.

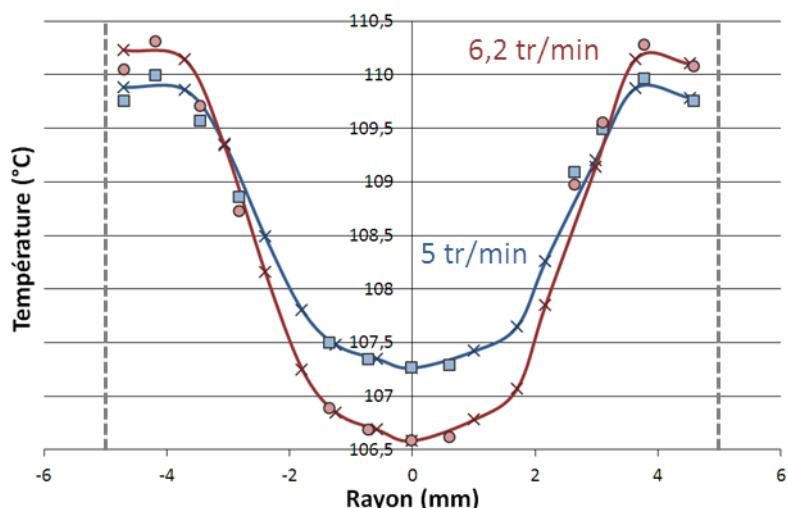


Figure IV-24 : Profils de température en sortie de la configuration « Convergent », pour des vitesses de rotation de 5 et 6,2 tr/min

Ces deux phénomènes s'expliquent par l'augmentation globale de la vitesse. Dans une telle configuration, la vitesse moyenne de l'écoulement dans la section de diamètre 5 mm passe de 3,3 cm/s (à 5 tr/min), à 4,1 cm/s (à 6,2 tr/min), soit une augmentation de 24%. De ce fait, la dissipation visqueuse augmente près des parois. D'autre part, le poids du terme de conduction depuis la filière vers le centre de l'écoulement diminue du fait de l'augmentation de la vitesse.

IV.4.2 Comparaison avec la configuration de référence

La Figure IV-25 présente une comparaison entre les profils de température relevés en sortie à 5tr/min pour les configurations « Canal droit » et « Convergent ».

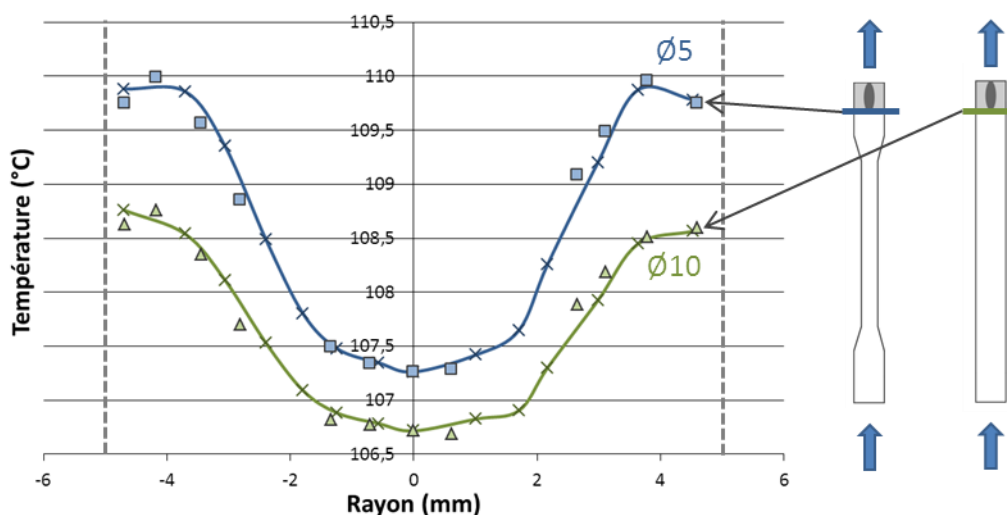


Figure IV-25 : Profils de température en sortie relevés dans les configurations « Convergent » (Ø5), et « Canal droit » (Ø10), pour une vitesse de rotation de 5 tr/min

La comparaison des résultats obtenus pour la configuration « Convergent » et la configuration de référence à 5 tr/min montre nettement l'influence de la réduction de la section d'écoulement sur les températures. L'écart de température peut atteindre jusqu'à 1,5°C au niveau des pics de dissipation visqueuse, et 0,6°C au centre de l'écoulement.

IV.5 Etude comparative des différents éléments et conclusion

Au-delà de l'influence de chaque géométrie sur l'évolution du profil de température, il est intéressant de qualifier le comportement thermique des différents éléments. Dans cette partie, nous nous proposons de déterminer pour chaque géométrie les échauffements dus à la dissipation visqueuse dans l'écoulement, selon la méthode utilisée lors de l'étude du canal droit (cf. Chapitre III.2.6).

IV.5.1 Influence de la dissipation visqueuse et potentiel énergétique

Nous calculons les échauffements dus à la dissipation visqueuse à partir d'une série de nouvelles simulations, similaires à celles réalisées pour la validation numérique, mais cette fois-ci sans prise en compte de la dissipation visqueuse dans l'écoulement. Cette méthode permet de s'affranchir des flux de chaleur dus à la régulation thermique de l'outillage.

Les échauffements par dissipation visqueuse $\delta T_L^W(x,y)$ (x et y étant les coordonnées cartésiennes de la section de sortie) obtenus en sortie de chaque géométrie sont présentés sur la Figure IV-26 pour 5, 30 et 70 tr/min.

Les géométries canal droit et coude 90° sont les géométries qui sont à l'origine des échauffements les plus importants. La réduction de débit dans le divergent et le diviseur (après la division) est à l'origine d'un cisaillement moindre. On remarque que les géométries coude et divergent n'ont pas d'impact significatif sur la répartition spatiale des températures sur le champ en sortie, par comparaison avec le canal droit.

Le coude est à l'origine d'échauffements légèrement plus importants en raison de la réduction de la veine d'écoulement et donc de l'augmentation du cisaillement dans cette zone.

Finalement, à partir de la détermination du δT_L^W de mélange $\overline{\delta T_L^W}$ (équation 45), et des puissances générées dans l'écoulement avec et sans dissipation visqueuse (respectivement équations 46 et 47), nous calculons le pouvoir dissipatif pour chaque géométrie (équations 48 et 49).

$$\overline{\delta T_L^W} = \frac{\iint_S \delta T_L^W(x,y) V(x,y) dS}{\iint_S V(x,y) dS} \quad (45)$$

$$\phi = Q Cp (\overline{T_S^W} - \overline{T_E^W}) \quad (46)$$

$$\phi' = Q Cp (\overline{T_S'} - \overline{T_E'}) \quad (47)$$

$$\phi - \phi' = Q Cp [(\overline{T_S^W} - \overline{T_S'}) - (\overline{T_E^W} - \overline{T_E'})] \quad (48)$$

$$\delta\phi^W = \phi - \phi' = Q Cp (\overline{\delta T_L^W} - 0) \quad (49)$$

Avec Q le débit massique dans l'écoulement et Cp la capacité thermique massique. ϕ et ϕ' sont les puissances dissipées dans l'écoulement entre l'entrée et la sortie respectivement avec et sans prise en compte de la dissipation visqueuse. $\delta\phi^W$ représente donc la puissance générée uniquement par dissipation visqueuse. Nous la représentons pour chaque géométrie en fonction de la vitesse de rotation sur la Figure IV-27.

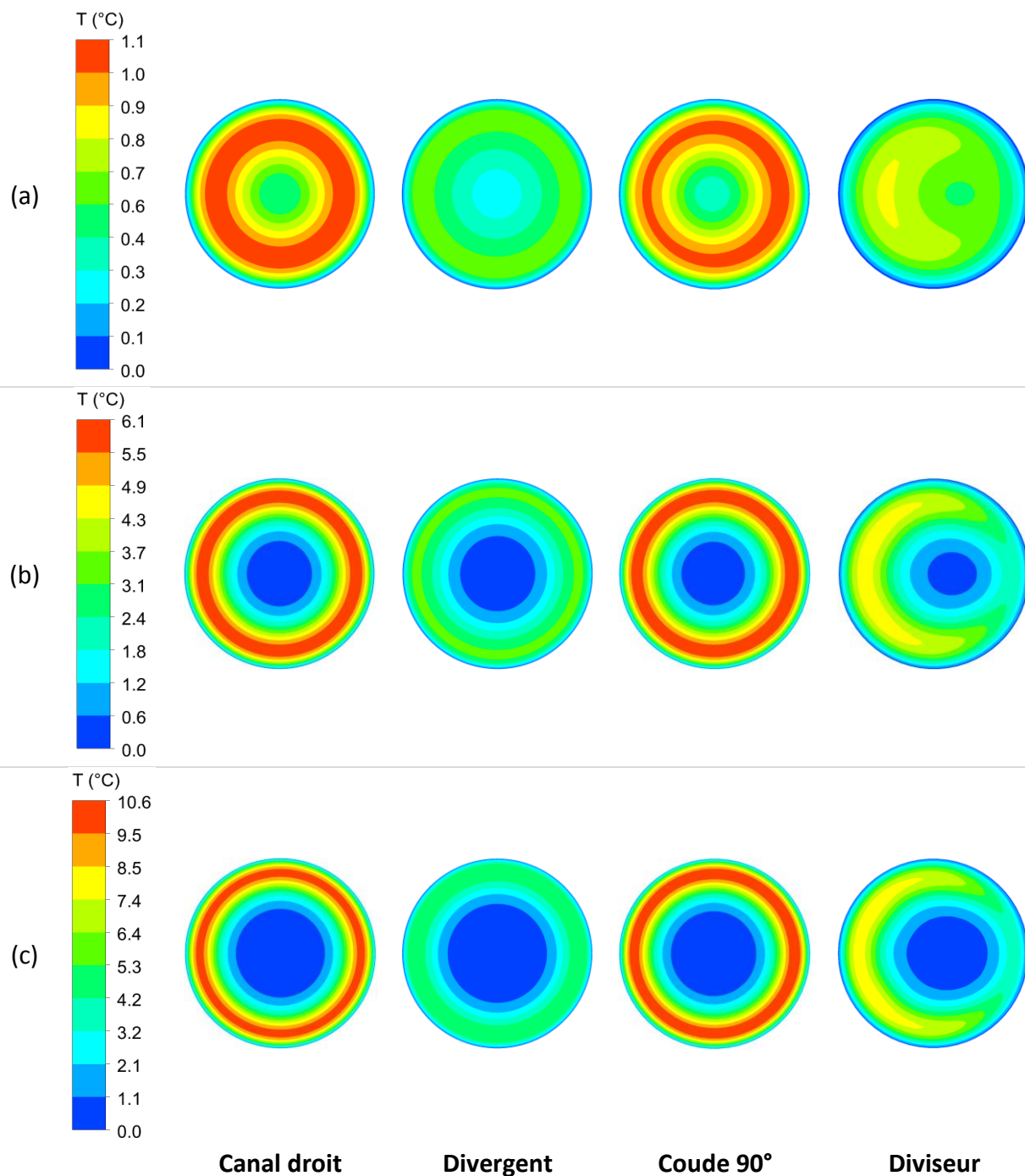


Figure IV-26 : Elévations de température dans les géométries dues à la dissipation visqueuse, (a) 5 tr/min, (b) 30 tr/min, (c) 70 tr/min

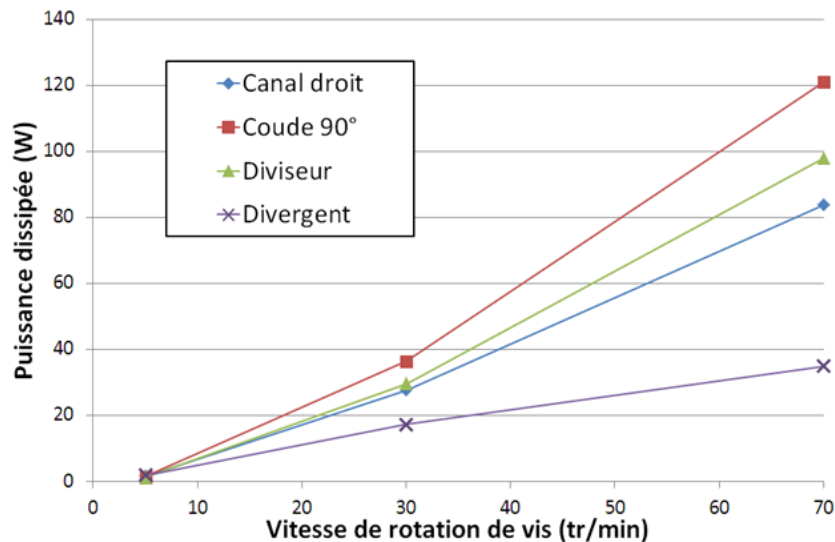


Figure IV-27 : Potentiel énergétique selon les géométries en fonction de l'évolution de la vitesse de rotation de la vis de l'extrudeuse

Par comparaison avec le canal droit, ces résultats permettent d'évaluer efficacement l'importance des modifications de géométries.

La valeur de 121W atteinte pour le coude est importante d'autant plus que dans les moules d'injection, les diamètres de canaux sont en général plus faibles que celui des géométries testées. Le coude est à l'origine d'une augmentation de 44% de la puissance dissipée à 70 tr/min par rapport au canal droit. Nous attribuons cette augmentation à deux effets. D'une part l'augmentation de température est plus importante dans le cas du coude, en raison de la réduction de la veine d'écoulement et de l'augmentation de cisaillement dans cette zone. Par ailleurs, le léger décalage du champ de température suite au changement de direction a une importance non-négligeable sur le calcul de la température de mélange, d'autant plus que les zones échauffées dans le canal droit sont de plus en plus concentrées à la paroi avec l'augmentation de la vitesse de rotation, là où les vitesses sont très faibles.

Le diviseur, malgré l'importante réduction du débit après le Té, entraîne également une augmentation de 17% de la puissance dissipée par rapport au canal droit à 70 tr/min. La division du champ thermique donne de l'importance à l'échauffement par dissipation visqueuse. Initialement située près de la paroi, où les vitesses d'écoulement sont faibles, la matière échauffée est redistribuée après la division sur une zone plus large de l'écoulement. La température de mélange correspondante est ainsi largement augmentée.

On observe une influence croisée de la géométrie et du débit. On définit alors le facteur de conversion d'énergie κ , qui permet d'évaluer l'aptitude d'une géométrie à transformer l'énergie mécanique en échauffement au sein de l'écoulement (équation 50).

$$\kappa = \frac{\delta\phi^W}{Q_v \cdot \Delta P} \quad (50)$$

Avec Q_v le débit volumique de la matière, et ΔP l'écart de pression entre l'entrée et la sortie de la géométrie. Le dénominateur de cette expression représente le travail mécanique fourni, et donc le maximum d'énergie disponible dans l'écoulement. Ce nombre adimensionné représente donc le rapport de l'énergie utilisée pour l'échauffement du fluide par dissipation visqueuse sur l'énergie maximale disponible. Une valeur de 1 signifie que la totalité de l'énergie dissipée est conservée dans

la matière sous la forme d'échauffement, et donc que le régime thermique de l'écoulement est adiabatique.

L'évolution de κ en fonction de l'évolution de la vitesse de rotation est donnée pour chaque géométrie sur la Figure IV-28.

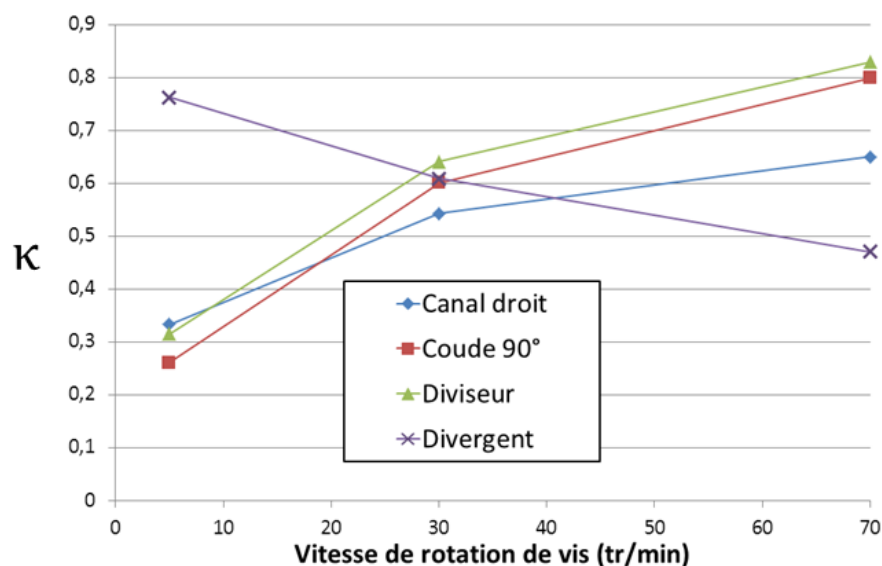


Figure IV-28 : Potentiel énergétique selon les géométries en fonction de l'évolution de la vitesse de rotation de la vis de l'extrudeuse

On constate deux comportements différents. Pour les géométries canal droit, coude et diviseur, κ augmente avec la vitesse de rotation de la vis. En effet, N augmentant, l'énergie générée augmente et les pertes par conduction à la paroi diminuent. Dans le cas du coude et du diviseur, l'énergie dissipée prend une importance supérieure en raison de la modification spatiale du champ de température, étant donné que la température est normée par les vitesses d'écoulement.

Dans le cas du diviseur, la tendance est inversée. A faible débit, la puissance dissipée est moindre et les pertes par conduction aux parois sont très faibles. Lorsque la vitesse de rotation augmente, la dissipation s'accroît, mais la géométrie diviseur possède une surface plus importante, d'où la difficulté de cette géométrie à conserver l'énergie dans l'écoulement.

Le critère utilisé est un critère global de l'efficacité en échauffement. D'autres critères peuvent être développés dans la continuité. Par exemple dans le cas d'une recherche de géométrie optimale, nous pourrions prendre en compte, la surface d'échange, le volume ou encore les zones de stagnation. Nous pourrions par cette méthode déterminer un indice de performance d'une géométrie.

IV.6 Conclusion

Dans ce chapitre nous présentons les résultats d'expérimentations menées avec quatre géométries différentes : un coude, un diviseur, un écoulement de diamètre 20 mm, et un écoulement de diamètre 5 mm. Les résultats sont comparés à la géométrie de référence « canal droit ». Dans le cas des changements de direction, les profils thermiques valident l'hypothèse de l'écoulement laminaire des fluides fortement visqueux dans le cas de changements de direction. Les profils mesurés avec le coude présentent très peu de différence avec ceux du canal droit. La géométrie diviseur a un impact fort sur la distribution du champ thermique, et de l'importance est donnée à la matière initialement située près de la paroi et échauffée. Celle-ci reste près de la paroi intérieure du diviseur, mais est également répartie au centre de l'écoulement. Les changements de

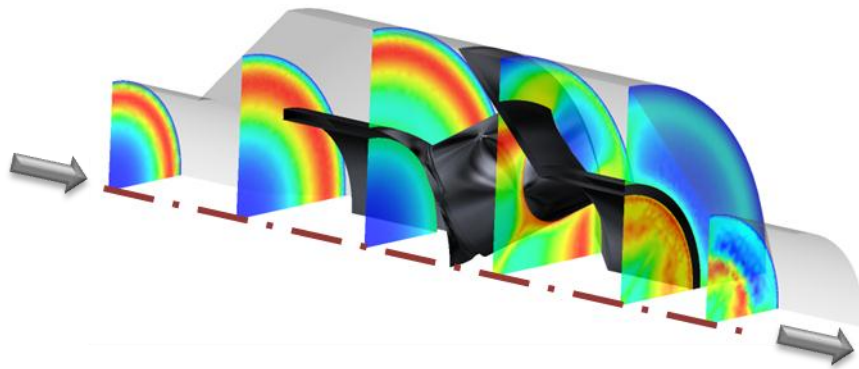
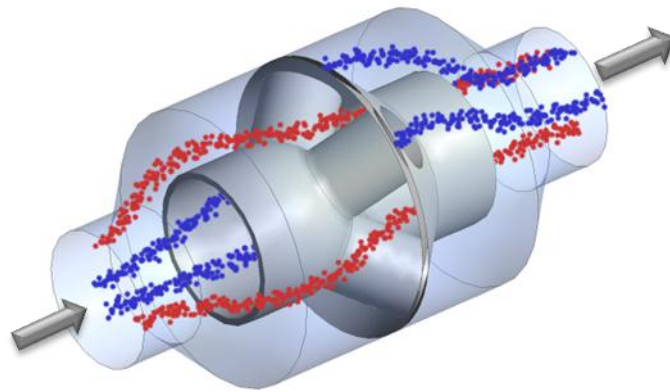
diamètre sont quant à eux à l'origine de différences notables sur la quantité d'énergie dissipée dans l'écoulement, mais aucun effet supplémentaire n'a été observé expérimentalement.

Les modèles numériques développés ont été évalués de manière positive. En effet, pour l'ensemble des expérimentations, les prédictions numériques sont proches de la mesure. Les différences sont principalement imputées aux profils d'entrée pris sur les essais avec la configuration canal droit. Des expérimentations complémentaires avec la CMT d'entrée placée en entrée de chaque géométrie seraient nécessaires pour déterminer plus précisément le profil en entrée de l'écoulement, de la même manière que lors de l'étude du canal droit. D'autre part, un décalage du profil de température est observé sur la géométrie diviseur à haut débit, et nécessiterait des tests complémentaires pour déterminer son origine.

La comparaison des pressions mesurées et calculées présente toutefois une erreur importante, que nous attribuons d'une part, à la précision des capteurs de pression et d'autre part au modèle rhéologique déterminé lors du chapitre 3. Des effets élongationnels pourraient par ailleurs intervenir dans ces géométries qui présentent dans tous les cas des modifications importantes du champ de vitesse dans l'écoulement.

Enfin la comparaison des résultats sur un plan énergétique est faite, et montre que les géométries à changement de direction présentent un potentiel énergétique plus important que l'écoulement droit.

Conclusions & Perspectives



Conclusion

L'objectif de notre travail consiste en l'étude du comportement rhéologique, thermique et cinétique d'un écoulement d'élastomère dans un canal d'écoulement cylindrique.

Dans une première phase de l'étude, le matériau utilisé pendant les expérimentations, un élastomère EPDM, a été entièrement caractérisé. Un dispositif expérimental permettant d'étudier le comportement de ce matériau lors de son extrusion a été développé. Composé d'éléments modulaires, cette filière cylindrique permet de tester plusieurs géométries d'écoulement, et de mesurer la température en entrée et en sortie de celles-ci, à l'aide d'un capteur de mesure intrusif original : la cellule de mesure de température (CMT). Un dimensionnement thermique a été réalisé dans le cadre de la conception de ces cellules, et a montré la sensibilité de l'outil aux variations de température. Ce dimensionnement a également permis d'appréhender la perturbation associée à son caractère intrusif.

Dans un second temps, des expérimentations ont été réalisées sur une extrudeuse caoutchouc, sur un canal d'écoulement droit, et de section cylindrique. Des profils ont été mesurés en fonction de l'évolution de la vitesse de rotation et ont montré l'axisymétrie du champ de température. Des échauffements significatifs atteignant 30°C à 70 tr/min et résultant du travail de la matière dans le système vis-fourreau ont été mis en avant à travers diverses expérimentations. Comparé à une solution analytique du profil de température dans la zone de pompage d'une vis d'extrusion, cet échauffement s'est révélé être très proche du résultat fourni par la solution analytique. L'un des objectifs étant de déterminer l'évolution du champ de température de la matière dans une longueur définie d'un canal d'écoulement, nous avons comparé les profils de température mesurés en entrée et en sortie du dispositif par les CMT. La difficulté de cette étape a résidé dans l'importante perturbation occasionnée par l'intrusion de la CMT d'entrée, d'une part sur la température en aval de celle-ci, d'autre part sur l'augmentation des pressions dans l'extrudeuse, impliquant un échauffement supplémentaire.

Une méthode, basée sur le régime thermique de l'écoulement a permis de corriger les profils d'entrée, et de retrouver la température « réelle » de l'écoulement lorsqu'aucune CMT n'est placée en entrée. L'utilisation du logiciel POLYFLOW, et d'un modèle aux dimensions et conditions limites calquées sur le dispositif et ses mesures a permis de valider cette méthode.

Par ailleurs, les mesures de pression et la mesure de débit, associée à une connaissance précise de la température nous ont permis d'identifier les paramètres d'une loi puissance avec thermodépendance pour la caractérisation rhéologique du mélange. La première caractérisation avec un rhéomètre capillaire a montré une sous-estimation de la viscosité, que nous attribuons aux importants auto-échauffements intervenant dans les canaux de petits diamètres du rhéomètre.

Finalement, les résultats de simulations numériques de la géométrie canal droit avec le logiciel POLYFLOW se sont révélés être très proches des résultats expérimentaux. L'utilisation conjointe des mesures expérimentales et du modèle numérique a permis d'établir l'évolution du profil de température de la matière due à la dissipation visqueuse, et a montré par exemple une augmentation localisée de 10°C entre l'entrée et la sortie du dispositif.

Pour étudier le comportement cinétique du matériau, une étude statistique basée sur la méthode du suivi de particules a permis d'identifier les profils d'avancement dans l'induction en sortie de géométrie. Les avancements moyens dans l'induction diminuent avec l'augmentation de la vitesse de rotation de la vis en raison de la réduction des temps de séjour. Mais l'augmentation de la température dans le système vis-fourreau de l'extrudeuse modifie cette tendance, et surpasse l'effet de la diminution des temps de séjour. Un avancement réactionnel minimum est ainsi observé entre 20 et 30 tr/min.

Enfin, plusieurs séries d'expérimentations ont été menées avec des géométries différentes, présentant des changements de diamètre ou de direction. En prenant la géométrie « canal droit » comme référence, nous avons analysé les échauffements et modifications des profils de températures associés aux géométries testées. La géométrie « Coude 90° » présente peu d'influence sur la thermique de l'écoulement, et les mesures avec la géométrie « Diviseur » montrent que la matière cisailée est située près de la paroi intérieure après la bifurcation. De nouveaux modèles ont été implémentés à partir des mesures menées avec les géométries modulaires et ont permis de comparer les résultats d'expérimentations aux résultats de calculs. Le potentiel énergétique des géométries, lié à la dissipation visqueuse et à la température de mélange, a été évalué pour chaque géométrie et comparé à la configuration de référence « canal droit » pour trois vitesses de rotation de vis.

A partir du dispositif et du travail mené durant cette étude, plusieurs prolongements de notre travail sont envisageables. Nous en détaillons quelques-uns dans les parties qui suivent.

Prédiction du champ de température et d'avancement dans des géométries complexes

L'utilisation industrielle des logiciels de simulation numérique dans le cas de la mise en forme des élastomères est complexe. Outre la spécificité de chaque calcul (géométrie, matériau), les conditions aux limites et les caractéristiques de la matière sont difficilement accessibles ou mesurables avec précision. A l'heure actuelle, peu d'industries sont en mesure d'évaluer précisément les conditions d'entrée de la matière dans le moule à l'aide de simulations. Pourtant cette connaissance est fondamentale, puisque d'elle découlera le temps nécessaire à la cuisson de l'élastomère.

Une possibilité serait de simplifier fortement les modèles par décomposition des géométries en zones types : canal droit, coude, té, convergent, divergent, etc. Notre étude a montré qu'il était possible d'évaluer l'impact d'une géométrie sur le profil thermique de la matière, par comparaison avec un écoulement canal droit de référence. Une étude numérique similaire à celle réalisée sur le canal droit sur le comportement cinétique de la matière est possible et a fait l'objet d'une publication [Launay, 2012].

Il serait donc possible de déterminer des abaques, et dans un second temps une modélisation simplifiée, permettant de donner en fonction du nombre de coudes et de bifurcations et autres géométries, de la longueur d'écoulement, de la rhéologie du matériau et des conditions de mise en œuvre, la température du mélange avant son entrée dans le moule et également l'avancement dans l'induction.

Couplée aux logiciels de simulation cinétique déjà utilisés dans le milieu industriel, cette prédiction pourrait permettre de réaliser d'importantes économies et de gagner en productivité en évitant le grillage, ou la dégradation de la matière.

Pour cela des critères permettant d'évaluer l'influence des géométries sur l'aspect cinétique pourraient être utilisés [Launay, 2012]:

- Le volume de stagnation : part de la matière qui est considérée comme stagnante dans la géométrie, et qui dans le cas des élastomères est potentiellement « grillable » :

$$\alpha_S = \frac{v_S}{v} \quad (51)$$

Avec v le volume total de la géométrie, et v_S le volume correspondant à la matière stagnante. Un critère basé sur la vitesse est défini pour déterminer les limites physiques de ce volume.

- L'indice de performance cinétique, permettant de déterminer l'aptitude d'une géométrie à atteindre un état cinétique idéal, c'est-à-dire homogène :

$$I_{\beta} = \frac{\bar{\beta}_L}{\sigma_{\beta}} \quad (52)$$

Avec $\bar{\beta}_L$ l'avancement dans l'induction moyen en sortie de la géométrie et σ_{β} l'écart-type sur l'avancement réactionnel en sortie de géométrie.

Vers l'homogénéisation thermique et cinétique de la matière

Difficulté de l'homogénéisation cinétique

Beaumont [Beaumont, 2010] a développé la technologie de rotation du mélange en se basant sur le principe du comportement laminaire des polymères hautement visqueux, principe validé lors de notre étude. Cette technologie permet d'assurer l'équilibrage des moules d'injection en répartissant la matière cisailée, et donc échauffée, équitablement entre les canaux. Avant l'entrée dans un moule, son système peut être adapté pour répartir la matière chauffée au centre de l'écoulement. Cependant, les technologies développées par Beaumont reposent sur l'ajout d'une bifurcation et de changements de direction successifs, augmentant considérablement les temps de séjour de la matière.

Dans le cas des élastomères, le temps d'induction, temps avant que ne démarre la réaction de vulcanisation, dépend du temps et de la température. Obtenir simultanément une homogénéité thermique et cinétique est un problème complexe. L'objectif d'homogénéisation thermique peut être atteint en utilisant le phénomène de dissipation visqueuse, par création de cisaillement là où le fluide n'en a pas subi en amont. L'objectif d'homogénéisation cinétique consiste à obtenir une uniformité en avancement réactionnel en tout point de la matière, en prenant en compte l'historique thermique, mais aussi les temps de résidences.

Dans un écoulement droit, la matière située en paroi est la plus chaude et celle qui présente les temps de séjour les plus conséquents, donc celle qui débutera la réaction de vulcanisation le plus tôt. Les travaux ultérieurs à cette étude pourraient ainsi nous conduire à développer une géométrie permettant de redistribuer la matière située à la paroi au centre de l'écoulement et vice-versa. Le principe d'un tel outil est présenté sur la Figure V-1.

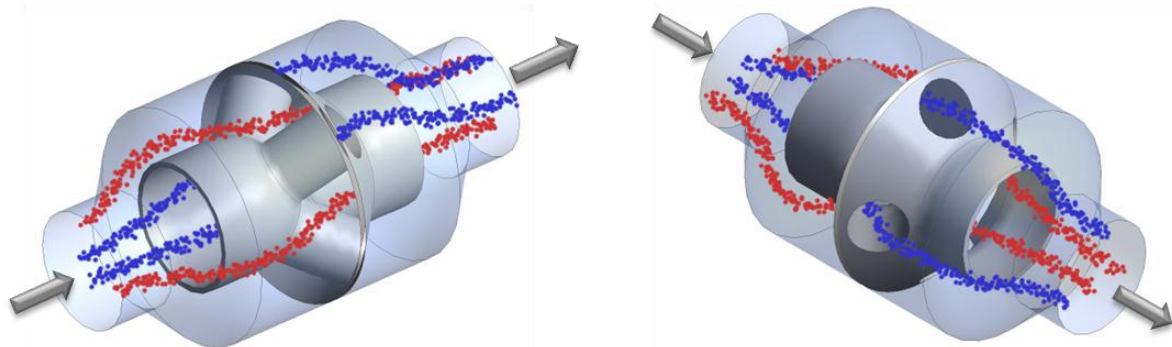


Figure V-1 : Outil d'homogénéisation thermique et cinétique adaptable à l'injection des élastomères, la matière froide et à temps de séjour faible est représentée par les particules bleues, et la matière échauffée avec des temps de séjour élevée est représentée par les particules rouges

Pour évaluer la qualité de cet élément, nous réalisons une simulation numérique avec ANSYS POLYFLOW. En entrée de l'écoulement, nous imposons le profil d'échauffement en sortie du canal droit à 70 tr/min, entièrement dû à la dissipation visqueuse (cf. Chapitre III.2.6), et le débit de matière correspondant à cet essai. En paroi, une température nulle est imposée. Le champ de température calculé en sortie de la géométrie est présenté sur la Figure V-2.

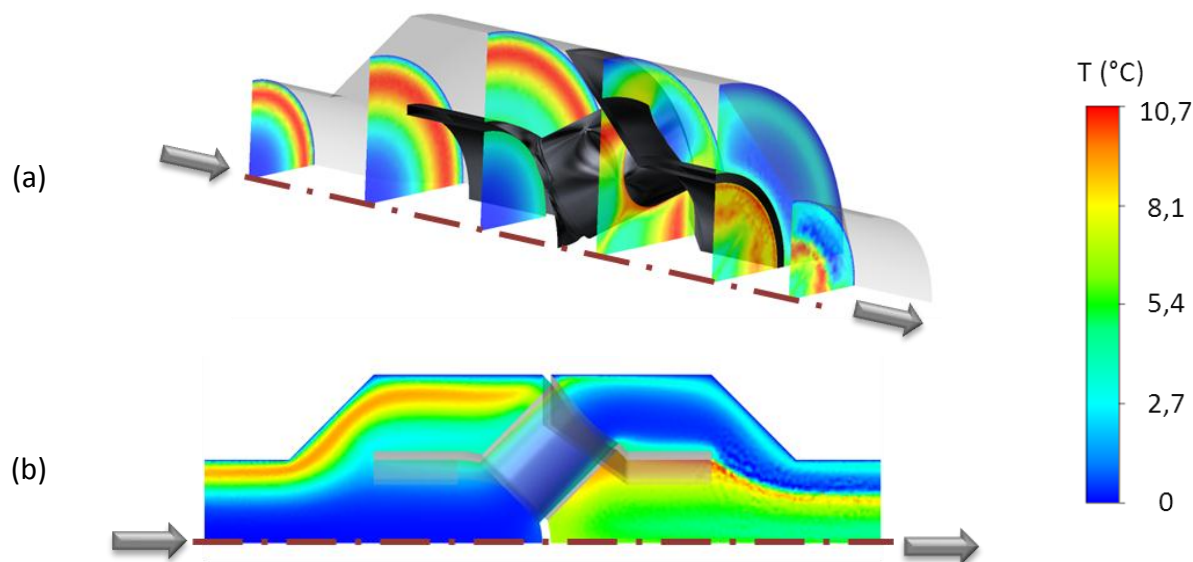


Figure V-2 : Résultat de simulation homogénéisateur thermique cinétique

Le champ de température en sortie montre bien que la matière échauffée a été efficacement redistribuée au centre de l'écoulement. Ce système n'est bien entendu qu'une première approche. Avant de vérifier son efficacité à l'aide de simulations numériques, il faut vérifier la faisabilité, les possibilités d'implantation dans les moules d'injection, etc. Cependant, nous montrons ici qu'il existe des solutions reposant sur un principe simple et vraisemblablement réalisable. Et avec lui, une possibilité de réaliser des variantes, consistant par exemple, à la suite d'une division de l'écoulement, à replacer au centre de l'écoulement une partie échauffée initialement située près de la paroi interne.

Dans cette démarche, la filière conçue dans notre travail permettrait la vérification expérimentale de l'efficacité d'homogénéisation d'un élément quelconque. Elle permet en effet d'insérer des géométries diverses mais aussi des éléments divers. Une telle étude a été réalisée dans notre travail pour un élément appelé « Dissipateur », et est présentée dans la partie qui suit.

Dissipateur

La configuration Porte-filière du dispositif, et l'utilisation de la filière « Dissipateur » (cf. Chapitre II.4.1.2) permet d'insérer un élément perturbateur dans l'écoulement, juste avant la CMT de sortie.

Une expérimentation a été réalisée avec un élément de forme similaire à celle des CMT (double ellipse), réalisé en acier (Figure V-3). Sa profondeur est de 10 mm, son diamètre extérieur de 15 mm et son diamètre intérieur (partie intrusive) est de 10 mm. A noter que cet élément est équivalent à la CMT seulement dans sa partie intrusive, et n'a pas été instrumenté de thermocouples.

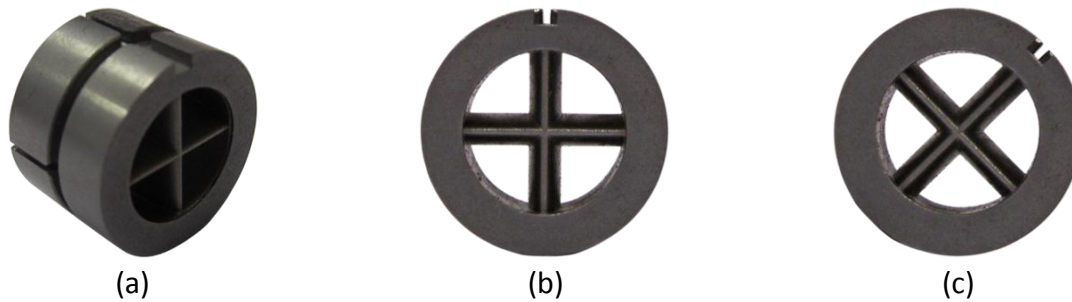


Figure V-3 : (a) Elément de forme similaire à celle de la cellule de mesure, placé dans la filière « Dissipateur », (b) placé droit dans l'écoulement, (c) orienté à 45°

La géométrie étudiée dans le cas de la configuration « Dissipateur » est présentée sur la Figure V-4.

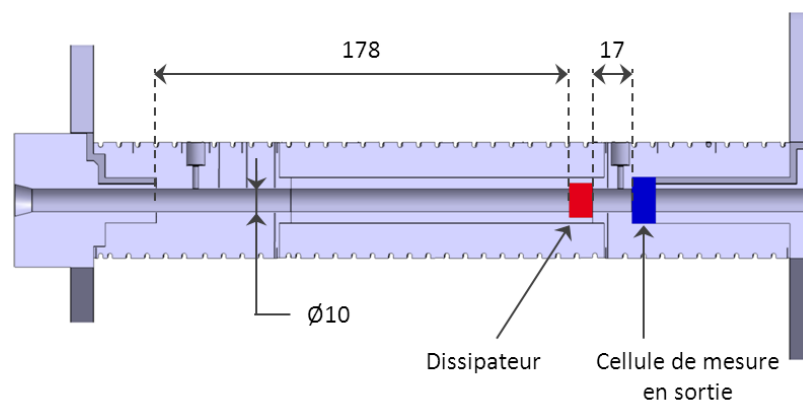


Figure V-4 : Géométrie d'écoulement dans la configuration « Dissipateur amont », vue en coupe

L'élément dissipateur ajoute du cisaillement dans la matière lors de son passage près des ellipses. L'échauffement en résultant est localisé. Le champ de température ne peut plus être considéré comme axisymétrique. Nous avons donc réalisé deux séries d'essais :

- Une première série avec le dissipateur placé dans l'axe de la CMT
- Une seconde série d'essais avec le dissipateur orienté à 45° dans l'écoulement

Dans un premier temps nous étudions chaque série d'essais indépendamment l'une de l'autre et la comparons avec la configuration de référence « canal droit ». Dans un second temps, les résultats des expérimentations avec les deux orientations du dissipateur sont confrontés.

Essais avec le dissipateur « droit »

L'intrusion de l'élément dissipateur est à l'origine d'une hausse de pression dépendante du débit d'extrusion. Cette pression supplémentaire limite la vitesse de rotation maximale acceptable par l'extrudeuse, tout comme lors des essais avec la configuration « convergent » (cf. Chapitre IV.4). Dans la configuration présente, nous présentons trois essais, correspondant à des vitesses de rotation de vis de 5, 30 et 50 tr/min. Les données mesurées sont présentées dans le tableau V-1.

Dissipateur

N (tr/min)	Q (kg/h)	P _{EXT} (Mpa)	P _E (Mpa)	P _S (Mpa)	ΔP = P _E - P _S (Mpa)	T _{EXT} (°C)
5	3,3	20,5	10,2	3,1	7,1	96
30	17,8	32,8	18,4	4,7	13,7	103
50	29,7	34,3	20,4	5,5	14,9	108

Tableau V-1 : Données expérimentales relevées pour les essais avec la configuration «Dissipateur amont»

Par comparaison avec la configuration de référence « canal droit » les pressions relevées par le capteur de l'extrudeuse sont supérieures de 2,1 MPa, à 5 tr/min, 2,7 MPa à 30 tr/min et 2,5 MPa à 50 tr/min. La différence de pression entre l'entrée et la sortie du dispositif est fortement augmentée, puisqu'elle est supérieure de 4,5 MPa à celle relevée dans la configuration « Canal droit » à 50 tr/min.

Les profils de température relevés par la CMT en sortie du dispositif dans la configuration « Dissipateur » sont comparés à l'essai de référence sur la Figure V-5.

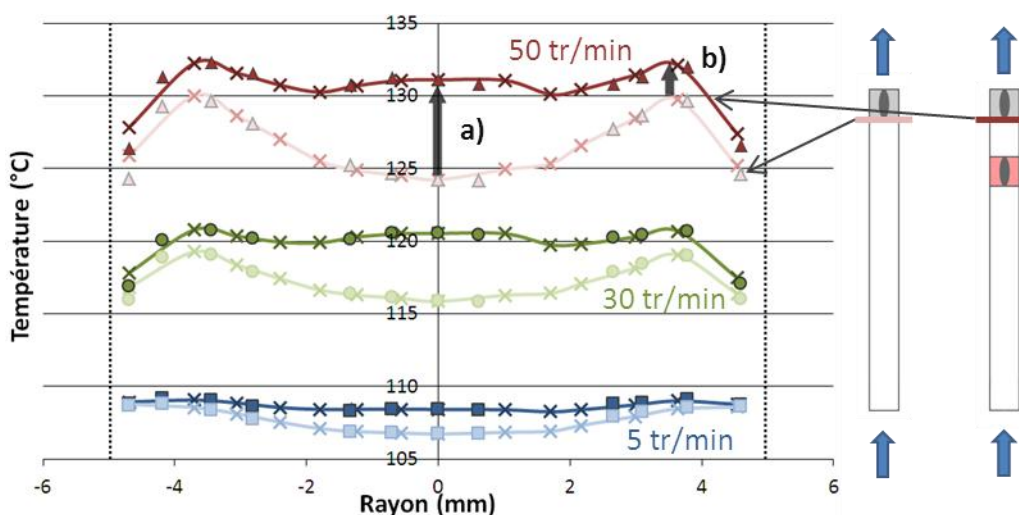


Figure V-5 : Profils de température relevés par la CMT de sortie dans la configuration « Canal droit » (couleurs claires) « Dissipateur droit » (couleurs foncées)

L'ajout de l'élément dissipateur dans l'écoulement est à l'origine d'une augmentation conséquente de la température de la matière, principalement au centre. On peut noter :

- Une augmentation de la température au centre du profil de température respectivement de 1,7°C, 4,7°C et 6,9°C à $N = 5, 30$ et 50 tr/min (a)
- Une augmentation des pics de dissipation visqueuse respectivement de 0,6°C, 1,7°C et 2,7°C à $N = 5, 30$ et 50 tr/min (b)

Essais avec le dissipateur orienté à 45°

A nouveau, nous avons pu faire varier la vitesse de rotation de la vis jusqu'à 50 tr/min. Les données mesurées pour N égal à 5, 30 et 50 tr/min sont présentées dans le tableau V-2 :

N (tr/min)	Q (kg/h)	P_{EXT} (Mpa)	P_E (Mpa)	P_S (Mpa)	$\Delta P = P_E - P_S$ (Mpa)	T_{EXT} (°C)
5	3,4	20,9	11,9	3,3	8,6	97
30	17,9	32,8	19,6	4,7	14,9	103
50	29	34,2	20,3	4,8	15,5	109

Tableau V-2 : Données expérimentales relevées pour les essais avec la configuration «Dissipateur amont»

Par comparaison avec la configuration de référence « canal droit » les pressions relevées par le capteur de l'extrudeuse sont supérieures de 2,5 MPa, à 5 tr/min, 2,2 MPa à 30 tr/min et 2,4 MPa à 50 tr/min. Tout comme lorsque le dissipateur est placé de façon droite dans l'écoulement, la différence de pression entre l'entrée et la sortie du dispositif est fortement augmentée, puisqu'elle est supérieure de 4,1 MPa à celle relevée dans la configuration « Canal droit » à 50 tr/min.

Les profils de température relevés par la CMT en sortie du dispositif dans la configuration « Dissipateur » sont comparés à l'essai de référence « Canal droit » sur la Figure V-6.

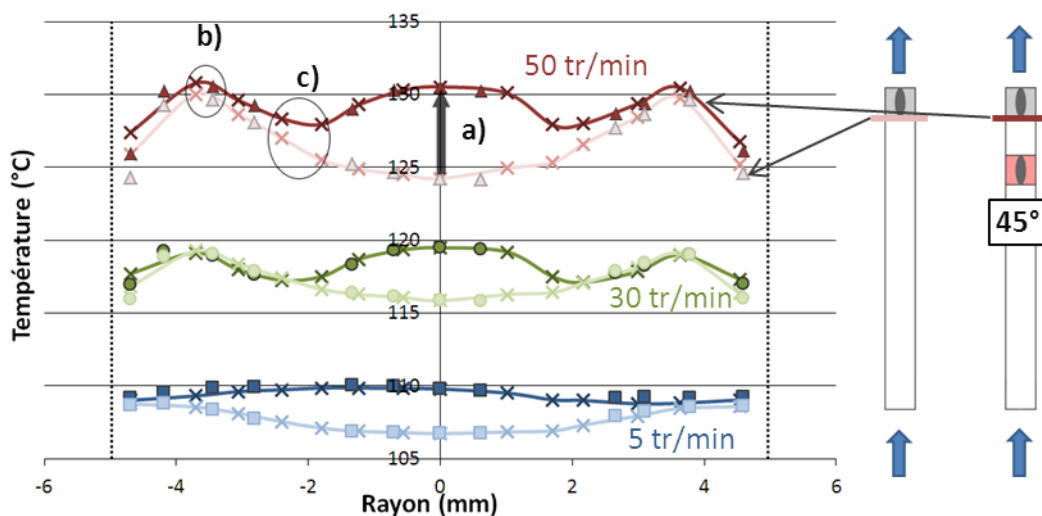


Figure V-6 : Profils de température relevés par la CMT de sortie dans la configuration « Canal droit » (couleurs claires) « Dissipateur 45° » (couleurs foncées)

Le dissipateur placé à 45° dans l'écoulement entraîne une modification des profils de température d'une façon différente qu'avec le dissipateur placé droit dans l'écoulement. A la vitesse de rotation de vis de 5 tr/min, une faible dissymétrie est observable sur le profil de température.

A 30 et 50 tr/min, la rotation du dissipateur à 45° modifie les profils de température et fait apparaître trois zones distinctes : un plateau de température au centre de l'écoulement, des pics de dissipation visqueuse près de la paroi et une température plus faible pour un rayon compris entre 1,5 et 2,5 mm. On peut noter :

- Une augmentation de la température au centre du profil de température respectivement de 3°C, 3,7°C et 5,8°C à $N = 5, 30$ et 50 tr/min (a)

- Des températures très proches au niveau des pics de dissipation visqueuse à 30 tr/min, et une augmentation de seulement 0,7°C à 50 tr/min (b)
- Entre le plateau au centre et les pics de dissipation visqueuse, l'échauffement supplémentaire est nul à 30 tr/min, et atteint 1,4°C à 50 tr/min (c)

Champ de température en sortie du dissipateur

Les profils relevés en sortie avec les deux positionnements du dissipateur sont représentés sur la Figure V-7.

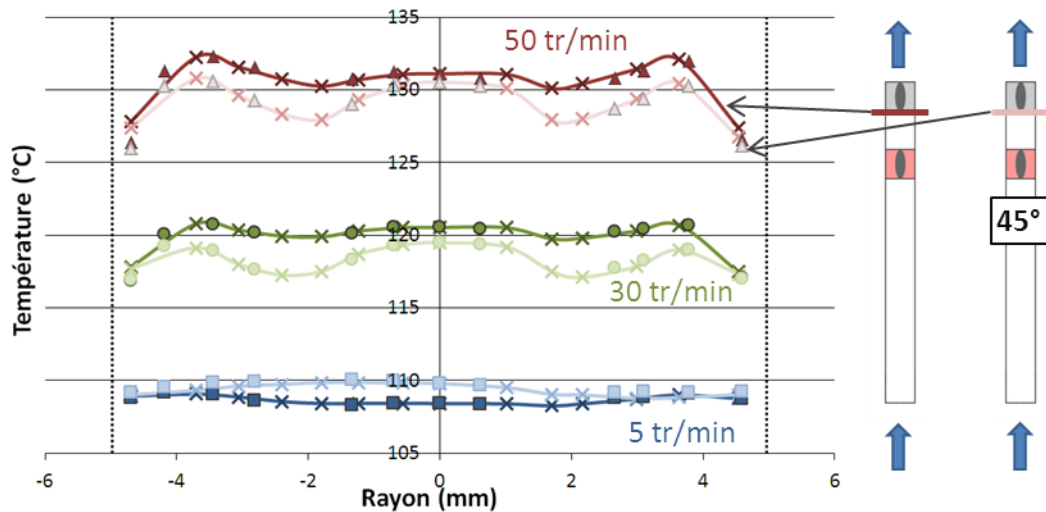


Figure V-7 : Profils de température relevés par la CMT de sortie dans la configuration « Canal droit » (couleurs claires) « Dissipateur 45° » (couleurs foncées)

La rotation de l'élément « dissipateur » revient à faire pivoter la CMT de 45° autour de son axe. La confrontation des profils mesurés permet finalement de déterminer le champ de température sur l'ensemble de la section d'écoulement. Une reconstruction a été réalisée à partir des profils horizontaux et verticaux, droit et à 45°, avec le logiciel MATLAB et est présentée sur la Figure V-8.

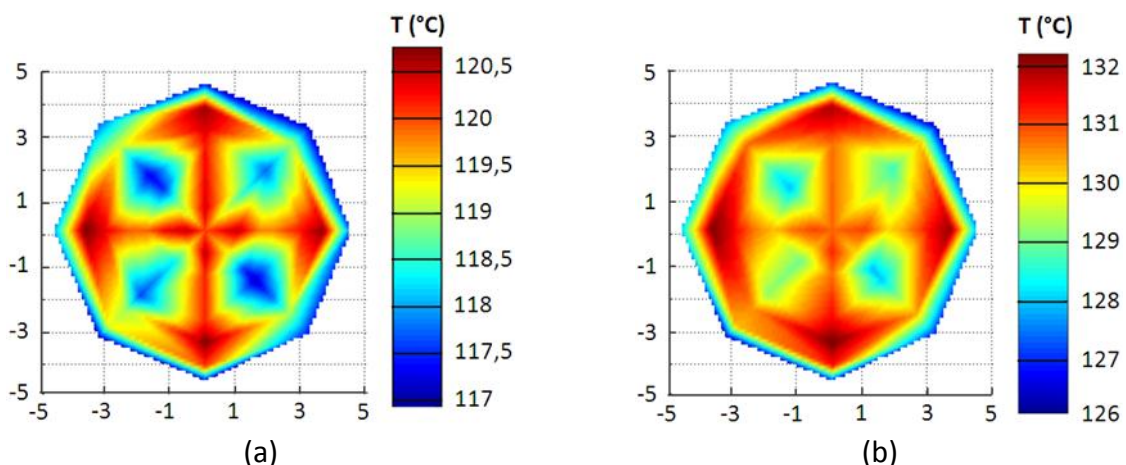


Figure V-8 : Champs de température mesurée en sortie de géométrie avec le dissipateur, reconstruits à partir des mesures à : (a) 30 tr/min, (b) 50 tr/min

Ces deux reconstructions permettent d'avoir une idée globale de l'influence du dissipateur sur le champ de température. Tout l'intérêt d'un tel élément est de permettre de créer de l'échauffement au centre de l'écoulement à l'endroit souhaité, par exemple avant l'entrée d'un moule. Cependant, la réduction de section d'écoulement équivalente associée à cet élément est à l'origine d'une perte de charge significative, qui rend son applicabilité dans le domaine de l'injection des élastomères compliquée.

Mais, au-delà de l'élément en lui-même, c'est toute la démarche suivie pour caractériser son influence sur la thermique de l'écoulement qui est importante. Il est possible de tester tout élément de dimensions inférieures à un diamètre 20, et de cartographier le champ de température à sa sortie, à partir du dispositif conçu dans notre travail. Cette méthode, associée à l'utilisation des critères précédemment évoqués, pourrait à l'avenir être utile dans la recherche d'un élément d'homogénéisation thermique applicable à l'injection élastomère.

On peut de la même manière imaginer une amélioration du dispositif permettant la rotation de la CMT de sortie.

Extensions possibles à partir de la cellule de mesure

Les mesures expérimentales menées avec le dispositif ont montré la très bonne sensibilité de la CMT conçue durant ce travail. Nous avons notamment pu évaluer l'influence de paramètres de mises en œuvre comme la vitesse de rotation de la vis. Dans la même lignée, des études poussées sur les procédés de mise en forme peuvent être menées avec entre autres :

- L'influence des types de vis
- L'étude de la régulation des ensembles vis-fourreau
- Le comportement thermique de la matière dans le cas de hautes vitesses de cisaillement (injection)

Au-delà des paramètres de mise en œuvre associée au contrôle du procédé, il est possible d'étendre l'application à bien d'autres domaines, du moment que les paramètres qui les régissent sont liés à la température. Nous pouvons en citer quelques-uns :

- L'influence de la composition des matériaux
- L'effet du système d'accélération des mélanges
- Etude de la rhéologie de la matière de manière générale

D'autre part, nous savons qu'une modification du profil de vitesse a une influence directe sur le champ de température. Ainsi, un phénomène comme le glissement en paroi est à l'origine d'une modification de la répartition spatiale de l'énergie dissipée. Les pics de dissipation ne sont plus concentrés à une certaine distance de la paroi, mais le glissement résulte en un échauffement additionnel sur la paroi. Associée à des mesures de température près du canal d'écoulement, la CMT pourrait permettre d'identifier et de caractériser le glissement.

Par ailleurs, un défaut de production, une partie de la matière ayant subi une réaction, ou tout autre phénomène à l'origine d'une modification du comportement rhéologique peut être repéré. Dans ce cadre, en plus de permettre le contrôle direct de la température dans l'écoulement, la CMT pourrait être adaptée pour devenir un outil de suivi de production en ligne, et permettrait ainsi de contrôler la stabilité thermique et rhéologique d'un écoulement, et de diminuer le nombre de pièces défectueuses.

Annexes

Annexe 1 : Description des appareils de mesure

A. DSC

La capacité thermique d'un matériau peut être déterminée à partir d'un calorimètre, en utilisant la relation entre l'énergie absorbée par l'échantillon et son élévation de température :

$$Q = mC_p\Delta T \quad (53)$$

Le principe de fonctionnement d'une DSC à flux thermique consiste à imposer un même programme de température à deux creusets placés dans un four adiabatique. Le premier contient un échantillon du matériau à caractériser, le second est un creuset de référence, en général rempli d'air [Höhne, 2003].

Le four est composé de deux zones : une partie inférieure où la puissance thermique est délivrée en fonction du programme imposé, et une partie supérieure où sont situés les creusets ainsi que la sonde de contrôle du régulateur. Ces deux zones sont séparées par un capteur de type FRS 5 (Mettler Toledo), servant de support aux creusets et instrumentés de deux thermopiles de 56 thermocouples chacune, permettant de relever les échanges de chaleur entre la partie inférieure du four et les creusets (Figure VI-1). Le four et le couvercle étant totalement isolés, les échanges de chaleurs se font exclusivement à travers ce support.

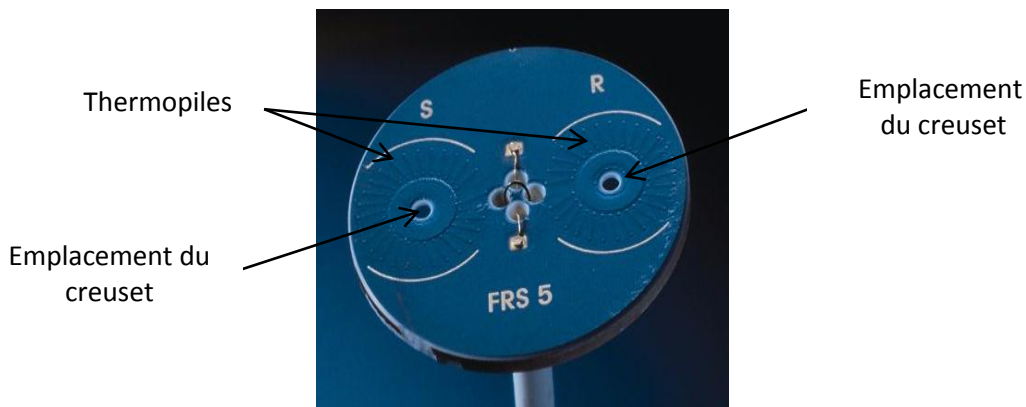


Figure VI-1 : Capteur FRS 5 de Mettler Toledo

A partir des propriétés thermiques du four, des capteurs et des creusets, les échanges de chaleurs et les quantités d'énergie échangées peuvent être calculées :

$$\Phi_S = -K\Delta T \quad (54)$$

Avec Φ_S le flux échangé entre le four et le creuset contenant l'échantillon, ΔT la différence de température entre les creusets référence et échantillon, et K le coefficient de calibration déterminé dans les mêmes conditions de tests, à l'aide d'un matériau de référence, dans notre cas de l'indium. La figure VI-2 présente le schéma du fonctionnement d'une DSC à flux thermique.

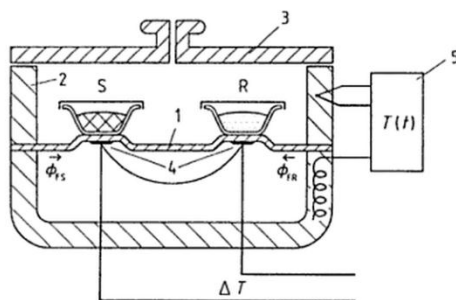


Figure VI-2 : schéma de fonctionnement d'une DSC à flux thermique [Höhne, 2003], (1) capteur FRS 5, (2) four, (3) couvercle, (4) thermo-piles, (5) régulateur de température

B. HOT DISK

Un conductivimètre HOT DISK TPS 2500 (Thermoconcept) a été utilisé afin de déterminer la conductivité thermique de l'EPDM ainsi que celle de la céramique utilisée pour la réalisation de la CMT (Figure VI-3).

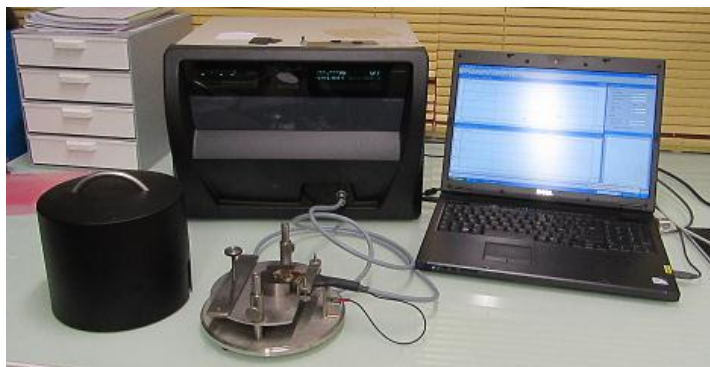


Figure VI-3 : Dispositif de mesure de la conductivité HOT-DISK

Utilisée pour la détermination de la diffusivité thermique et la conductivité thermique, la méthode HOT DISK est basée sur l'utilisation d'un capteur plan transitoire [Gustafsson, 1979] placé entre deux échantillons de dimensions suffisamment grandes pour respecter l'hypothèse du milieu semi-infini. Le capteur, ou sonde HOT DISK, est composé d'un motif conducteur électrique entouré de deux fines couches isolantes, en Kapton pour les mesures à basse température et en mica à haute température. Elle possède deux fonctions : la première est de délivrer une puissance électrique constante de faible valeur (de l'ordre de 10^{-2} W) sur un temps défini, convertie par effet Joule en puissance thermique transmise symétriquement aux échantillons l'entourant. Sa seconde fonction est de mesurer l'élévation de température résultant, située entre 0,5 et 5°C, sur le principe d'une variation de résistance électrique à l'aide d'un pont de Wheatstone intégré à la sonde. A partir de la connaissance de l'ensemble de ces paramètres et de la connaissance des dimensions exactes du capteur, il est possible de remonter à la diffusivité thermique et à la conductivité thermique du matériau [Cheheb, 2011]. La figure VI-4 présente un schéma de la méthode HOT DISK.

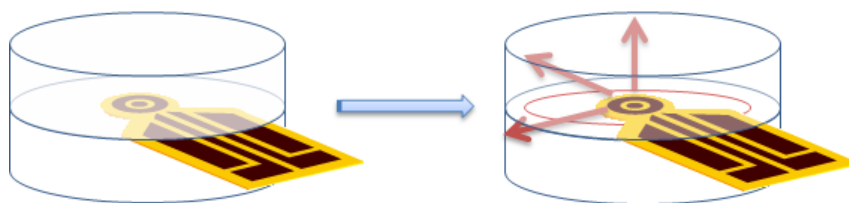


Figure VI-4 : Schéma de principe de la mesure Hot Disk

C. Balance METTLER TOLEDO

La masse volumique du matériau a été déterminée à température ambiante à partir d'une Balance METTLER TOLEDO, instrumentée d'un kit masse volumique METTLER (Figure VI-5).



Figure VI-5 : Balance METTLER TOLEDO équipée du montage « masse volumique »

Le principe de la méthode repose sur l'utilisation d'un fluide auxiliaire, dans notre cas de l'eau distillée, dans lequel l'échantillon sera pesé après avoir été pesé au préalable à l'air libre. Dans notre cas, le matériau EPDM possède une masse volumique supérieure à celle de l'eau distillée, c'est pourquoi le calcul de sa masse volumique ρ est compensé avec celle de l'air :

$$\rho = \frac{m_A}{m_A - m_b} (\rho_0 - \rho_L) + \rho_L \quad (55)$$

Avec m_A la masse de l'échantillon dans l'air, m_B sa masse dans l'eau distillée, ρ_0 la masse volumique de l'eau distillée déterminée à partir de la température à l'aide d'un thermomètre, et ρ_L la masse volumique de l'air.

D. Rhéomètre à chambre oscillante (Moving Die Rheometer)

Le principe du MDR a été développé par Mauro en 1985 [Mauro, 1985] et est considéré comme la méthode de référence pour la caractérisation du comportement cinétique d'un mélange [Arrilaga, 2007]. Le principe d'un MDR est schématisé sur la figure VI-6.

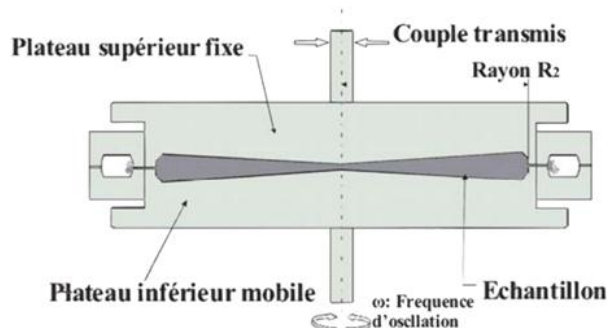


Figure VI-6 : Schéma de principe d'un rhéomètre à chambre oscillante (MDR) [El Labban, 2008]

Le mélange à caractériser est positionné dans une chambre entre deux plateaux de forme conique, garantissant une vitesse de rotation constante quel que soit le rayon. Le plateau inférieur est mobile et permet d'exercer des oscillations sur la matière ($\pm 0,5^\circ$). Le plateau supérieur est fixe et est équipé de capteurs permettant de mesurer le couple transmis par l'échantillon. La faible épaisseur d'échantillon permet d'obtenir une bonne homogénéité thermique dans le mélange [Karam, 1995], ce qui est de grande importance puisque la réaction de vulcanisation est fortement dépendante de la température.

Annexe 2 : Dimensionnement mécanique de la CMT

Des simulations numériques ont été réalisées avec le logiciel COMSOL Multiphysics pour vérifier la tenue mécanique de la CMT dans l'écoulement. Plusieurs simulations sont présentées afin de déterminer la déformation de la CMT lors de son introduction dans l'écoulement et les contraintes qu'elle subit.

A. Présentation du modèle numérique mécanique

Le modèle numérique mécanique développé comprend deux domaines : la cellule de mesure de température (Ω_{S2}) et la résine remplissant les gorges instrumentées (Ω_{S3}). Deux configurations ont été mises en place. La première consiste à étudier un écoulement homogène, c'est-à-dire que les contraintes de pression appliquées sur les parois en contact avec l'écoulement ($\Gamma_{F \rightarrow S2,3}$) sont les mêmes sur l'ensemble des surfaces concernées. Il s'agit du cas habituel rencontré lors d'un écoulement d'élastomère, dans lequel les pressions sont équivalentes en tout point d'une section. Cette configuration consiste ainsi à étudier le comportement mécanique des ellipses de la CMT en compression. Le modèle numérique peut de ce fait être réduit à $\frac{1}{4}$ de la géométrie de la cellule.

La seconde configuration consiste à étudier un écoulement « dissymétrique », et à n'appliquer une contrainte en pression que sur une moitié des parois en contact avec l'écoulement. On pourrait imaginer rencontrer ce cas à la suite d'un changement de direction de l'écoulement, bien que dans la réalité, l'écoulement retrouve son homogénéité très rapidement. Ce cas extrême consiste en l'étude du comportement mécanique de la partie intrusive de la CMT dans le cas de contraintes en torsion. La géométrie du modèle numérique mécanique dans cette seconde configuration, ainsi que les notations de domaines et de conditions limites sont présentées sur la figure VI-7.

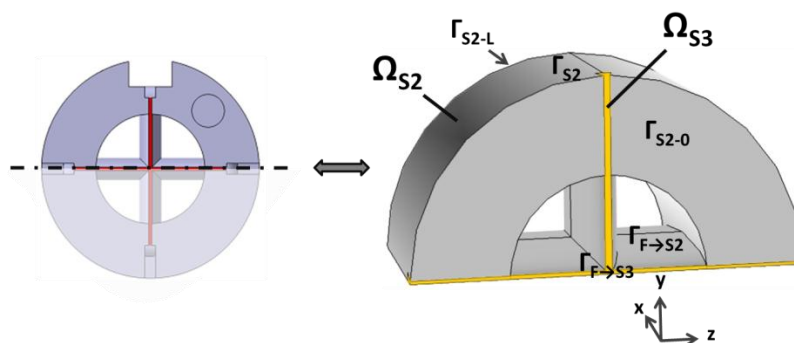


Figure VI-7 : Géométrie et conditions limites du modèle numérique mécanique de la cellule de mesure

L'ensemble des caractéristiques mécaniques des deux matériaux sont répertoriées dans le tableau VI-1. Ces données sont issues de l'étude de Sakaguchi et al. [Sakaguchi, 1991] pour la céramique et de Van Krevelen et al. [Van Krevelen, 2009] pour la résine.

	Céramique (Zircone blanche)	Résine
Module d'Young E (GPa)	212	2,5
Coefficient de poisson ν	0,314	0,4
Masse volumique ρ (kg.m ⁻³)	5890	7850

Tableau VI-1 : Caractéristiques mécaniques de la céramique et de la résine utilisées dans le modèle numérique

Pour déterminer dans des conditions de mise en œuvre critiques les points de faiblesse de la cellule de mesure, ainsi que la localisation des déformations de la pièce, des valeurs de pressions (P_0) largement surestimées par rapport au procédé d'extrusion, et même d'injection, sont imposées soient 2000 bars. La cellule est considérée comme encastree sur sa paroi latérale extérieure (Γ_{S2}), et un appui plan est considéré pour les surfaces planes situées à l'avant et à l'arrière de la cellule ($\Gamma_{S2-0,L}$). Enfin on considère un contact parfait entre la résine et la cellule de mesure.

L'ensemble des conditions limites est représenté par les équations suivantes :

$$\Gamma_{S2} : u(x) = u(y) = u(z) = 0; \quad (56)$$

$$\Gamma_{S2-0,L} : u(x) = 0; \quad (57)$$

$$\Gamma_{F \rightarrow S2,3} : p = p_0; \quad (58)$$

Et dans le cas de la seconde configuration, soit un écoulement « dissymétrique », les conditions limites sur les surfaces en contact avec l'écoulement sont soumises à une pression p_0 sur une moitié de l'écoulement ($z < 0$), et à une pression nulle sur l'autre moitié :

$$\Gamma_{F \rightarrow S2,3} : p = p_0 (z \leq 0); p = 0 (z > 0) \quad (59)$$

B. Résultats numériques

Les simulations menées permettent d'étudier deux critères : le déplacement total de la matière, qui influe sur la déformation de la CMT (Figure VI-8) et les contraintes de Von Mises (Figure VI-9) pour caractériser le type de déformation obtenu.

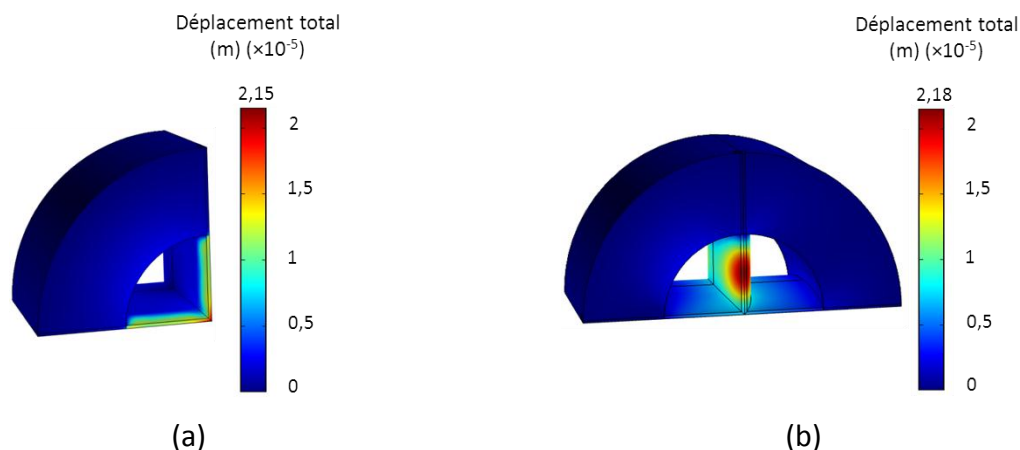


Figure VI-8 : Champ de déplacement total dans les deux configurations d'étude mécanique, (a) étude en compression (b) étude en torsion

Les résultats obtenus en termes de déplacement total montrent une très faible déformation prévue de la matière, presque négligeable, de l'ordre dans les deux cas du centième de millimètre. En présence d'un effort de compression (Figure VI-8a), les contraintes sont situées au niveau des gorges instrumentées. Lors d'un effort en torsion (Figure VI-8b), ce déplacement se situe non plus au centre de la double-ellipse, mais au centre des demi-ellipses, en entrée et en sortie de l'écoulement, là où leur épaisseur est la plus faible. Dans les deux cas le déplacement total est de 22 μm .

La seconde partie de l'étude mécanique a visé à localiser les points de fragilité de la CMT. Pour cela le critère de Von Mises [Von Mises, 1913] a été utilisé. Son étude reste complexe car il représente une moyenne des contraintes dans les trois directions. Il reste cependant relativement simple à étudier lorsque l'on recherche seulement la localisation des points de fragilité. L'étude a été réalisée dans le cas de sollicitations en compression, en simulant un écoulement « symétrique » (Figure VI-9).

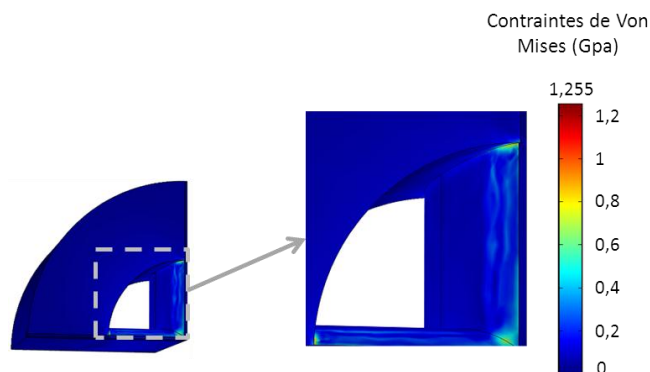


Figure VI-9 : Localisation des points de fragilité de la CMT à l'aide du critère de Von Mises

Le maximum des contraintes est situé au niveau des gorges instrumentées, seulement à l'extérieur dans la céramique et atteint la valeur de 1255 MPa. En effet, à cet endroit, l'épaisseur de céramique entourant les gorges est très faible, et, comme nous l'attendions, cette zone sera critique lors des expérimentations. Toutefois, les dimensions de la pièce sont si petites, qu'en conception, des congés sur les arêtes sont obligatoires ce qui réduit le risque de destruction de celles-ci. Si nous nous basons sur la résistance en flexion de la zircone, critère relativement défavorable dans le cas des céramiques par rapport à la résistance en compression, celle-ci a été évaluée à 1630 MPa par Noguchi et al. [Noguchi, 1989]. Ainsi, les résultats de ces calculs réalisés dans des conditions extrêmes valident la géométrie telle qu'elle a été réalisée

Annexe 3 : Variation de température imposée dans l'étude de sensibilité de la CMT

Afin d'étudier la sensibilité de la réponse des thermocouples placés dans la CMT, une variation de température est imposée en entrée de l'écoulement. Plusieurs aspects peuvent ainsi être étudiés :

- L'influence de la forme du profil de température d'entrée
- Le niveau d'énergie dans la variation de température
- L'influence de la régulation thermique sur la paroi extérieure de la filière
- L'influence du débit de matière.

En représentation axisymétrique, la variation de température imposée en entrée $T_{F0}^i(r)$, est une fonction de r , que l'on choisit de forme triangulaire, de hauteur δT_0 et de rayon de la base (δr_i) (Figure II-22). En représentation 3D, cette variation est de forme torique autour de l'axe de l'écoulement. Sa forme est définie par le groupement d'équations suivant :

$$r \leq R_i - \delta r_i : T_{F0}^0(r) = 0; \quad i \neq 0 \quad (60)$$

$$R_i - \delta r_i \leq r < R_i : T_{F0}^i(r) = \frac{\delta T_0}{\delta r_i} \times (r - R_i + \delta r_i); \quad i \neq 0 \quad (61)$$

$$R_i \leq r < R_i + \delta r_i : T_{F0}^i(r) = \frac{\delta T_0}{\delta r_i} \times (-r + R_i + \delta r_i); \quad \forall i \quad (62)$$

$$r \geq R_i + \delta r_i : T_{F0}^0(r) = 0; \quad \forall i \quad (63)$$

R_i est la position du pic de température, δT_0 la valeur du pic de température. δr_i est le rayon de la base de l'échauffement imposé. Les fonctions $T_{F0}^i(r)$ doivent avoir la même norme pour que l'énergie du champ d'entrée soit identique quelle que soit la fonction.

On cherche donc δr_i tel que l'intégrale de $T_{F0}^i(r)$ sur le domaine d'étude soit la même que l'intégrale de $T_{F0}^0(r)$, considérée comme fonction de référence. On note :

$$\text{Int}_i = \int_0^R 2\pi r T_{F0}^i(r) dr \quad (64)$$

$$\text{Int}_0 = \int_0^R 2\pi r T_{F0}^0(r) dr = \int_0^{\delta r_0} 2\pi r \frac{\delta T_0}{\delta r_0} (-r + \delta r_0) dr = 2\pi \frac{\delta T_0}{\delta r_0} \left[-\frac{r^3}{3} + \frac{r^2}{2} \delta r_0 \right]_0^{\delta r_0}$$

$$\text{Int}_0 = 2\pi \frac{\delta T_0}{\delta r_0} \left[-\frac{\delta r_0^3}{3} + \frac{\delta r_0^3}{2} \right] = 2\pi \delta T_0 \frac{\delta r_0^2}{6} \quad (65)$$

$$\text{Int}_i = 2\pi \frac{\delta T_0}{\delta r_i} \left[\int_{R_i - \delta r_i}^{R_i} (r - R_i + \delta r_i) r dr + \int_{R_i}^{R_i + \delta r_i} (-r + R_i + \delta r_i) r dr \right] \quad (66)$$

On pose $Z = r - R_i$ et $dz = dr$.

$$\text{Int}_i = 2\pi \frac{\delta T_0}{\delta r_i} \left[\int_{-\delta r_i}^0 (Z + \delta r_i)(Z + R_i) dz + \int_0^{\delta r_i} (-Z + \delta r_i)(Z + R_i) dz \right] \quad (67)$$

$$\begin{aligned} \text{Int}_i = 2\pi \frac{\delta T_0}{\delta r_i} & \left[\left[\frac{Z^3}{3} + \frac{Z^2}{2}(R_i + \delta r_i) + 2R_i\delta r_i \right]_{-\delta r_i}^0 \right. \\ & \left. + \left[-\frac{Z^3}{3} + \frac{Z^2}{2}(-R_i + \delta r_i) + R_i\delta r_i^2 \right]_0^{\delta r_i} \right] \quad (68) \end{aligned}$$

$$\text{Int}_i = 2\pi \frac{\delta T_0}{\delta r_i} [-R_i\delta r_i^2 + 2R_i\delta r_i^2] = 2\pi\delta T_0 R_i\delta r_i \quad (69)$$

Finalement, on veut $\text{Int}_i = \text{Int}_0$ d'où :

$$2\pi\delta T_0 R_i\delta r_i = 2\pi\delta T_0 \frac{\delta r_0^2}{6} \quad (70)$$

$$\text{D'où } \boxed{\delta r_i = \frac{\delta r_0^2}{6R_i}} \quad (71)$$

De cette façon, quelle que soit la position de l'échauffement dans l'écoulement, en considérant que le profil de température est axisymétrique, l'énergie imposée en entrée reste la même. L'échauffement imposé en entrée de l'écoulement est représenté pour 4 positionnements de son centre R_i , 0, 1,5, 3 et 4,5 mm pour un rayon de base δr_0 de 2 mm (Figure VI-10).

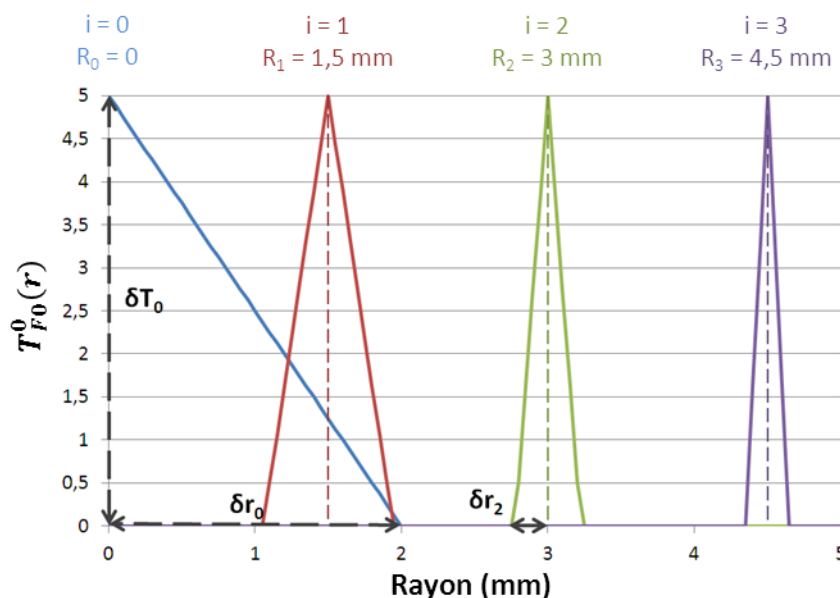


Figure VI-10 : Profil de température imposé en entrée de l'écoulement, avec variation de la position du centre de l'échauffement

Annexe 4 : Instrumentation de la CMT d'entrée

Le schéma du positionnement des thermocouples dans les gorges de la CMT placée en entrée du dispositif est présenté sur la Figure VI-10. La particularité de cette instrumentation par rapport à la CMT placée en sortie repose sur le positionnement de trois thermocouples, sur, et au-delà de la paroi du canal. La position de chacun des thermocouples est présentée dans le tableau VI-2.

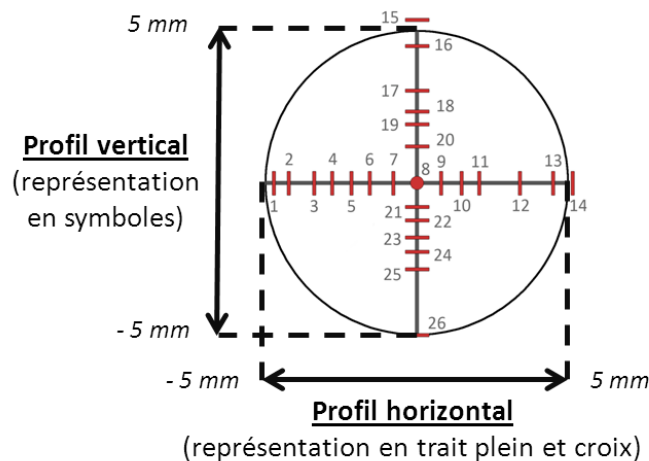


Figure VI-10 : Numérotation et positionnement des thermocouples sur la CMT de sortie

N°	R (mm)	N°	R (mm)	N°	R (mm)	N°	R (mm)	N°	R (mm)
1	-4,82	6	-1,55	12	3,47	17	2,93	22	-1,24
2	-4,36	7	-0,79	13	4,54	18	2,3	23	-1,79
3	-3,46	9	0,79	14	5,29	19	1,78	24	-2,32
4	-2,81	10	1,39	15	5,47	20	1,19	25	-2,93
5	-2,22	11	2,07	16	4,43	21	-0,73	26	-5,01
				8	0				

Tableau VI-2 : Positionnement des thermocouples de la CMT placée en sortie de la filière

Annexe 5 : Enveloppes de refroidissement

La dissipation visqueuse dans l'écoulement est à l'origine d'une hausse de la température dans la matière qui se répercute dans l'enveloppe d'acier. Dans la configuration utilisée dans notre travail, à partir d'une certaine vitesse de rotation, l'augmentation de la température dans l'écoulement est telle que la température de l'acier de la filière dépasse la température de consigne. Pour maintenir une température stable, il est nécessaire d'évacuer cette énergie à l'aide d'un système de refroidissement. Une enveloppe permettant le passage d'eau de refroidissement, a été conçue dans cette optique sous la forme de deux demi-coquilles (figure VI-11).



Figure VI-11 : Enveloppe de refroidissement conçue sous la forme de deux demi-coquilles

Sa conception répond à deux principaux critères : une simplicité au niveau de l'assemblage et une simplicité de conception. Son principe est détaillé sur la figure VI-12.

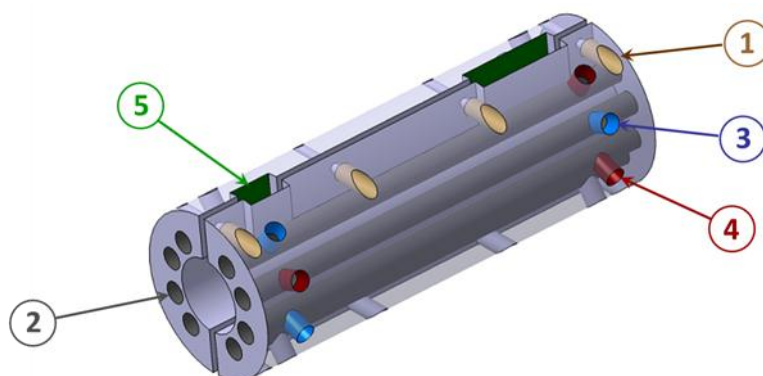


Figure VI-12 : Principe de l'enveloppe de refroidissement, (1) trous de fixation, (2) perçages pour la circulation d'eau, (3) entrée de l'eau de refroidissement, (4) sortie de l'eau de refroidissement, (5) Evidemment pour le passage de l'instrumentation

Les deux coquilles sont placées autour de la filière et assemblées à l'aide de 8 vis CHC, des taraudages étant prévu dans une des demi-coquilles (Figure 12, 1). Chacune d'elle est percée dans la longueur pour permettre le passage de l'eau dans un écoulement de diamètre 10 (Figure 12, 2). En raison des contraintes d'encombrement, l'arrivée et l'évacuation de l'eau est perpendiculaire à la longueur (Figure 12, 3,4). Pour assurer une meilleure homogénéité thermique, les arrivées et sorties d'eau sont alternées. Enfin, des évidements situés sur le plan vertical permettent l'évacuation des fils d'instrumentation (Thermocouples, Capteurs de pression) (Figure 12, 5).

Cette enveloppe de refroidissement sera utilisée dans de prochaines expérimentations, et permettra d'assurer une meilleure stabilité de la température à l'interface polymère-métal.

Références bibliographiques

- Abeykoon, 2012** C. Abeykoon, P.J. Martin, A.D. Kelly, E.C. Brown, *A review and evaluation of melt temperature sensors for polymer extrusion*, Sensor Actuat A-Phys, 182, p16-27 (2012)
- Agassant, 1996** J-F. Agassant, P. Avenas, J-P. Sergent, B. Vergnes, M. Vincent, *La mise en forme des matières plastiques*, 3^{ème} édition, Lavoisier, Paris (1996)
- Aloku, 2010** G.O. Aloku, X-F. Yuan, *Numerical simulation of polymer foaming process in extrusion flow*, Chem Eng Sci, 65, p3749-3761 (2010)
- Amano, 1990** O. Amano, S. Utsugi, *Temperature measurements of polymer melts in the heating barrel during injection molding, Part 3: effects of screw geometry*, Polym Eng Sci, 30:7, p385-393 (1990)
- Ansari, 2012** M. Ansari, S.G. Hatzikiriakos, E. Mitsoulis, *Slip effects in HDPE flows*, J Non-Newton Fluid, 167-168, p18-29 (2012)
- Ardakani, 2011** H.A. Ardakani, E. Mitsoulis, S.G. Hatzikiriakos, *Thixotropic flow of toothpaste through extrusion dies*, J Non-Newton Fluid, 166, p1262-1271 (2011)
- Arrhenius, 1889** Arrhenius S., *Über die dissociationswärme und den einfluss der temperature auf den dissociationsgrad der electrolyte*, Z Phys Chem, 4, p96-116 (1889)
- Arrilaga, 2007** A. Arrilaga, A.M. Zaldua, R.M. Atxurra, A.S. Farid, *Techniques used for determining cure kinetics of rubber compounds*, Eur Polym J, 43, p4783-4799 (2007)
- Bagley, 1957** E.B. Bagley, *End corrections in the capillary flow of polyethylene*, J Appl Phys, 28:5, p624-627 (1957)
- Baik, 1998** J.J. Baik, C. Tzoganakis. *A study of extrudate distortion in controlled-rheology polypropylenes*, Polym Eng Sci, 38, p274-281 (1998)
- Baltussen, 2010** M.G.H.M. Baltussen, M.A. Hulsen, G.W.M. Peters, *Numerical simulation of the fountain flow instability in injection molding*, J Non-Newton Fluid, 165, p631-640 (2010)
- Beaumont, 1998** J.P. Beaumont, J.H. Young, M.J. Jaworski, *Solving mold filling imbalances in multi-cavity injection molds*, J Inj Molding Tech, 2:2, p47-58 (1998)
- Beaumont, 2002** J.P. Beaumont, D.A. Hoffman, *Method for balancing flowing conditions of laminar flowing materials*, Brevet : US 2002/0000685 (2002)

-
- Beaumont, 2006** J.P. Beaumont, *Adjustable melt rotation positioning device and method*, Brevet : US 2006/0261521 (2006)
- Beaumont, 2007** J.P. Beaumont, *Controlling warpage through melt rotation technology*, Brevet : US 2007/0296100 (2007)
- Beaumont, 2007B** J.P. Beaumont, *Runner and gating design handbook, Tools for successful injection molding*, 2^{nde} édition, Hanser, Munich (2007)
- Beaumont, 2010** J.P. Beaumont, *Controlling warpage through melt rotation technology*, Brevet : US 7,666,335 (2010)
- Beck, 1986** J.V. Beck, *Combined function specification-regularization procedure for solution of inverse heat conduction problem*, AIAA Journal, 24, p180-85 (1986)
- Bendada, 2003** A. Bendada, K. Cole, M. Lamontagne, Y. Simard, *A hollow waveguide infrared thermometer for polymer temperature measurement during injection moulding*, J Opt A-Pure Appl Op, 5, p464-470 (2003)
- Bendada, 2004** A. Bendada, M. Lamontagne, *A new infrared pyrometer for polymer temperature measurement during extrusion moulding*, Infrared Phys Techn, 46, p11-15 (2004)
- Bendada, 2007** A. Bendada, A. Derdouri, Y. Simard, M. Lamontagne, *Advances in infrared technology for the online monitoring of injection moulding : application to the understanding of the nature of contact at the polymer-mould surface*, T I Meas Control, 29:5, p431-451 (2007)
- Bendada, 2008** A. Bendada, N. Nardini, C. De-Granpré, *Evaluation of internal thermal gradients from surface thermography measurements: Application to process Control*, CINDE J, 29:3 (2008)
- Bird, 2002** R.B. Bird, W.E. Stewart, E.N. Lightfoot, *Transport phenomena*, 2^{nde} édition, J. Wiley & Sons, Inc.", (2002)
- Black, 2000** W.B. Black, *Wall slip and boundary effects in polymer shear flows*, these, Université du Wisconsin, Etats-Unis (2000)
- Blair, 1939** G.W.S. Blair, J.C. Hening, A. Wagstaff, *The flow of cream through narrow glass tubes*, J Phys Chem 43:7, p853-864 (1939)
- Borg, 2008** T. Borg, E.J. Pääkkönen, *Linear viscoelastic models, Part III. Start-up and transient flow effects from the molecular weight distribution*, J Non-Newton Fluid, 159, p17-25 (2009)
- Braun, 2008** A. Braun, Marco Dressler, E.J. Windhab, *Extrusion flow of complex viscoelastic polymer blend model*, J Non-Newton Fluid, 149, p93-103 (2009)
- Brinkman, 1951** H.C. Brinkman, *Heat effects in capillary flow I*, Appl Sci Res, A2, p120-124 (1951)

- Brooman, 1848** R.A. Brooman, *Making articles of gutta-percha by molding, stamping, or embossing*, Brevet N° 5592 (1848)
- Brown, 2000** E.C. Brown, P. Olley, P.D. Coates, *In line melt temperature measurement during real time ultrasound monitoring of single screw extrusion*, *Plast Rubber Compos*, 29:1, p3-13 (2000)
- Brown, 2004** E.C. Brown, A.L. Kelly, P.D. Coates, *Melt temperature field measurement in single screw extrusion using thermocouple meshes*, *Rev Sci Instrum*, 75:11, p4742:4748 (2004)
- Bueche, 1968** F. Bueche, *Viscosity of entangled polymers; Theory of variation with shear rate*, *J Chem Phys*, 48:10, p4781:4784 (1968)
- Bruker, 1987** I. Bruker, C. Miaw, A. Hasson, G. Balch, *Numerical analysis of the temperature profile in the melt conveying section of a single screw extruder: comparison with experimental data*, *Polym Eng Sci*, 27:7, p504:508 (1987)
- Bur, 2001** A.J. Bur, M.G. Vangel, S.C. Roth, *Fluorescence based temperature measurements and applications to real-time polymer processing*, *Polym Eng Sci*, 41:8, p1380-1389 (2001)
- Bur, 2003** A.J. Bur, S.C. Roth, *Measuring resin temperature during extrusion using a fluorescence technique*, *SPE ANTEC*, p3341:3345 (2003)
- Bur, 2004** A.J. Bur, S.C. Roth, M.A. Spalding, D.W. Baugh, A.K. Koppi, W.C. Buzanowski, *Temperature gradients in the channels of a single-screw extruder*, *Polym Eng Sci*, 44:11, p2148-2157 (2004)
- Buranov, 2010** A.U. Buranov, B.J. Elmuradov, *Extraction and characterization of latex and natural rubber from rubber-bearing plants*, *J Agric Food Chem*, 58:2, p734-743 (2010)
- Carneiro, 2001** O.S. Carneiro, J.M. Nobrega, F.T. Pinho, P.J. Oliveira, *Computer aided rheological design of extrusion dies for profiles*, *J Mater Process Tech*, 114, p75-86 (2001)
- Carrerras, 2006** E.S. Carrerras, N. El Kissi, J-M. Piau, F. Toussaint, S. Nigen, *Pressure effects on viscosity and flow stability of polyethylene melts during extrusion*, *Rheol Acta*, 45, p209-222 (2006)
- Chakirov, 2011** R. Chakirov, Y. Vagapov, *Direct conversion of wind energy into heat using joule machine*, *IPCBE*, 19, p12:17 (2011)
- Chakravorty, 1997** S. Chakravorty, C.R.G. Allen, C.S. Brown, *In-line temperature measurement during polymer melt flow*, *Polym Test*, 16, p455-460 (1997)
- Chang, 2012** L. Chang, L. Bing, W. Kuisheng, *Non-isothermal simulation of melting process in twin screw extruder based on two typical screw configurations*, *Appl Mech Mat*, 130-134, p2273-2279 (2012)

-
- Chaput, 2011** C. Chaput, J.B. Lafon, *3D printing methods*, Ceram Ind, 161:9, p15-16 (2011)
- Cheheb, 2011** Z. Cheheb, *Mesure des propriétés thermiques des mélanges à base de caoutchouc dans les conditions de mise en œuvre*, Thèse de doctorat, Université de Nantes (2011)
- Cheheb, 2011B** Z. Cheheb, P. Mousseau, A. Sarda, R. Deterre, *Thermal conductivity of rubber compounds versus the state of cure*, Macromol Mater Eng, 297:3, p228-236 (2012)
- Chen, 2011** J. Chen, P. Dai, H. Yao, T. Chan, *Numerical analysis of mixing performance of mixing section in pin-barrel single-screw extruder*, J Polym Eng, 31:1, p 53-62 (2011)
- Cheymol, 2006** André Cheymol, *“Mise en œuvre des élastomères”*, série polymères, Hermès Lavoisier, Paris (2006)
- Chilton, 1934** T.H. Chilton, A.P. Colburn, *Mass transfer (Absorption) coefficients, prediction from data on heat transfer and fluid friction*, Industrial and engineering chemistry, 26:11, p1183-1187 (1934)
- Chiruvella, 1996** R.V. Chiruvella, Y. Jaluria, V. Sernas, M. Esseghir, *Extrusion of non-newtonian fluids in single-screw extruder with pressure back flow*, Polym Eng Sci, 36:3, p 358-367 (1996)
- Claxton, 1964** Claxton N.E., Liska J.W., *Calculation of state of cure in rubber under variable time temperature conditions*, Rubber Age, 9, p237-244 (1964)
- Coates, 2003** P.D. Coates, S.E. Barnes, M.G. Sibley, E.C. Brown, H.G.M. Edwards, I.J. Scowen, *In-process vibrational spectroscopy and ultrasound measurements in polymer melt extrusion*, Polymer, 44, p5937-5949 (2003)
- Colburn, 1933** A.P. Colburn, *Mean temperature difference and heat transfer coefficient in liquid heat exchangers*, Indus Eng Chem, 25:8, p873-877 (1933)
- Combeaud, 2004** C. Combeaud, *Etude des instabilités volumiques en extrusion de polystyrène et polypropylène*, Thèse de doctorat, Ecole des Mines ParisTech (2004)
- Connelly, 2004** R.K. Connelly, J.L. Kokini, *The effect of shear thinning and differential viscoelasticity on mixing in a model 2D mixer as determined using FEM with particle tracking*, J Non-Newton Fluid, 123, p1-17 (2004)
- Connelly, 2007** R.K. Connelly, J.L. Kokini, *Examination of the mixing ability of single and twin screw mixers using 2D finite element method simulation with particle tracking*, J Food Eng, 79, p956-969 (2007)
- Coran, 1964** Coran A.Y., *Vulcanization. Part IV. A model and treatment for scorch delay kinetics*. Rubber Chem Technol, 37:3, p689-697 (1964)

- Costa, 2003** A. Costa, G. Macedonio, *Viscous heating in fluids with temperature-dependent viscosity: implications for magma flow*, 10:6, p545-555 (2003)
- Cox, 1958** W.P. Cox, E.H. Merz, *correlation of dynamic and steady flow viscosities*, J Polym Sci, 28:118, p619-622 (1958)
- Cox, 1974** H.W. Cox, C.W. Macosko, *Viscous dissipation in die flows*, AIChE J, 20:4, p785-795 (1974)
- Crochet, 1992** M.J. Crochet, B. Debbaut, R. Keunings, J.M. Marchal, *Polyflow: a multi-purpose finite elements program for continuous polymer flows*, dans "Computer modeling for extrusion and other continuous polymer processes (Ed. K.T. O'Brien), p25-50, Carl Hanser (1992)
- Cross, 1965** M.M. Cross, *Rheology of non-newtonian fluids: A new flow equation for pseudoplastics systems*, J Colloid Sci, 20:5, p417:437 (1965)
- Dalton, 2013** D.A.Dalton, G. Murthy, S.H. Strauss, *Production of traditional and novel biopolymers in transgenic woody plants*, Recent Adv Phytochem, 42, p59-78 (2013)
- Dealy, 1977** J.M. Dealy, T.K.P. Vu, *The weissenberg effect in molten polymers*, J Non-Newton Fluid, 3:2, p127-140 (1977)
- Debey, 1997** D. Debey, R. Bluhm, N. Habets, H. Kurz, *Fabrication of planar thermocouples for real-time measurements of temperature profiles in polymer melts*, Sensor Actuat A-Phys, 58:3, p179-184 (1997)
- Denn, 2008** M.M. Denn, *Polymer Melt Processing, Foundations in fluid mechanics and heat transfer*, Lavoisier (2008)
- Desgoffe, 1883** A. Desgoffe, *Apparatus for extracting juices from animal and vegetables substances*, brevet N°287010 (1883)
- Dos Santos, 2007** W.N. Dos Santos, *Thermal properties of polymers by non-steady-state techniques*, Polym Test, 26:4, p556-566 (2007)
- Dubrock-Baritaud, 2008** C. Dubrocq-Baritaud, *Mécanismes d'action de "Polymer processing aids" fluores durant l'extrusion d'un polyéthylène basse densité linéaire : études expérimentales et interprétations*, Thèse de doctorat, Ecole des Mines ParisTech (2008)
- El Labban, 2008** A. El Labban, *Optimisation du cycle de cuisson d'une pièce moulée en élastomère*, Thèse de doctorat, Université de Nantes (2008)
- Farouk, 2005** Y. farouq, C. Nicolazo, A. Sarda, R. Deterre, *Temperature measurements in the depth and at the surface of injected thermoplastics parts*, Measurement, 38, p1-14 (2005)

-
- Ganvir, 2009** V. Ganvir, A. Iele, R. Thakkar, B.P. Gautham, *Prediction of extrudate swell in polymer melt extrusion using an arbitrary lagrangian eulerian (ALE) based finite element method*, J Non-Newton Fluid, 156, p21-28 (2009)
- Gent, 2005** A.N. Gent, *Rubber Elasticity: Basic concepts and Behavior, Science and Technology of Rubber*, 3^{ème} édition (2005)
- Ghoreishy, 2005** M.H.R. Ghoreishy, M. Razavi-Nouri, G. Naderi, *Finite element analysis of a thermoplastic elastomer melt flow in the metering region of a single screw extruder*, Comp Mater Sci, 34:4, p389-396 (2005)
- Goodyear, 1844** C. Goodyear, *Improvement in india-rubber fabrics*, Brevet n°3462 (1844)
- Graessley, 1974** William W. Graessley, *The entanglement concept in polymer rheology*, Adv Polym Sci, 16, p1-179 (1974)
- Graetz, 1889** L. Graetz, *Über das von Hrn. H. F. Weber aufgestellte strahlungsgesetz*, Annalen der physic, 272:4, p857-864 (1889)
- Gray, 1879** M. Gray, *Supplying plastic compounds of india rubber and gutta percha to moulding or shaping dies*, Brevet (1879)
- Guriya, 1998** K.C. Guriya, A.K. Bhattachariya, D.K. Tripathy, *Rheological properties of ethylene propylene diene rubber (EPDM) compound – effect of blowing agent, curing agent and carbon black filler*, Polymer, 39:1, p109-115 (1998)
- Gustafsson, 1979** Gustafsson S.E., Karawacki E., Khan M.N., *Transient hot-strip method for simultaneously measuring thermal conductivity and thermal diffusivity of solids and fluids*, J Phys D Appl Phys, 12:9, p 1411-1421 (1979)
- Ha, 2008** Y.S. Ha, J.R. Cho, T.H. Kim, J.H. Kim, *Finite element analysis of rubber extrusion forming process for automobile weather strip*, J Mater Process Tech, 201, p168-173 (2008)
- Hassan, 2008** H. Hassan, N. Régnier, C. Pujos, G. Defaye, *Effect of viscous dissipation on the temperature of the polymer during injection molding filling*, Polym Eng Sci, 48:6, p1199-1206 (2008)
- Hersey, 1936** M.D. Hersey, *Note on heat effects in capillary flow*, Physics, 7, p403-407 (1936)
- Hofmann, 1913** F. Hofmann, C. Coutelle, K. Delbrück, K. Meisenburg, *Caoutchouc substance and process of making-same*, Brevet n°1062913 (1913)
- Höhne, 2003** G.W.H. Höhne, W.F. Hemminger, H.-J. Flammersheim, *Differential Scanning Calorimetry*, 2^{nde} édition, Chap 3, p31-48, Springer-Verlag, Berlin (2003)
- Hu, 2010** S.P. Hu, C.M. Fan, D.L. Young, *The meshless analog equation method for solving heat transfer to molten polymer flow in tubes*, Int J Heat Mass tran, 53:9-10, p2240-2247 (2010)

- Huang, 2006** H-X. Huang, Y-Z. Li, Y-H. Deng, *Online-time acquisition for transient temperature in blow molding*, Polym Test, 25, p839-845 (2006)
- Ifoca, 1984** IFOCA, Groupe français d'études et d'applications des polymères, Synthèse, propriétés et technologies des élastomères (1984)
- Isayev, 1987** A.I. Isayev, M. Dekker, *Injection moulding of rubber compounds in 'Injection and compression moulding fundamentals'*, New York, Marcel Dekker, p435-479 (1987)
- Jaluria, 2002** Y. Jaluria, *Thermal processing of materials: from basic research to engineering*, J Heat Trans, 125:6, p957-979 (2003)
- Javadi, 2011** M. Javadi, M. Moghiman, M.R. Erfanian, N. Hosseini, *Numerical investigation of curing process in reaction injection molding of rubber for quality improvements*, Key Eng Mat, 462-463, p1206-1211 (2011)
- Johnston, 2007** S. Johnston, D. Kazmer, *Causes of melt temperature variations observed in the nozzle during injection molding*, SPE ANTEC (2007)
- Joule, 1845** J.P. Joule, *On the existence of an equivalent relation between heat and the ordinary forms of mechanical power*, Philosophical Magazine, series 3, 27, p205 (1845)
- Kajiwara, 2011** T. Kajiwara, Y. Nakayama, *Capturing the efficiency of a melt-mixing process for polymer processing*, J Chem Eng Jpn, 44:11, p831-839 (2011)
- Kalyon, 1999** D.M. Kalyon, A. Lawal, R. Yazici, P. Yaras, S. Railkar, *Mathematical modeling and experimental studies of twin-screw extrusion of filled polymers*, Polym Eng Sci, 39:6, p1139-1151 (1999)
- Kang, 2002** S.Y. Kang, K. Jayaraman, *Wall Slip and Viscous heating effects on the flow of Polypropylene/EP rubber blend in capillary rheometer*, J Ind Eng Chem, 8:4, p370-374 (2002)
- Karam, 1995** S. Karam, *Modélisation de l'injection des élastomères chargés : approche expérimentale et théorique*, Thèse de doctorat, Ecole des Mines ParisTech (1995)
- Karkri, 2004** M. Karkri, *Transferts de chaleur dans un écoulement stationnaire de polymère fondu dans une filière d'extrusion: métrologie thermique et technique inverse*, Thèse de doctorat, Université de Nantes (2004)
- Karkri, 2008** M. Karkri, Y. Jarny, P. Mousseau, *Thermal state of an incompressible pseudo-plastic fluid and Nusselt number at the interface fluid-die wall*, Int J Therm Sci, 47:10, p1284-1293 (2008)
- Kelly, 2005** A.L. Kelly, E.C. Brown, P.D. Coates, *Melt temperature field measurement: influence of extruder screw and die geometry*, Plast Rubber Compos, 34:9, p410-416 (2005)

-
- Kelly, 2006** A.L. Kelly, E.C. Brown, P.D. Coates, *The effect of screw geometry on melt temperature profile in single screw extrusion*, Polym Eng Sci, 46:12, p1706-1714 (2006)
- Koscher, 2003** M. Koscher, *Etude de l'extrusion monovis de mélanges d'élastomères, approche expérimentale et simulation numérique*, Thèse de doctorat, Ecole des Mines ParisTech (2003)
- Kumar, 2001** K.A. Kumar, *Analysis and suppression of instabilities in viscoelastic flows*, Thèse de doctorat, Université du Wisconsin, Etats-Unis (2001)
- Lai, 1996** G.Y. Lai, J.X. Rietveld, *Role of polymer transparency and temperature gradients in the quantitative measurement of process stream temperatures during injection molding via IR pyrometry*, Polym Eng Sci, 36:13, p1755-1768 (1996)
- Laun, 2003** H.M. Laun, *Pressure dependent viscosity and dissipative heating in capillary rheometry of polymer melts*, Rheologica Acta, vol 42, issue 4, pp295-308 (2003)
- Laun, 2004** H.M. Laun, *Capillary rheometry for polymer melts revisited*, Rheol Acta, 43, p509-528 (2004)
- Launay, 2011** J. Launay, N. Allanic, P. Mousseau, R. Deterre, *Etude numérique d'un canal instrumenté permettant l'analyse thermique et cinétique d'un écoulement d'élastomère*, CFM 2011
- Launay, 2012** J. Launay, N. Allanic, P. Mousseau, R. Muller, R. Deterre, *Scorch arisen prediction through elastomer flow in extrusion die*, Int J Mater Form, DOI 10.1007/s12289-012-1120-9 (2012)
- Lawal, 1997** A. Lawal, D.M. Kalyon, *Viscous heating in nonisothermal die flows of viscoplastic fluids with wall slip*, Chem Eng Sci, 52:8, p1323-1337 (1997)
- Li, 2000** X. Li, X. Han, X. Wang, *Numerical modeling of viscoelastic flows using equal low-order finite elements*, Comput Method Appl M, 199, p570-581 (2010)
- Liang, 1995** J-Z. Liang, *Effect of the die angle on the extrusion swell of rubber compound*, J Mater Process Tech, 52:2-4, p207-212 (1995)
- Liang, 1996** J-Z. Liang, *A study of the die-swell behaviour of rubber compounds during short-die extrusion*, J Mater Process Tech, 59:3, p268-271 (1996)
- Liang, 1999** J.Z. Liang, J.N. Ness, *Relationship between melt shear viscosity and molecular parameters based on high impact polystyrenes in capillary extrusion*, Polym Test, 18, p37-46 (1999)
- Liang, 2004** J.Z. Liang, *Pressure oscillation phenomenon during capillary extrusion flow of carbon-black-filled NR/BR compounds*, Polym Test, 23, p77-82 (2004)

- Liang, 2004B** J-Z. Liang, *Predication of critical distance of wall-slip phenomenon during extrusion of carbon black-filled natural rubber/cis-polybutadiene rubber compound*, J Appl Polym Sci, 91, p3239-3243 (2004)
- Liang, 2005** J-Z. Liang, *Estimation of entry natural converging angles during capillary extrusion flow of carbon black filled NR/SBR compound*, Polym Test, 24:4, p435-438 (2005)
- Limper, 2002** A. Limper, D. Schramm, *Process description for the extrusion of rubber compounds – Development and evaluation of a screw design software*, Macromol Mater Eng, 287, p824-835 (2002)
- Liu, 2009** S-J. Liu, P-C. Su, *Novel three-dimensional in-cavity transient temperature measurements in injection molding and fluid-assisted injection molding*, Polym Test, 28:1, p66-74 (2009)
- Liu, 2009B** S-J. Liu, P-C. Su, K-Y. Lin, *In-situ temperature measurements in the depths of injection molded parts*, Measurement, 42:5, p771-777 (2009)
- Maddock, 1964** B.H. Maddock, *Measurement and analysis of extruder stability*, SPE Journal, 20, p1277-1283 (1964)
- Mauro, 1985** P.D. Mauro, Proc. in international rubber conference, Kyoto, Japan, Japan society of rubber industry, (1985)
- Migler, 1998** K.B. Migler, A.J. Bur, *Fluorescence based measurement of temperature profiles during polymer processing*, Polym Eng Sci, 38:1, p213-221 (1998)
- Minh, 2011** C.L. Minh, S. Belhabib, C. Nicolazo, P. Vachot, P. Mousseau, A. Sarda, R. Deterre, *Pressure influence on crystallization kinetics during injection molding*, J Mater Process Tech, 211:11, p1757-1763 (2011)
- Mitsoulis, 2010** E. Mitsoulis, *Fountain flow of pseudoplastic and viscoplastic fluids*, J Non-Newton Fluid, 165:1-2, p45-55 (2010)
- Müllner, 2008** H.W. Müllner, A. Wiecek, J. Eberhardsteiner, *Experimental Determination of Shear-Thinning Behaviour During Extrusion of Rubber Blends*, Strain, 47:2, p162-172 (2008)
- Nakason, 2004** C. Nakason, A. Kaesaman, W. Sainamsai, S. Kiatkamjonwong, *Rheological behavior of reactive blending of epoxidized natural rubber with cassava starch and epoxidized natural rubber with natural rubber and cassava starch*, J Appl Polym Sci, 91:3, p1752-1762 (2004)
- Nguyen, 1999** K.T. Nguyen, M. Prystay, *An inverse method for estimation of the initial temperature profile and its evolution in polymer processing*, Int J Heat Mass Tran, 42, p1969-1978 (1999)

-
- Nicolazo, 2010** C. Nicolazo, A. Sarda, P. Vachot, P. Mousseau, R. Deterre, *Change of temperature at the surface of injection moulded parts*, J Mater Process Tech, 210:2, p233-237 (2010)
- Nietsch, 1997** T. Nietsch, P. Cassagnau, A. Michel, *Melt temperatures and residence times in an extruder by infrared spectroscopy*, Int Polym Proc, 12:4, p307-315 (1997)
- Noguchi, 1989** K. Noguchi, M. Fujita, T. Masaki, M. Mizushina, *Tensile Strength of Yttria-Stabilized Tetragonal Zirconia Polycrystals*, J Am Ceram Soc, 72:7, p1305–1307 (1989)
- Normandin, 1999** M. Normandin, J-R. Clermont, J. guillet, C. Raveyre, *Three-dimensional extrudate swell experiment and numerical study of a polyethylene melt obeying a memory-integral equation*, J Non-Newton Fluid, 87, p1-25 (1999)
- Norton, 2006** T. Norton, D-W. Sun, *Computational fluid dynamics (CFD) – an effective and efficient design and analysis tool for the food industry: A review*, Trends Food Sci Tech, 17:11, p600-620 (2006)
- Nozu, 2008** S. Nozu, H. Tsuji, M. Itadani, W. Fujiwara, K. Ohnishi, *Study of cure process of thick solid rubber*, J Mater Process Tech, 201:1-3, p720-724 (2008)
- Olagunju, 2002** D.O. Olagunju, L.P. Cook, G.H. McKinley, *Effect of viscous heating on linear stability of viscoelastic cone-and-plate flow : axisymmetric case*, J Non-Newton Fluid Mech, 102, p321-342 (2002)
- Oudet, 1993** Ch. Oudet, *“Polymères, Structures et propriétés”*. MASSON, Paris (1993)
- Patil, 2008** P.D. Patil, I. Ochoa, J.J. Feng, S.G. Hatzikiriakos, *Viscoelastic flow simulation of polytetrafluoroethylene (PTFE) paste extrusion*, J Non-Newton Fluid, 153, p25-33 (2008)
- Petrie, 1976** C.J.S. Petrie, M.M. Denn, *Instabilities in polymer processing*, AIChE J., 22, p209-236 (1976)
- Phillipoff, 1942** W. Phillipoff, *Viskosität der kolloide*, T. Steinkopff, Dresden (1942) (en allemand)
- Pinabarsi, 2009** A. Pinabarsi, E. Toros, M. Imal, *Combined effect of variable fluid properties on nonisothermal flow of an inelastic fluid with viscous heating*, Int Commun Heat Mass, 36, p280-285 (2009)
- Piau, 2006** J-M. Piau, *Capillary rheometry for polymer melts*, Rheol Acta, 45, p773-775 (2006)
- Pujos, 2006** C. Pujos, *Estimation de la rheology d'un polymère dans une filière d'extrusion, simulation d'écoulement avec transferts thermiques et inversion de mesures*, Thèse de doctorat, Université Bordeaux I (2006)

- Pujos, 2008** C. Pujos, N. Régnier, G. Defaye, *Determination of the inlet temperature profile of an extrusion die in unsteady flow*, Chem Eng Process, 47:3, p456-462 (2008)
- Rabinowitsch, 1929** Rabinowitsch B., *Über die viskosität und elastizität von Solen*, Z Phys Chem, 145, p1-26 (1929) (en allemand)
- Ramorino, 2010** G. Ramorino, M. Girardi, S. Agnelli, A. Franceschini, F. Baldi, F. Vigano, T. Ricco, *Injection Molding of Engineering Rubber Components: A Comparison Between Experimental Results and Numerical Simulation*, Int J Mater Form, 3, p551-554 (2010)
- Rauwendaal, 2002** C. Rauwendaal, *Polymer extrusion*, 4^{ème} édition, Hanser, Munich (2002)
- Ravey, 2011** C. Ravey, *Estimations de champs de diffusivités, de vitesses et de sources de chaleur par thermographie infrarouge sur des systèmes microfluidiques*, Thèse de doctorat, Ecole supérieure d'Arts et Métiers ParisTech (2011)
- Ridene, 2010** Y.C. Ridene, D.Graebing, M. Boujelbene, *Optimization of an extrusion die for polymer flow*, AMPT 2010, p191-196 (2010)
- Rides, 2009** M. Rides, J. Morikawa, L. Halldahl, B. Hay, H. Lobo, A. Dawson, C. Allen, *Intercomparison of thermal conductivity and thermal diffusivity methods for plastics*, Polym Test, 28:5, p480-489 (2009)
- Rohe, 1998** T. Rohe, W. Becker, A. krey, H. Nägele, S. Kölle, N. Eisenreich, *In-line monitoring of polymer extrusion processes by NIR spectroscopy*, J. Near Infrared Spectrosc, 5, p325-332 (1998)
- Rosenbaum, 1997** E.E. Rosenbaum, S.G. hatzikiakos, *Wall slip in the capillary flow of molten polymers subject to viscous heating*, AIChE J, 43:3, p598-608 (1997)
- Rutherford, 2005** S.W. Rutherford, R.E. Kurtz, M.G. Smith, K.G. Honnell, J.E. Coons, *Measurement and correlation of sorption and transport properties of ethylene-propylene-diene monomer (EPDM) elastomers*, J Membrane Sci, 263, p57-65 (2005)
- Sakaguchi, 1991** Sakaguchi S., Murayama N., Kodama Y., Wakai F., *The Poisson's ration of engineering ceramics at elevated temperature*, J Mater Sci Lett, 10, 282-284 (1991)
- Samarzija, 2009** S. Samarzija-Jovanovic, V. Jovanovic, G. Markovic, M. Marinovic-Cincovic, *The effect of different types of carbon black on the rheological and thermal properties of acrylonitrile butadiene rubber*, J Therm Anal Calorim, 98, p275-283 (2009)
- Schläffer, 1971** W. Schläffer, J. Schijf, H. Janeschitz-Kriegl, *Measurements of radial temperature profiles in a single-screw extruder*, Plastics and Polymers, 39, p193 (1971)

-
- SiENZ, 2010** J. SiENZ, A. Goublomme, M. Luege, *Sensitivity analysis for the design of profile extrusion dies*, Comput Struct, 88, p610-624 (2010)
- Sombatsompop, 1999** N. Sombatsompop, A. Wood, *A novel method for velocity profile measurements in flowing polymer melts*, Mat Res Innovat, 3, p107-111 (1999)
- Sombatsompop, 2000** N. Sombatsompop, M. Panapoy, *Effect of screw rotating speed on polymer melt temperature profiles in twin screw extruder*, J Mater Sci, 35, p6131-6137 (2000)
- Sombatsompop, 2000B** N. Sombatsompop, W. Chaiwattanpipat, *Temperature profiles of glass fibre-filled propylene melts in injection moulding*, Polym Test, 19, p713-724 (2000)
- Sombatsompop, 2000C** N. Sombatsompop, W. Chaiwattanpipat, *Temperature distributions of molten polypropylene during injection molding*, Adv Polym Tech, 19:2, p79-86 (2000)
- Sombatsompop, 2001** N. Sombatsompop, R. Dangtungee, *Flow visualization and extrudate swell of natural rubber in a capillary rheometer: effect of die/barrel system*, J Appl Polym Sci, 82, p2525-2583 (2001)
- Sombatsompop, 2001B** N. Sombatsompop, S. Patcharaphun, *A new experimental method for determining simultaneously true radial temperature profiles of polymer melts under isothermal capillary flow*, Polym J, 33:6, p491-494 (2001)
- Sombatsompop, 2002** N. Sombatsompop, M. Panaploy, *Die geometry effects on the temperature profile measurements of flowing PP melt in a twin-screw extruder*, Polym test, 21, p17-25 (2002)
- Sommer, 2007** M. Sommer, W. Peukert, *Handbook of powder technology, Chap 13 p551-603, Particule Breakage*, 12 (2007)
- Sorroche, 2012** J.V. Sorroche, A. Kelly, E.C. Brown, P. Coates, N. Karnachi, E. Harkin-Jones, K. Li, J. Deng, *Thermal optimisation of polymer extrusion using In-process monitoring techniques*, Appl Therm Eng, <http://dx.doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2012.04.013> (2012)
- Sorroche, 2012B** J.V. Sorroche, A. Kelly, E.C. Brown, P. Coates, E. Harkin-Jones, N. Karnachi, *Thermal optimization of polymer extrusion using in-process monitoring techniques*, IRC (2012)
- Sochi, 2011** T. Sochi, *Slip at fluid-solid interface*, Polymer Reviews, 51:4, p309-340 (2011)
- Spalding, 2004** M.A. Spalding, J.A. Kuhman, D. Larson, J. Kuhman, H.L. Prettyman, *Performance of a distributive melt-mixing screw with an advanced mixing tip*, SPE ANTEC, p599-604 (2004)

- Speight, 1999** R.G. Speight, R.M. Rose, P.D. Coates, *Infrared sensor melt temperature measurement technology and benefits for thermoplastic injection molding process control*, J Inj Molding Tech, 3, p159-180 (1999)
- Stevens, 1995** M.J.Stevens and J.A.Covas, *Extruder Principles and Operation*, 2^{nde} édition, Chapman and Hall, London (1995)
- Steward, 1998** E.L. Steward, *Recording pressure and melt temperature in extrusion*, SPE ANTEC, p320-324 (1998)
- Steward, 1999** E.L. Steward, *Control of melt temperature on single screw extruders*, SPE ANTEC, Papier N°813 (1999)
- Sun, 2012** D. Sun, W-P. Sung, R. Chen, *Blow molding process optimization of amorphous alloy tube blank based on Polyflow software*, Appl Mech Mat, 121-126, p3827-3831 (2012)
- Sundqvist, 1992** Sundqvist B., *Thermal diffusivity and thermal conductivity of Chromel, Alumel, and Constantan in the range 100-450 K*, J Appl Phys, 72:2, 539-545 (1992)
- Tan, 2009** J. Tan, Y.J. Chao, H. Wang, J. Gong, J.W. Van Zee, *Chemical and mechanical stability of EPDM in a PEM fuel cell environment*, Polym Degrad Stabil, 94, p2072-2078 (2009)
- Thomson, 1798** Benjamin Thomson, *An inquiry concerning the source of heat which is excited by friction*, Philosophical transactions, 18, p286 (1798)
- Tordella, 1969** J.P. Tordella. *Unstable flow of molten polymers*, Rheology, F.R.Eirich, vol. V, Academic Press, New York (1969)
- Treloar, 2005** L.R.G. treloar, *The physics of rubber elasticity*, Oxford (2005)
- Vaddiraju, 2004** S.R. vaddiraju, M. kostic, L. Reifschneider, A. Pla-Dalmau, V. Rykalin, A. bross, *Extrusion simulation and experimental validation to optimize precision die design*, SPE ANTEC, p76-80 (2004)
- Van Krevelen, 2009** Van Krevelen D.W., Nijenhuis K., *Properties of Polymers : their correlation with chemical structure, their numerical estimation & prediction from additive group*, 4^{ème} édition, Lavoisier (2009)
- Vanandruel, 1996** N. Vanandruel, *Simulation of glass processes with polyflow, a finite element program*, Ceramics, 40:1, p11-46 (1996)
- Von Mises, 1913** R. Von Mises, *Mechanik der festen Körper im plastisch deformablen Zustand. Göttin. Nachr.*, Math Phys, 1, p582–592 (1913)
- Wielhorski, 2009** Y. Wielhorski, *Transferts de chaleur dans un écoulement de polymère fondu en régime non stationnaire – application aux procédés d’extrusion et d’injection*, Thèse de doctorat, Université de Nantes (2019)

-
- Wielhorski, 2011** Y. Wielhorski, P. Mousseau, Y. Jarny, D. Delaunay, N. Lefevre, *Thermal balance between viscous heating and inlet thermal condition in non-stationary polymer flow through a cylindrical die*, *International journal of thermal sciences*, Int J Therm Sci, 50:5, p769-778 (2011)
- Winter, 1975** H.H. Winter, *Approximate calculation and measurement of the pressure distribution in radial flow of molten polymers between parallel discs*, *Polym Eng Sci*, 15:6, p460-469 (1975)
- Wo, 2012** D.L. Wo, R.I. Tanner, D.F. Fletcher, *A numerical treatment of crystallization in tube flow*, *Polym Eng Sci*, 52:6, p 1356-1366 (2012)
- Wolbert, 2007** M.J. Wolbert, *Technical analysis of adjustable melt rotation and numerical analysis of polymer flow*, Thèse de doctorat, Université Lehigh, Etats-Unis (2007)
- Wood, 1996** A.K. Wood, Y. Judeh, M. Yue, *Two/three dimensional temperature sensor*, Brevet N°9412655.4 (1996)
- Xu, 2010** B. Xu, M. Wang, T. Yu, D. Zhao, *Viscous dissipation influenceing viscosity of polymer melt in micro channel*, *J Mech Sci Tech*, 24:7, p1417-1423 (2010)
- Yasuda, 1981** K. Yasuda, R.C. Armstrong, R.E. Cohen, *Shear flow properties of concentrated solutions of linear and star branched polystyrenes*, *Rheol Acta*, 20, p163-178 (1981)
- Yataghene, 2009** M. Yataghene, F. Fayolle, J. Legrand, *Experimental and numerical analysis of heat transfer including viscous dissipation in a scraped surface heat exchanger*, *Chem Eng Process: process intensification*, 48:10, p1445-1458 (2009)
- Yazbak, 1993** G. Yazbak, R.W. Diraddo, *An inside look at extrusion melt temperatures*, *Plast Technol*, 39:6, p61-66 (1993)
- Zavadsky, 1985** E. Zavadsky, J. Karnis, V. Pechoc, *Non-isothermal flow of polymer melts in a curved tube*, *Rheologica Acta*, 24, p335-340 (1985)
- Zdanski, 2006** P.S.B. Zdanski, M. Vaz Jr, *Polymer melt flow in plane channels: hydrodynamic and thermal boundary layers*, *J Mater Process Tech*, 179, p207-211 (2006)
- Zhang, 2008** X.-H. Zhang, J. Ouyang, *Meshless analysis of heat transfer due to viscous dissipation in polymer flow*, *Eng Anal Bound Elem*, 32, p41-51 (2008)
- Zhang, 2012** N. Zhang, M.D. Gilchrist, *Characterization of thermo-rheological behavior of polymer melts during the micro injection moulding process*, *Polym Test*, 31, p748-758 (2012)
- Zueco, 2008** J. Zueco, *Unsteady conjugate problem of a dissipative fluid in a horizontal channel with a periodic variation temperature*, *Meccanica*, 43:1, p37-46 (2008)

ANALYSE DE L'HOMOGENEISATION THERMIQUE ET CINETIQUE D'UN ECOULEMENT D'ELASTOMERE

La dissipation visqueuse intervenant lors de la mise en œuvre des polymères est à l'origine d'importantes disparités thermiques, et cinétiques dans le cas de matériaux réactifs comme les élastomères. Une réaction de cuisson prématurée de la matière, appelée « grillage », ou une mauvaise qualité de pièce peut en résulter. L'objectif de ce travail consiste à développer un dispositif expérimental, adaptable en sortie d'extrudeuse ou de presse à injecter, permettant l'étude du comportement thermique de l'écoulement d'un polymère dans des canaux de géométrie diverse. L'originalité repose sur la conception d'un outil de mesure intrusif, appelé « Cellule de Mesure de Températures » (CMT). L'instrumentation de deux CMT, une en entrée et une seconde en sortie de la filière, associée à des mesures de températures, de pression et de débit permet le suivi de l'évolution du champ thermique. Une première étude expérimentale sur une extrudeuse alimentée en élastomère EPDM, dans une géométrie d'écoulement droite, permet d'étudier les phénomènes thermiques intervenant dans la filière, et dans le système visfourreau de l'extrudeuse. L'utilisation conjointe des mesures et de l'outil numérique permet la validation des mesures effectuées avec les CMT. Une démarche similaire est ensuite appliquée à des géométries différentes : coude, division, changements de diamètre. Les phénomènes liés aux modifications de géométrie font l'objet d'une comparaison expérimentale et numérique avec le canal droit. La liaison des mesures et des simulations permet pour l'ensemble des géométries la détermination du potentiel énergétique, c'est-à-dire la quantité d'énergie produite par dissipation visqueuse.

Mots-clés : Thermique, Mécanique des fluides, Dissipation visqueuse, Mesure thermique, Polymère, Extrusion, Simulation

ANALYSIS OF THE THERMAL AND KINETIC HOMOGENIZATION OF AN ELASTOMER FLOW

Viscous heating occurring during polymer processing is at the origin of important thermal and kinetic disparities in the case of reactive materials as elastomers. It may cause a premature curing reaction of the material, called "scorch", or a bad part quality. The objective of this work consists in developing an experimental, adaptable device in the exit of an extruder or an injection moulding machine, allowing the study of the thermal behavior of a polymer flow in channels of diverse geometry. The originality lies in the conception of an intrusive measurement tool, called "Temperature Measurement Cell" (TMC). The instrumentation of two TMC, one at the entry and one at the exit of the device, associated with measures of temperatures, pressures and flow rate, allows the follow-up of the evolution of the thermal field. A first experimental study on an extruder fed with an EPDM elastomer, on a straight flow geometry, allows to study the thermal phenomena occurring in the die, and in the screw-barrel system of the extruder. The joint use of the measures and the simulation software allows the validation of the measures made with the TMC. A similar approach is then applied to different geometries: bend zone, division, diameter changes. The phenomena due to the geometry modifications are the object of an experimental and numerical comparison with the straight runner flow geometry. The combination of both measures and simulations for all geometries allows the determination of the energetic potential, which is the determination of the internal energy produced by viscous heating.

Keywords : Thermal, Fluid mechanics, Viscous heating, Thermal measurement, Polymer, Extrusion, Simulation