



HAL
open science

Analyse expérimentale et simulation thermomécanique du soudage bout à bout de tubes de polyéthylène

Olivier Hehn

► **To cite this version:**

Olivier Hehn. Analyse expérimentale et simulation thermomécanique du soudage bout à bout de tubes de polyéthylène. Sciences de l'ingénieur [physics]. École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2006. Français. NNT: . pastel-00002138

HAL Id: pastel-00002138

<https://pastel.hal.science/pastel-00002138>

Submitted on 14 May 2007

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Remerciements

Je remercie l'Ecole des Mines de Paris de m'avoir accueilli durant mes études doctorales au Centre de Mise en Forme des Matériaux à Sophia Antipolis.

Merci à mon directeur de thèse Michel VINCENT pour m'avoir encadré et fait confiance tout au long de la réalisation de ce travail.

Merci à Dominique GUEUGNAUT et à Irène CORAL-HERNANDEZ, partenaires industriels de la thèse, de m'avoir accueilli au sein du centre de recherche de Gaz de France et de m'avoir accompagné dans mon travail.

Je remercie Messieurs Didier DELAUNAY et Gilles REGNIER d'avoir assuré la charge de rapporteur. Je remercie également Monsieur Andrei CONSTANTINESCU d'avoir accepté de faire partie de mon jury de thèse.

Je tiens à remercier tout particulièrement Monsieur Jean-François AGASSANT de m'avoir guidé tout au long de ce travail et d'avoir accepté de faire partie du jury.

Enfin, merci à tous les collègues et à tout le personnel du laboratoire pour leur patience et leur disponibilité.

Table des matières

Chapitre 1

Introduction générale..... 1

1.1	Contexte.....	1
1.2	Le procédé de soudage bout à bout	2
1.2.1	Description générale.....	2
1.2.2	Les étapes principales du soudage bout à bout.....	3
1.3	Objectifs de l'étude	5
	Bibliographie.....	7

Chapitre 2

Analyse du procédé de soudage 9

2.1	Introduction	9
2.2	Le matériau utilisé	10
2.3	Les conditions de soudage.....	11
2.4	Le banc de soudage	13
2.4.1	Présentation	13
2.4.2	Protocole expérimental pour le soudage.....	13
2.5	Mesures réalisées au cours du procédé de soudage.....	14
2.5.1	Principe des mesures	14
2.5.1.1	Forme et évolution du bourrelet	14
2.5.1.2	Mesures de pression	15
2.5.1.3	Mesures de température.....	16
2.5.1.4	Mesures de déplacement.....	18
2.5.2	Résultats et discussion.....	19
2.5.2.1	Forme et évolution du bourrelet	19
2.5.2.2	Mesures de pression	23
2.5.2.3	Mesures de température.....	24
2.5.2.4	Mesures de déplacement.....	30
2.6	Caractérisation des soudures	39
2.6.1	Principe des essais	39
2.6.1.1	L'essai dit du "sèche-cheveux".....	39
2.6.1.2	Les essais de DSC	40
2.6.2	Résultats et discussion.....	42
2.6.2.1	L'essai dit du "sèche-cheveux".....	42
2.6.2.2	Les essais de DSC	45
2.6.3	Les mécanismes de chauffage du tube	47
2.6.3.1	Les transferts thermiques.....	48
2.6.3.2	Quelques ordres de grandeur	50
2.7	Essais de résistance mécanique des soudures.....	55
2.7.1	L'essai dit "à la virole"	55
2.7.2	L'essai de fissuration en fluage	57
2.7.3	L'essai en pression hydraulique	58
2.8	Conclusion.....	60
	Bibliographie.....	62

Chapitre 3

Caractérisation de la matière 65

3.1	Introduction	65
3.2	Cinétique de cristallisation	66
3.2.1	La cristallisation	66
3.2.2	Les modèles de cinétiques de cristallisation.....	66
3.2.2.1	La cristallisation isotherme.....	67
3.2.2.2	La cristallisation à vitesse de refroidissement constante	67
3.2.2.3	La loi de cristallisation utilisée pour la modélisation du soudage bout à bout	68
3.2.2.4	Validité de la loi de cristallisation	69
3.2.3	Détermination expérimentale des paramètres de la loi de cristallisation.....	70
3.2.3.1	Mesures effectuées	70
3.2.3.2	Résultats et analyses	71
3.2.4	Conclusion.....	76
3.3	Cinétique de fusion.....	76
3.3.1	La fusion.....	76
3.3.2	Le modèle de cinétique de fusion	77
3.3.3	Détermination expérimentale des paramètres de la loi de fusion	79
3.3.4	Conclusion.....	81
3.4	Rhéologie à l'état liquide	81
3.4.1	Principe du rhéomètre.....	81
3.4.2	Détermination de la loi de comportement à l'état liquide du polyéthylène utilisé	83
3.4.2.1	Principe des mesures	83
3.4.2.2	Loi de comportement.....	84
3.4.2.3	Influence de la température	87
3.5	Rhéologie à l'état solide	90
3.5.1	Principe des mesures	90
3.5.2	Détermination de la loi de comportement à l'état solide du polyéthylène utilisé.....	91
3.5.2.1	Loi de comportement.....	91
3.5.2.2	Influence de la température	93
3.6	La transition solide/liquide	98
3.6.1	Bibliographie	98
3.6.2	Principe des mesures	99
3.6.3	Analyse du comportement du matériau au cours de la transition solide/liquide	100
3.6.4	Conclusion.....	105
3.7	Etude de la dilatation thermique du polyéthylène	105
3.7.1	Les techniques de mesure	106
3.7.1.1	Bibliographie	106
3.7.1.2	Les techniques utilisées	107
3.7.2	Résultats et modélisation de la dilatation thermique	109
3.7.2.1	Mesures des évolutions de volume dans les états solide et liquide	109
3.7.2.2	Evolution du volume spécifique au cours de la transition solide/liquide	111
3.8	Conclusion.....	112
	Bibliographie.....	115

Chapitre 4

Modélisation et simulation numérique des phénomènes thermo-mécaniques du procédé de soudage bout à bout 119

4.1	Introduction	119
4.2	Bibliographie concernant la simulation du soudage bout à bout.....	120
4.3	Description du logiciel Forge2®	124
4.3.1	Les équations de la mécanique	124
4.3.1.1	Equation de continuité.....	124
4.3.1.2	Equation de la quantité de mouvement.....	125
4.3.1.3	Formulation faible du problème mécanique.....	125
4.3.1.4	La compressibilité	126
4.3.1.5	La loi de comportement.....	127
4.3.1.6	Discrétisation spatiale par la méthode des éléments finis	127
4.3.1.7	L'élément P1+/P1	128
4.3.2	Les équations de la thermique	129
4.3.2.1	L'équation de la chaleur	129
4.3.2.2	Les conditions aux limites	130
4.3.2.3	La méthode Galerkin	131
4.3.2.4	Discrétisation spatiale par la méthode des éléments finis	131
4.3.2.5	Le choc thermique	132
4.3.3	Calcul de thermique asynchrone	132
4.4	Géométrie et types de conditions aux limites utilisés pour la simulation.....	133
4.4.1	La géométrie.....	133
4.4.2	Le maillage	135
4.5	Modifications apportées à Forge2® pour simuler le soudage bout à bout.....	136
4.5.1	Evolution du taux de phase liquide	136
4.5.1.1	Méthode de résolution des lois de transformation de phase	136
4.5.1.2	Validation des lois de changement de phase	138
4.5.2	Rhéologie de la matière au cours de la transition liquide/solide	142
4.5.3	L'enthalpie de cristallisation	144
4.6	Conclusion.....	146
	Bibliographie.....	147

Chapitre 5

Résultats et validation de la simulation numérique..... 149

5.1	Introduction	149
5.2	Les observables au cours des simulations	149
5.2.1	Les capteurs "virtuels" de température	149
5.2.2	Le capteur "virtuel" de déplacement	150
5.2.3	Les mesures de la forme et du volume des bourrelets.....	151
5.3	Simulation du procédé de soudage bout à bout.....	152
5.3.1	Les données matériau	152
5.3.2	Les conditions aux limites mécaniques	155
5.3.2.1	Spécificités des phases d'égalisation et de chauffage.....	155
5.3.2.2	Spécificités de la phase de soudage.....	156
5.3.3	Les conditions aux limites thermiques	156
5.3.3.1	Spécificités des phases d'égalisation et de chauffage.....	156
5.3.3.2	Spécificités de la phase de soudage.....	160
5.3.4	Résultats des simulations.....	160

5.3.4.1	Phases d'égalisation et de chauffage	161
5.3.4.2	Phase de soudage.....	172
5.3.5	Conservation du volume global du tube lors des simulations	179
5.3.5.1	Conclusion.....	180
5.4	Modification des conditions aux limites.....	180
5.4.1	Les nouvelles conditions aux limites.....	180
5.4.2	Résultats des simulations.....	181
5.4.2.1	Phase de chauffage	182
5.4.2.2	Phase de soudage.....	186
5.5	Conclusion.....	187

Conclusion générale 191

Annexe 195

Chapitre 1

Introduction générale

1.1 Contexte

Le réseau de distribution du gaz naturel en France s'agrandit régulièrement. Actuellement, quelques 8900 communes sont desservies par un réseau dont la taille atteint environ 170000 km. Les premiers réseaux de gaz naturel étaient essentiellement constitués de tubes en acier et en fonte. Mais depuis l'introduction du polyéthylène pour la fabrication des canalisations de gaz en Europe à la fin des années 60 et l'utilisation de celui-ci par Gaz de France depuis le milieu des années 70, sa proportion ne cesse de s'accroître pour atteindre près de 120000 km fin 2005, soit plus de 70% du réseau de distribution français. Ce réseau en PE est opéré jusqu'à 4 bar en grande majorité, sauf pour quelques antennes d'amenée, pour lesquelles la pression est de 8 bar. Dans ce dernier cas, des PE dit de "quatrième génération" sont utilisés du fait de leurs caractéristiques mécaniques supérieures.

Le choix du polyéthylène (PE) (en fait des copolymères d'éthylène à faible proportion de butène ou d'hexène voire d'octène) pour la fabrication des tubes de distribution du gaz découle des nombreux avantages technico-économiques procurés par ce matériau. Le PE est un matériau léger, ce qui facilite les opérations de manutention et de mise en œuvre sur le terrain. Il possède une bonne résistance à la corrosion, quelles que soient les conditions au sol, ce qui permet d'éviter les surcoûts dus à l'application d'une protection passive ou active. De plus, les systèmes en PE supportent les effets des mouvements du sol dus aux instabilités et aux grandes variations de température. Du fait de leur bonne résistance à la fissuration, les canalisations en PE présentent un degré de fiabilité élevé dans des conditions d'utilisations normales. Dans ces conditions leur durée de vie est estimée à plus de 50 ans sur la base de courbes de régression construites à partir d'essais accélérés en pression hydraulique.

Les tubes de PE possèdent également l'avantage majeur de pouvoir être assemblés par des techniques de fusion efficaces et faciles à mettre en œuvre. Ces techniques sont principalement l'électrosoudage et le soudage bout à bout dit "soudage au miroir". Actuellement, près de 600000 assemblages sont réalisés sur les canalisations de gaz chaque année en France. La technique la plus utilisée est l'électrosoudage [1-3] qui est une technique fiable et très bien connue. Elle consiste pour l'essentiel à joindre des tubes à l'aide d'un manchon ou d'une prise de dérivation électrosoudables comportant une nappe chauffante constituée d'un enroulement métallique apportant par effet Joule l'énergie nécessaire pour générer la fusion et l'interdiffusion des macromolécules des PE en présence [4-7]. Cette technique possède l'inconvénient majeur d'être coûteuse pour les grands diamètres pour lesquels le prix des pièces de connexion peut être élevé.

Le soudage bout à bout consiste, quant à lui, à faire fondre les extrémités de deux tubes au moyen d'une plaque chauffante, appelée miroir. Il s'agit d'une technique simple à mettre en oeuvre et peu coûteuse (car pas d'apport de matière supplémentaire) et permettant d'assembler des tubes de diamètres très variés allant de 25 à 1200 mm. Actuellement, le soudage bout à bout est très utilisé pour assembler les tubes constituant les canalisations d'eau de gros diamètre mais beaucoup moins dans le cas du gaz naturel, pour des raisons essentiellement économiques, du fait de la gamme des diamètres utilisés généralement inférieurs à 200 mm voire 160 mm, mais également pour des raisons de sécurité. En effet, ce procédé est plus ou moins bien maîtrisé actuellement et les normes de sécurité en terme de gaz naturel sont, pour des raisons évidentes, beaucoup plus sévères que pour l'eau.

Même si cette technique paraît simple de mise en œuvre, en comparaison de l'électrosoudage, il existe un plus grand nombre de degrés de liberté en ce qui concerne les paramètres du procédé, qu'il convient de savoir mieux comprendre et mieux maîtriser si l'on veut gérer convenablement celui-ci. La volonté de maîtriser complètement le soudage bout à bout pour le placer en compétition avec l'électrosoudage chaque fois que l'intérêt technico-économique est démontré est donc bien légitime. Pour cela, il est nécessaire de faire une étude approfondie du soudage bout à bout afin de mieux comprendre les phénomènes mis en jeu, en cernant les relations de cause à effet entre les différents paramètres du système (environnement, régulation, matériau) et la qualité résultante des soudures. Le but final étant pour Gaz de France, pour des questions de sécurité et de confiance, d'arriver au même niveau de maîtrise et d'expertise pour le soudage bout à bout que pour l'électrosoudage.

1.2 Le procédé de soudage bout à bout

1.2.1 Description générale

Le soudage bout à bout est une technique d'assemblage des thermoplastiques par la fusion des extrémités de deux éléments tubulaires au moyen d'une plaque chauffante, appelée miroir. Ce procédé consiste à faire fondre la matière au niveau de la surface à souder (figure 1.1), à mettre en contact les parties fondues pour en assurer le mélange intime et à laisser refroidir l'assemblage ainsi constitué. A l'état fondu, les chaînes de polyéthylène des deux tubes mis en contact s'interpénètrent et, en se solidifiant, se figent dans cet état, procurant ainsi à la soudure une certaine solidité.

Les soudures sont caractérisées par l'apparition d'un bourrelet, ou cordon de soudure, au niveau du plan de soudage qui résulte de l'éjection latérale de la matière fondue formée à l'extrémité des tubes (figure 1.2). Sa forme est utilisée généralement pour donner une première indication visuelle de la qualité de la soudure.

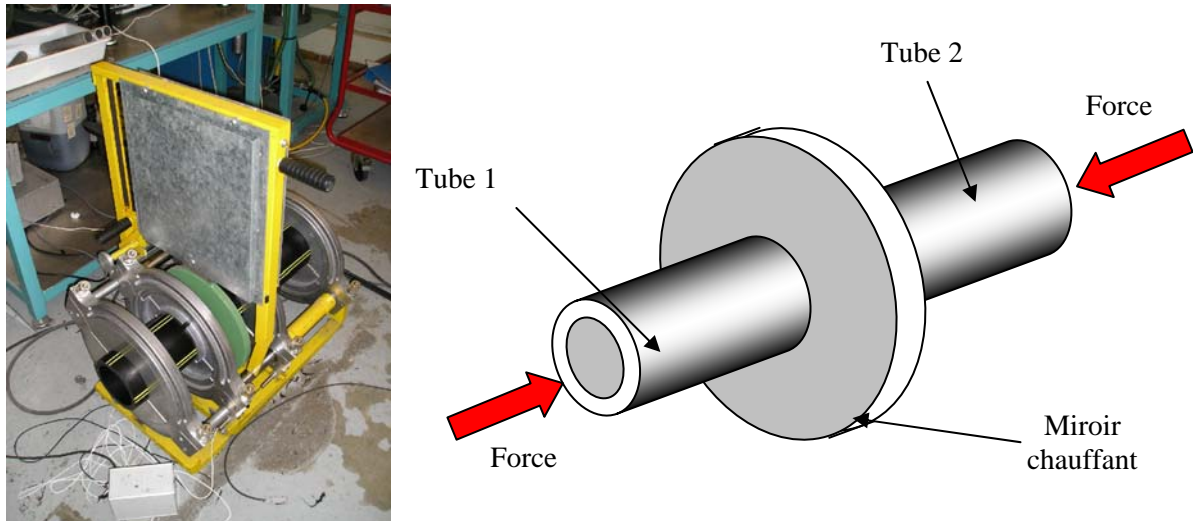


Figure 1.1 – chauffage des tubes lors du soudage bout à bout

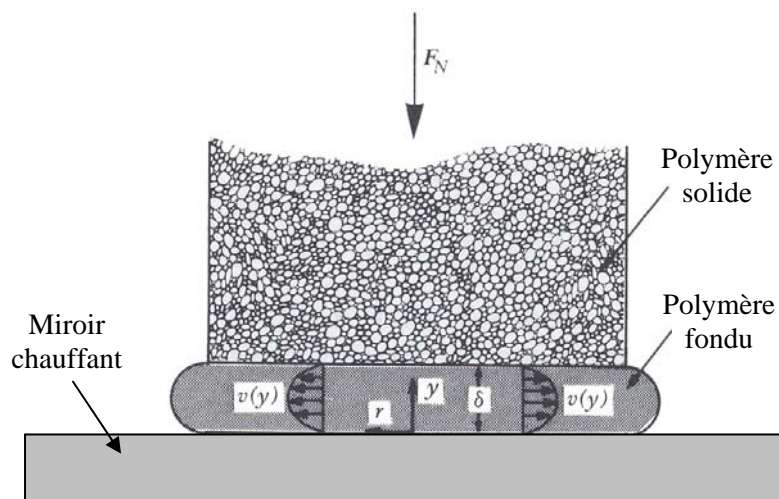


Figure 1.2 – Schéma de la formation du bourrelet au contact du miroir chauffant

1.2.2 Les étapes principales du soudage bout à bout

Le soudage bout à bout peut être divisé en quatre phases distinctes (Figure 1.3), bien représentées sur un diagramme temps – pression - température (figure 1.4), qui se retrouvent dans la plupart des études du procédé (Stokes [8] et Wolters et Venema [9]).

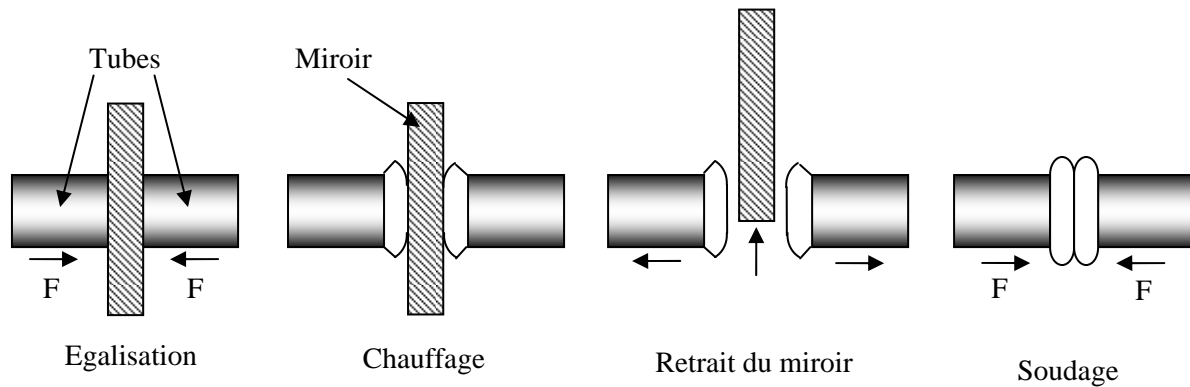


Figure 1.3 – Les étapes du soudage bout à bout

Phase 1 : Egalisation

Cette étape a pour objectif de s'assurer que la totalité de la surface du tube est en contact avec le miroir chauffant. Les deux pièces à souder sont plaquées contre le miroir avec une certaine pression (0,18 MPa). Cette étape dure quelques secondes, le temps qu'une fine couche de polymère ait le temps de fondre. C'est ici que le cordon de soudure commence à se former.

Phase 2 : Chauffage

Les deux tubes sont laissés en contact avec le miroir mais la pression appliquée est très faible, de l'ordre de 0,01 MPa, afin de s'assurer que les tubes restent en contact avec le miroir. Cette étape a pour but l'élargissement de la couche de polymère fondu, nécessaire au soudage. Le chauffage se termine lorsque l'on considère que l'épaisseur de polymère fondu obtenue est suffisante pour former une soudure de bonne qualité.

Phase 3 : Retrait du miroir

Les tubes sont écartés du miroir afin de pouvoir le retirer. Sa durée doit être la plus courte possible pour limiter l'écoulement et le refroidissement du polymère fondu en contact avec l'air ambiant.

Phase 4 : Soudage

C'est la dernière étape durant laquelle les deux tubes sont plaqués l'un contre l'autre avec une certaine pression que l'on maintient jusqu'à ce que la soudure se solidifie. Durant cette étape, la matière s'écoule latéralement donnant la forme définitive du bourrelet.

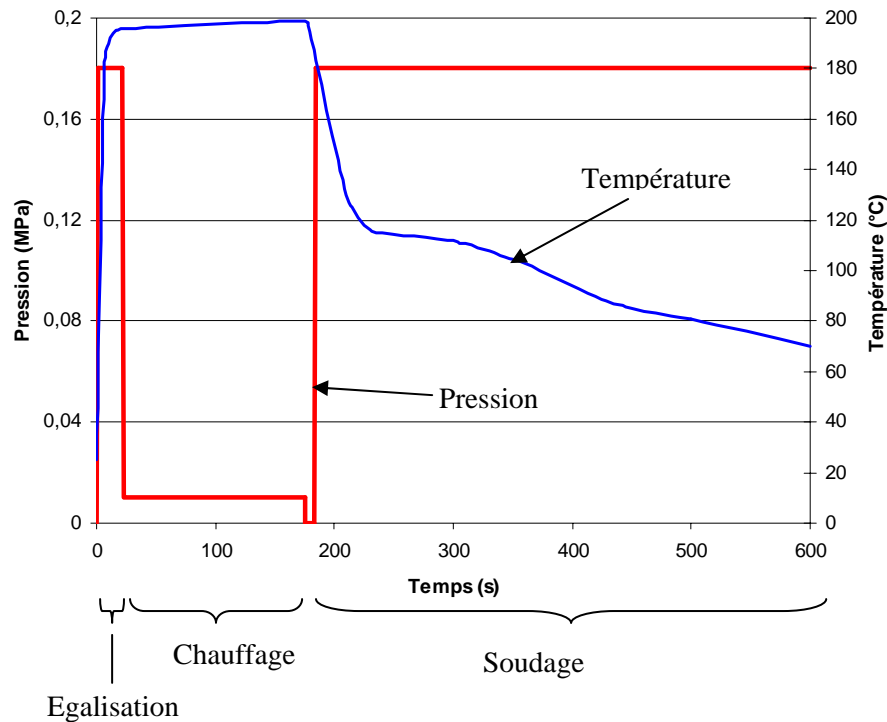


Figure 1.4 – Diagramme temps – pression – température

1.3 Objectifs de l'étude

L'enjeu de la présente étude est d'améliorer la connaissance du procédé de soudage bout à bout. Le projet a été financé par Gaz de France dans le but de pouvoir étendre cette technique pour son réseau de distribution du gaz naturel avec un niveau de maîtrise équivalent à celui acquis dans le domaine de l'électrosoudage.

Le premier objectif de la thèse est la compréhension du procédé en analysant l'ensemble des phénomènes principaux responsables de la formation de la soudure. Ainsi, la thermique, la mécanique et les mécanismes de changement de phase doivent être étudiés en détail dans les différentes étapes du soudage. Ce travail passe par différents points :

- une étude approfondie du déroulement du soudage grâce à une instrumentation adaptée,
- une bonne connaissance de la matière utilisée pour fabriquer les tubes afin de connaître son comportement dans les conditions du soudage,
- une analyse des soudures obtenues,
- des tests de résistance des soudures afin de déterminer les faiblesses de l'assemblage.

Le deuxième objectif de la thèse est la modélisation numérique des phénomènes mécaniques et thermiques du soudage qui doit permettre de simuler l'ensemble du procédé de la première à la dernière phase avec une thermique et une rhéologie réalistes et conformes aux valeurs expérimentales.

L'intérêt de la simulation numérique pour le soudage bout à bout est multiple. D'une part, elle permet avec l'aide d'essais expérimentaux de bien comprendre la thermique du procédé dont les calculs sont compliqués à résoudre analytiquement, mais aussi la mécanique de formation de la soudure.

D'autre part, il existe une grande variété au niveau des matériaux PE utilisés pour la fabrication de tubes dont les caractéristiques diffèrent de manière significative. En théorie, tous les types de PE d'une même famille de viscosité peuvent être soudés les uns aux autres, à condition qu'ils soient du même diamètre et d'épaisseur équivalente. Le fait de souder des tubes de composition différente, même d'une même famille de viscosité, influe sur les propriétés des soudures et nécessite des conditions de soudage adaptées. De plus, la qualité des soudures dépend non seulement des paramètres de soudage (température de miroir, pression appliquée,...), mais aussi des conditions extérieures (vent, pluie,...).

Tout ceci rend le nombre d'essais à réaliser extrêmement important et impossible à mener à terme dans une limite de temps convenable si l'on voulait couvrir l'ensemble des conditions. La simulation numérique prend alors toute son importance, puisqu'une fois le code de calcul validé à partir d'un nombre restreint d'essais, il devient théoriquement possible de prédire les caractéristiques des soudures dans n'importe quelles conditions.

Le logiciel Forge2® a été utilisé pour simuler le procédé. Initialement créé pour le forgeage des métaux, Forge2® a pu être adapté au soudage bout à bout de tubes de polyéthylène en intégrant un certain nombre de caractéristiques du procédé et de la matière utilisée.

Le présent manuscrit est divisé en cinq chapitres. Après cette introduction, nous présentons dans le deuxième chapitre l'analyse du procédé de soudage, c'est-à-dire l'examen approfondi de l'ensemble des mesures réalisées au cours des essais de soudages ainsi que l'observation de la soudure pendant sa formation et à la fin du procédé. Finalement, une description des tests lancés à ce jour dans le but d'évaluer la résistance des soudures est exposée.

Le troisième chapitre porte sur la caractérisation de la matière qui constitue les tubes. Les cinétiques de fusion et de cristallisation ainsi que la rhéologie du matériau dans tous ses états (liquide, solide et transition) seront étudiées. Nous considérerons également la dilatation thermique du PE.

Le quatrième chapitre est consacré à la description de la simulation numérique des phénomènes thermo-mécaniques du procédé de soudage bout à bout. Le logiciel Forge2® et les adaptations apportées pour pouvoir simuler le soudage y sont présentés.

Finalement, le cinquième chapitre présente les résultats et les analyses des simulations des étapes du soudage bout à bout.

Bibliographie

- [1] J. Bowman. "A review of the electrofusion joining process for polyethylene pipe systems". *Polymer Engineering and Science*. 37(4):674 ; 1997
- [2] Chevrand J., Chéron JJ. "Knowledge of mechanisms taking place during electrofusion of polyethylene". *Proceedings of the 1986 International Gas Research Conference*, Toronto (Canada), November 1986
- [3] Nussbaum M., Dufour D., Gueugnaut D. "Electrofusion of polyethylene : how and why". *Proceedings of the 12th Plastic Fuel Gas Pipe Symposium*, pp.324, Boston (MA, USA), September 24-26, 1991
- [4] Gueugnaut D., Wackernie P., Forgerit JP. "Infrared microspectrometric of the thermal history of fusion welding of polyethylene". *Journal of Applied Polymer Science*. 35:1683 ; 1988
- [5] Saint-Royre D., Gueugnaut D., Reveret D. "Test methodology for the determination of optimum fusion welding conditions of polyethylene". *Journal of Applied Polymer Science*. 38:147 ; 1989
- [6] Gueugnaut D., Nussbaum M. "Characterization of PE welding mechanisms. Application to electro-welding". *Proceedings of the 1989 International Gas Research Conference*, Tokyo (Japan), November 6-9, 1989
- [7] Dufour D., Meister E. "Polyethylene electrofusion technique : prediction model of welding quality". *Proceedings of the 1989 International Gas Research Conference*, Tokyo (Japan), November 6-9, 1989
- [8] Stokes VK. "Experiments on the hot-tool welding of three dissimilar thermoplastics". *Polymer*. 39:2469 ; 1998
- [9] Wolters M., Venema B. "Le soudage bout à bout de tubes de polyéthylène". *Souder*. 4:213 ; 1987

Chapitre 2

Analyse du procédé de soudage

2.1 Introduction

Pour bien comprendre les mécanismes de formation des soudures, il est nécessaire d'analyser en détail le procédé de soudage. Ainsi, l'étude du bourrelet, qui est la principale manifestation visuelle de la soudure, est indispensable pour en savoir davantage sur les déplacements de matière au cours des différentes étapes du soudage. La compréhension du procédé passe également par la mesure des différents observables tels que la température dans le tube, la pression appliquée ou le déplacement d'un tube par rapport à l'autre.

Les conditions de soudage telles que la température du miroir ou la pression appliquée sur les tubes peuvent influencer sur la soudure obtenue. Il est donc essentiel de les faire varier dans le but de savoir quelles sont leurs incidences sur le résultat final.

L'étude des soudures elles-mêmes est importante dans le but de savoir comment les microstructures sont modifiées par le procédé de soudage. Ainsi, en s'appuyant sur des tests de résistance des soudures à différentes sollicitations, il sera possible, à plus long terme, d'avoir un aperçu de la cause des faiblesses des soudures.

Ce chapitre est organisé de la façon suivante :

- présentation du matériau utilisé, des conditions de soudage et du banc de soudage,
- analyse du procédé de soudage à l'aide de l'étude de la formation des bourrelets et de mesures de pression, températures et déplacements,
- caractérisation des soudures,
- étude des transferts thermiques au cours du soudage,
- étude de la résistance des soudures.

2.2 Le matériau utilisé

La matière utilisée pour la fabrication des tubes est un polyéthylène dit "haute densité". Il s'agit de l'Eltex® TU B121 élaboré par BP Solvay Polyéthylène. Nous disposons de la matière sous forme de tubes de 160 mm de diamètre extérieur, d'environ 14,6 mm d'épaisseur et de 2 m de longueur, mais aussi sous forme de granulés afin de pouvoir réaliser des essais nécessitant de petits échantillons.

L'Eltex® TU B121 est élaboré selon le procédé bimodal qui consiste à fabriquer les macromolécules en deux étapes, à savoir d'abord les faibles masses sans comonomère puis les fortes masses sur lesquelles viendront s'incorporer les branches courtes à deux carbones pendants provenant du comonomère. C'est un copolymère d'éthylène et de butène possédant des propriétés améliorées à la fissuration [1, 2].

Des essais de résonance magnétique nucléaire du carbone 13 (RMN-¹³C) réalisés au Centre de Recherche des Macromolécules de Strasbourg ont permis de déterminer la proportion du comotif de butène : entre 4,05 et 4,62 branchements pour 1000 carbones [3]. Des essais de chromatographie par perméation de gel (GPC) réalisés par la société PolymerExpert à Bordeaux [4] nous donnent la distribution moléculaire ainsi que les masses molaires moyennes et l'indice de polydispersité récapitulés dans le tableau 2.1. Le procédé de fabrication bimodal confère au matériau une distribution macromoléculaire à deux maxima.

Matière	Masse molaire moyenne en poids Mw (g/mol)	Masse molaire moyenne en nombre Mn (g/mol)	Indice de polydispersité Ip
TU B121	340000-430000	14300-10600	24-41

Tableau 2.1 – Masses molaires du TU B121 déterminées par GPC

Le TU B121 est un PE de troisième génération élaboré au début des années 90. Il est classé en tant que PE100, ce qui signifie qu'il est destiné à résister à une contrainte circonférentielle à minima de 10 MPa, appelé "Minimum Required Strength" ou MRS, pendant a minima 50 ans à 20°C, conformément aux normes en vigueur [5, 6]. Son module d'Young (en traction à 1 mm/min) est de l'ordre de 1100 MPa à 23°C et son coefficient de Poisson de 0,46. Sa masse volumique à 23°C est de 959,5 kg/m³ et son indice de fluidité à 190°C est sous charge de 5 kg de 0,45g/10min [7].

La conductivité thermique du polyéthylène telle que donnée dans le dossier fabricant est de l'ordre de 0,32-0,44 W/mK entre 20°C et 120°C.

La chaleur massique, C_p, du TU B121 en fonction de la température a été mesurée par analyse enthalpique différentielle et a une valeur moyenne de 2600 J/kg.K.

2.3 Les conditions de soudage

Le soudage bout à bout est une technique efficace dans la mesure où les conditions dans lesquelles on réalise la soudure sont adaptées. En effet, il s'agit d'un procédé sensible à différents paramètres dont les variations peuvent entraîner des différences en terme de qualité.

Les paramètres contrôlables et modifiables par le soudeur sont :

- la température du miroir chauffant
- la pression appliquée sur les tubes au cours de chaque étape
- la durée des différentes étapes de soudage (préparation, chauffage, refroidissement)

La température du miroir doit être supérieure à la température de fusion du polyéthylène mais ne doit pas être trop élevée pour ne pas dégrader la matière.

Surface du vérin = 590mm ²		Diamètres	110	125	160	200	200	315
		SDR	11	11	11	17,6	11	11
Etapes du cycle	Surface du tube (mm ²)		3141,59	4056,81	6646,68	6734,30	10385,43	25762,36
Egalisation								
Pression d'égalisation P _{éga} = 0,18 N/mm ²	Circuit hydraulique en bar P _{éga}		9,6	12,4	20,3	20,5	31,7	78,6
Temps d'égalisation (en secondes)	t ₁		15,0	17,0	21,8	17,0	27,3	43,0
Chauffage								
Pression de chauffage P _{chauf} < 0,01 N/mm ²	Circuit hydraulique en bar P _{chauf}		0,5	0,7	1,1	1,1	1,8	4,4
Temps de chauffage (en secondes)	t ₂		120	136	175	136	218	344
Retrait du miroir								
Temps de retrait du miroir (en secondes)	t ₃		4	4	5	5	5	6
Soudage								
Pression de soudage P _{soud} = 0,18 N/mm ²	Pression circuit hydraulique en bar P _{soud}		9,6	12,4	20,3	20,5	31,7	78,6
Temps de soudage t ₅ = 3 + e (en minutes)	t ₅		13,0	14,4	17,5	14,4	21,2	31,6
SDR = d / e		$P_{hydraulique} = \frac{P_{tube} S_{tube}}{S_{verin}}$						
d = diamètre extérieur du tube		S _{tube} et S _{verin} sont les surfaces du tube et du vérin						
e = épaisseur de la paroi du tube		P _{hydraulique} est la pression dans les vérins						
		P _{tube} est la pression sur les surfaces des tubes						

Tableau 2.2 – Paramètres "standards" de soudage en fonction des diamètres déterminés par Gaz de France. Sont surlignées les valeurs qui sont utilisées dans cette étude

Les pressions appliquées lors des phases d'égalisation et de chauffage doivent être assez importantes pour assurer un bon contact entre le miroir et les tubes. La durée de la phase de chauffage doit être assez importante pour que la couche de polymère fondu permette le soudage, mais elle ne doit pas être trop longue pour ne pas perdre de temps inutilement. De plus, durant le chauffage la matière ne doit pas être éjectée latéralement, il est donc nécessaire de trouver une pression et une durée de chauffage qui satisfassent le mieux possible toutes ces conditions.

La pression appliquée lors de la phase de soudage doit permettre la diffusion des couches fondues des deux tubes afin de favoriser l'enchevêtrement des chaînes de polyéthylène. De plus, cette phase doit être assez longue pour éviter le décollement de la soudure après relâche de la pression, c'est-à-dire que la matière doit avoir le temps de se solidifier suffisamment.

Il existe plusieurs normes définissant des plages de paramètres permettant d'obtenir en pratique des soudures de bonne qualité [8-10]. Un choix a dû être fait afin de fixer une base à partir de laquelle les essais ont été menés. Les spécifications de Gaz de France [11-13] proposent des valeurs moyennes par rapport aux normes existantes. Le tableau 2.2 présente l'ensemble de ces valeurs pour plusieurs tailles de tubes déterminées par Gaz de France.

Ainsi, pour un tube de 160 mm de diamètre avec un rapport diamètre sur épaisseur égal à 11 :

- la température du miroir est de 220°C,
- les pressions d'égalisation et de soudage sont identiques et égales à 0,18 MPa,
- la pression de chauffage doit rester inférieure à 0,01 MPa,
- la durée de l'égalisation est d'environ 22s,
- la durée de la phase de chauffage est de 175s,
- la durée de la phase de soudage est de 17,5 min.

Ces valeurs seront utilisées comme valeurs de base pour la plupart des essais et sont appelées "paramètres standards" ou "paramètres moyens".

Afin d'étudier les effets des paramètres de soudage sur la soudure obtenue, il a été décidé de faire varier la température du miroir et la pression de soudage. Dans tout les cas on ne fait varier qu'un seul paramètre à la fois : soit la température du miroir, soit la pression imposée lors du soudage.

Voici l'ensemble des différents paramètres utilisés pour le soudage :

- la durée de l'égalisation est d'environ 22s,
- la durée de la phase de chauffage est de 175s,
- la durée de la phase de soudage est de 17,5 min,
- la pression d'égalisation est de 0,18 MPa,
- la pression de chauffage doit rester inférieure à 0,01 MPa,
- trois valeurs de la pression de soudage ont été testées :
 - 0 MPa,
 - 0,18 MPa,
 - 0,4 MPa,

- Trois valeurs de la température de miroir ont été testées :
 - 190°C,
 - 220°C,
 - 250°C.

2.4 Le banc de soudage

2.4.1 Présentation

Nous avons utilisé un banc de soudage industriel du commerce, appelé *Plastifuse* [14], pour réaliser les soudures. Il s'agit d'une machine automatique qui réalise le cycle de soudage, l'opérateur intervenant uniquement aux différents contrôles (alignement, planéité des surfaces), au nettoyage des pièces (pour s'assurer que la surface de soudage est exempte de saletés) et à la mise en place des outils annexes (miroir, rabot). Ce banc est constitué d'un bâti auquel sont fixés des mors qui serviront à maintenir les tubes en place (figure 2.1a). L'un des tubes est fixe et l'autre peut se déplacer horizontalement grâce à un vérin hydraulique dirigé par un boîtier de contrôle (figure 2.1b).

Le boîtier de contrôle sert à paramétrer l'ensemble des étapes du cycle de soudage en termes de pression et durée des étapes et en terme de température de miroir. C'est lui qui, une fois le cycle lancé, gère l'intégralité du procédé automatiquement, de la phase d'égalisation à la phase de soudage.

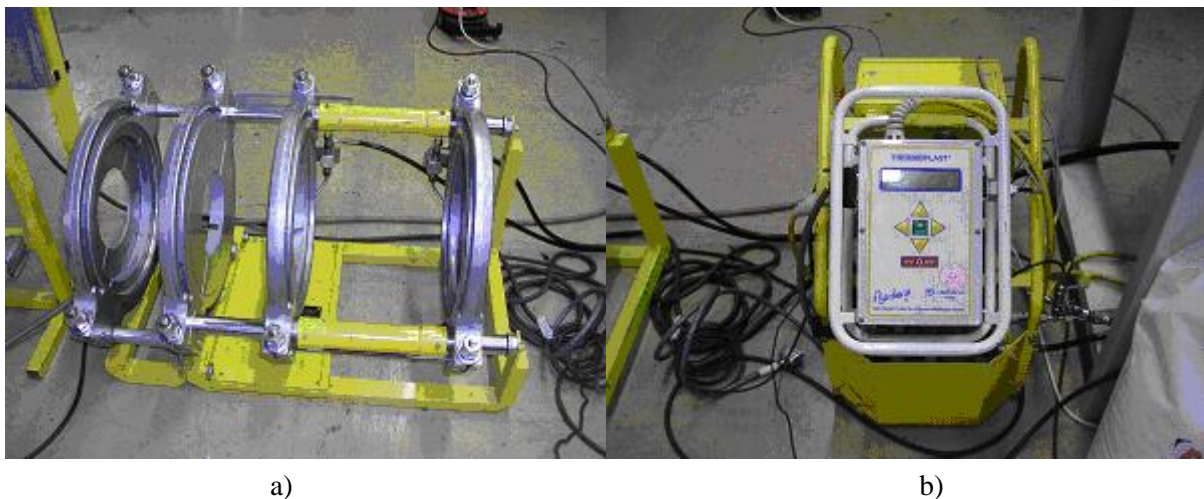


Figure 2.1 – banc de soudage (a) et boîtier de contrôle (b)

2.4.2 Protocole expérimental pour le soudage

Avant de débiter le cycle, les tubes sont mis en place dans quatre mors semi-circulaires permettant de les maintenir sur le bâti. Cette mise en place se fait lorsque les vérins sont dans la position la plus

écartée. Il faut alors laisser environ 6 ou 7 cm entre les tubes pour qu'ils soient proches l'un de l'autre tout en laissant la place d'intercaler les outils (rabot et miroir chauffant).

Une fois que les mors sont serrés deux par deux, un test permettant de déceler les défauts d'alignement est effectué. Les tubes sont plaqués l'un contre l'autre pour se rendre compte du décalage des extrémités (appelé aussi "désacostage"). Une cale dont l'épaisseur correspond à la valeur maximale de décalage entre les axes des deux tubes permet de s'assurer du bon alignement des tubes. Cette valeur ne doit pas dépasser 0,1 fois l'épaisseur du tube.

Pour obtenir une surface la plus lisse possible au niveau du plan de soudage, les extrémités des tubes sont rabotées ou "dressées". Le rabot est placé entre les deux tubes et le rabotage s'effectue par plaquage des tubes sur le rabot en rotation. Un copeau régulier d'une largeur égale à l'épaisseur du tube est le témoin d'un bon rabotage. Ceci permet d'assurer le meilleur contact possible entre les tubes et le miroir lors du chauffage. Avant de passer à la phase suivante on vérifie visuellement, et en plaquant les tubes l'un contre l'autre, l'état de surface des extrémités qui seront soudées en s'assurant qu'elles sont bien lisses et parallèles l'une à l'autre.

On place alors le miroir chauffant sur le bâti après avoir soigneusement nettoyé les extrémités des tubes avec un solvant dégraissant adapté au polyéthylène. La phase d'égalisation peut alors démarrer. Le miroir est chauffé à une température de consigne par une résistance chauffante.

Lors de la phase de retrait du miroir, ce dernier est retiré automatiquement grâce à un mécanisme comprenant une butée et un ressort. Ceci a pour intérêt d'avoir une phase de retrait du miroir courte et de durée constante lors de l'ensemble des essais, dépendant très faiblement de la dextérité de l'opérateur.

2.5 Mesures réalisées au cours du procédé de soudage

2.5.1 Principe des mesures

2.5.1.1 Forme et évolution du bourrelet

L'allure des bourrelets formés au cours du procédé de soudage bout à bout joue un rôle très important dans l'analyse du procédé. En effet, les bourrelets sont les conséquences de l'ensemble des conditions aux limites imposées sur le tube (température, pression,...) et ils peuvent donc être utilisés pour caractériser visuellement la soudure.

Ainsi, les bourrelets obtenus avec différentes conditions de soudage (définies dans le paragraphe 2.3) ont été découpés puis polis de façon à pouvoir observer leurs formes. Par ailleurs ces coupes permettent de mesurer la largeur (l) et la hauteur (h) caractéristiques des cordons de soudure représentées sur la figure 2.2.

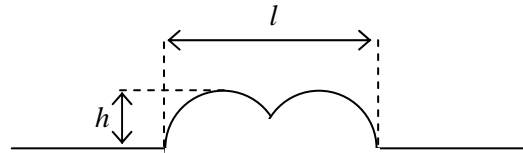


Figure 2.2 – Définitions de la largeur caractéristique des cordons de soudure (l)

La forme finale des bourrelets donne un certain nombre d'informations telles que la quantité de matière éjectée dans le bourrelet, mais elle ne permet pas de savoir comment le bourrelet s'est formé et si celui-ci est exempt de bulles ou de cavités dans sa masse. Par conséquent, l'évolution du bourrelet tout au long du soudage a été étudiée en filmant la soudure durant les différentes étapes du procédé. Les films ont été réalisés à l'aide d'un caméscope numérique (25 images/s) et des photos caractéristiques des étapes ont pu être obtenues.

2.5.1.2 Mesures de pression

Des vérins hydrauliques sont montés sur les mors qui maintiennent l'un des deux tubes. Ces vérins sont alimentés par un circuit d'huile qui permet d'appliquer la pression hydraulique voulue. Cette pression sert à déplacer un tube par rapport à l'autre mais aussi à appliquer la force nécessaire aux différentes étapes du soudage.

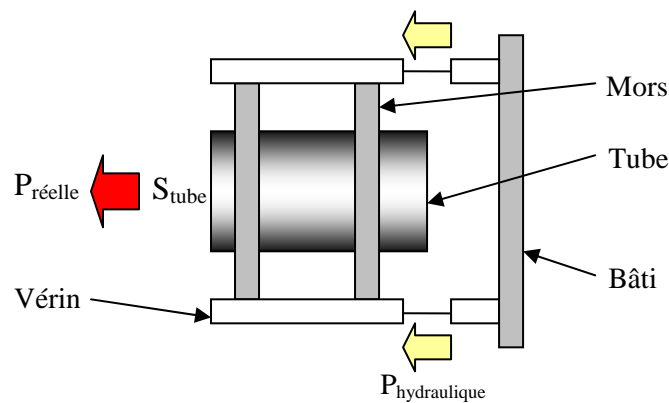


Figure 2.3 – Application d'une pression sur le tube

La pression hydraulique est mesurée par un capteur de pression 0-100 bars installé en usine directement sur le circuit d'huile. Pour connaître la pression réelle appliquée sur les tubes, il faut la calculer à l'aide de la formule suivante :

$$P_{réelle} = P_{hydraulique} \times \frac{S_{vérins}}{S_{tube}} \quad (2.1)$$

Où $P_{réelle}$ et $P_{hydraulique}$ sont respectivement les pressions appliquées sur le tube et dans le circuit hydraulique (figure 2.3). $S_{vérins}$ et S_{tube} sont respectivement les surfaces des vérins et de l'extrémité du tube (sur laquelle est appliquée la pression).

Dans le cas des paramètres moyens où la pression est de 0,18 MPa sur les tubes de 160 mm de diamètre et 14,6 mm d'épaisseur, sachant que la surface des vérins est de 590 mm², la pression hydraulique doit être de 2,03 MPa. Le frottement des mors sur le bâti est pris en compte en ajoutant la pression nécessaire au déplacement des mors le long des guides du bâti (environ 7 MPa).

La pression hydraulique est réglée par le boîtier de contrôle qui ajuste cette pression autour de la valeur imposée au début du procédé.

2.5.1.3 Mesures de température

La thermique joue un rôle extrêmement important dans le procédé de soudage. Pour permettre l'enchevêtrement des chaînes de polymère il faut les rendre mobiles pendant un temps suffisamment long compatible avec les lois d'interdiffusion comme cela a été montré dans le cas de l'électrosoudage [15, 16], c'est-à-dire qu'il faut faire fondre la matière. La quantité de polymère fondue et la température de la matière influent sur la taille et les caractéristiques de la soudure car le volume du bourrelet et la rhéologie du polyéthylène seront affectés.

Lors de la phase de soudage, la matière va se refroidir de façon différente suivant la localisation dans la soudure. Par exemple, la surface se refroidit plus rapidement que le centre de la soudure entraînant des microstructures variées.

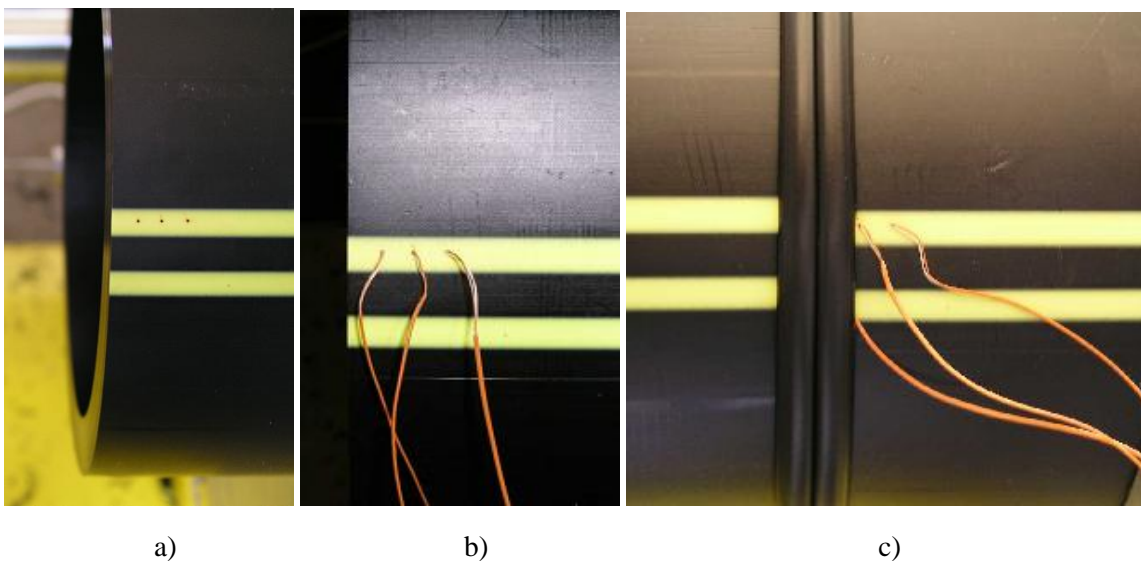


Figure 2.4 – Positionnement des thermocouples dans les tubes : a) perçage des trous, b) mise en place des thermocouples, c) position des thermocouples après soudage

Il est donc important de connaître l'évolution de la température de la matière en plusieurs endroits du tube. Ceci donne la possibilité, entre autres choses, d'avoir une idée de la taille de la couche de polymère fondue et des vitesses de chauffage et de refroidissement lors du procédé.

Par ailleurs, les mesures de température sont indispensables pour la simulation du procédé puisqu'elles permettent notamment de déterminer les conditions aux limites thermiques et de valider les résultats obtenus.

Les mesures de température au cours du procédé se font à l'aide de thermocouples très fins (de l'ordre de 0,5 mm de diamètre) qui limitent leur influence sur la formation de la soudure et que l'on place dans des trous de 0,7 mm de diamètre de façon à optimiser le contact entre les thermocouples et la matière et de restreindre l'entrée d'air ambiant dans ces trous. De plus, les thermocouples sont fixés avec du ruban adhésif pour maintenir le contact entre le thermocouple et la matière malgré le déplacement des tubes lors du procédé. Ceci réduit également l'entrée d'air dans les trous. La figure 2.4 montre le positionnement de trois thermocouples situés à différentes distances de l'extrémité du tube.

Les mesures ont été réalisées à différentes distances du plan de soudage. Ces distances sont mesurées au début du procédé de soudage. Les thermocouples vont ensuite se déplacer au fur et à mesure que la matière va fondre. La zone la plus importante étant la partie la plus proche du plan de soudage, c'est à ce niveau que le nombre de points de mesure est le plus grand. Les mesures ont été effectuées au centre des parois, à un millimètre de la surface du tube et sur la surface du tube.

Au centre de la paroi, les relevés de température ont été réalisés à 0, 1, 2, 3, 4, 5, 10 et 15 mm du plan de soudage. A 1 mm de la surface, les mesures ont été effectuées à 1, 2, 3, 4, 5, 10 et 15 mm du plan de soudage. En surface ces mesures ont été faites à 5, 10 et 15 mm de l'interface de soudage. La figure 2.5a présente l'emplacement de plusieurs points de mesures : au centre de la paroi sur l'interface de soudage et en surface du tube à deux distances différentes du plan de soudage.

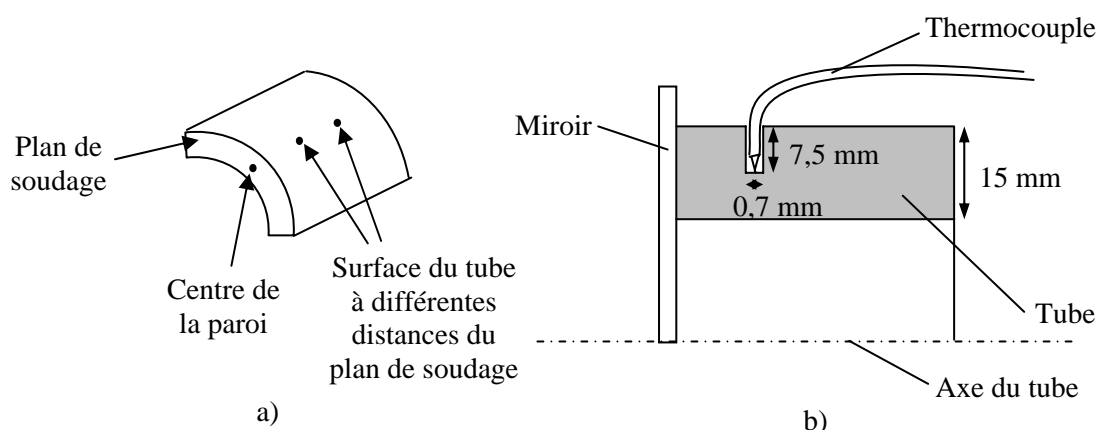


Figure 2.5 – a) Quelques points de mesures de température dans le tube ; b) Implantation des thermocouples au centre de la paroi du tube (vue en coupe)

Les mesures de température au centre de la paroi et à 1 mm de la surface du tube consistent à placer des thermocouples respectivement à des profondeurs de 7,5 mm (voir figure 2.5b) et de 1 mm dans le tube, la paroi du tube ayant une épaisseur d'environ 15 mm.

Dans le cas des mesures effectuées en surface des tubes, les thermocouples sont simplement posés et fixés à l'aide de ruban adhésif sur la surface du tube. L'extrémité des thermocouples n'étant pas en contact mais juste au-dessus de la surface des tubes, c'est la température de l'air au contact de la matière qui est mesurée et pas la température de la matière elle-même.

Dans le cas particulier de la mesure réalisée à l'interface de soudage, aucun trou n'est percé et le thermocouple n'est pas fixé avec du ruban adhésif. Il s'agit simplement de positionner le thermocouple au centre de l'interface et de plaquer le miroir sur le tube pour que celui-ci soit maintenu en position.

Le thermocouple s'enfonce dans le polymère fondu et c'est donc une température proche de celle du polyéthylène à l'interface miroir/tube qui est enregistrée.

Les mesures de température à l'interface se limitent aux étapes d'égalisation et de chauffage car, au début de la phase de soudage, le thermocouple est éjecté sur la surface externe du tube lorsque le bourrelet termine sa formation.

2.5.1.4 Mesures de déplacement

Le déplacement relatif d'un tube par rapport à l'autre au cours du procédé de soudage donne une information sur la cinétique de formation du bourrelet. En effet, les seules causes du mouvement des tubes durant les étapes du procédé sont la pression appliquée et la thermique qui contribue à durcir ou à ramollir la matière. Il est donc possible, grâce à la connaissance des évolutions de température et de pression ainsi qu'en observant la forme du bourrelet à chaque instant, de bien comprendre les mécanismes responsables du déplacement de la matière et donc de la création du bourrelet.

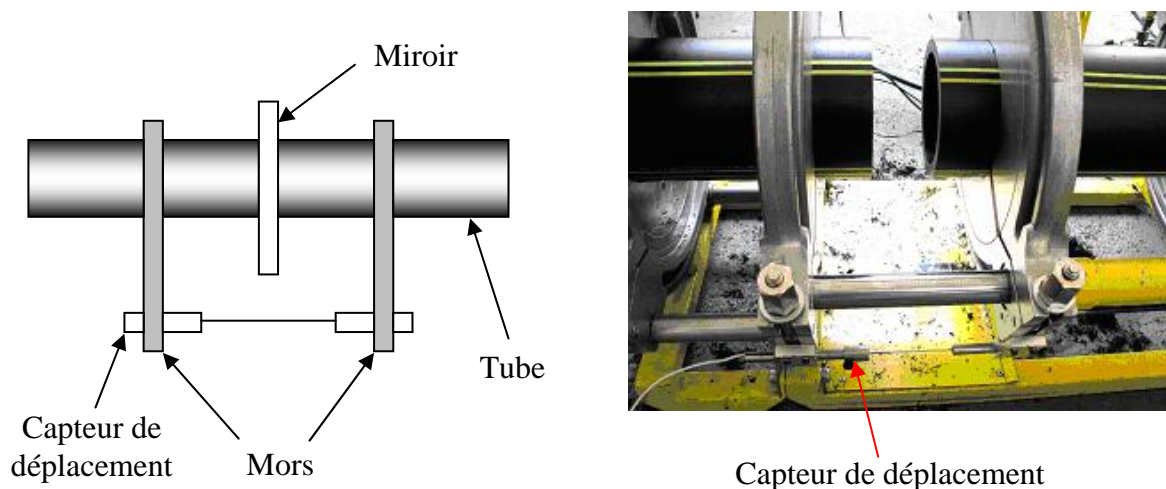


Figure 2.6 – Montage du capteur de déplacement

Un dispositif a été mis en place de façon à mesurer le déplacement d'un tube par rapport à l'autre. Le bâti est constitué d'une partie fixe, immobile par rapport au sol, et d'une partie mobile pouvant glisser sur des rampes et mue à l'aide de vérins. Les deux tubes destinés à être soudés sont solidement fixés sur chacune des deux parties à l'aide de mors. Le capteur de déplacement, constitué lui aussi de deux éléments distincts, est fixé sur les mors comme schématisé sur la figure 2.6. En considérant que les tubes sont immobiles par rapport aux mors, les données du capteur sont uniquement relatives aux tubes.

Le capteur utilisé est un transducteur différentiel linéaire (LvdT). La gamme de mesure est de ± 20 mm autour de la position zéro et la sensibilité du capteur est de ± 20 μm .

Dans un premier temps les mesures sont réalisées en utilisant les paramètres moyens lors du soudage (voir paragraphe 2.3) pour lesquels la température de miroir est de 220°C , puis la pression imposée et la température du miroir seront modifiées de façon à voir leur influence sur le déplacement.

2.5.2 Résultats et discussion

2.5.2.1 Forme et évolution du bourrelet

a) Coupes et largeur des soudures

Des coupes d'un cordon de soudure obtenu avec les conditions standard sont représentées sur la figure 2.7. Ceci permet d'observer les différences entre, d'une part les bourrelets internes et externes, et d'autre part entre les bourrelets situés à différents endroits de la soudure.

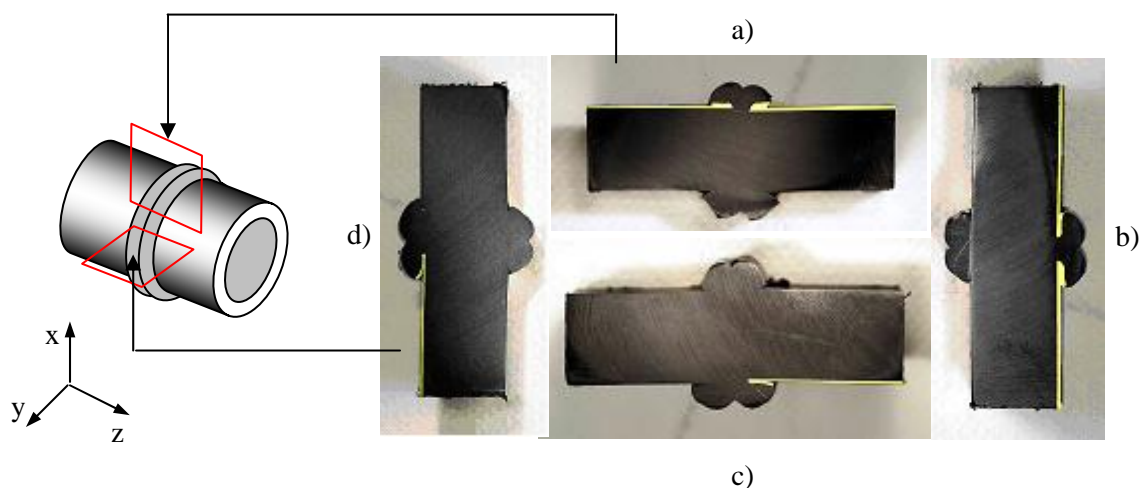


Figure 2.7 – Découpes à plusieurs endroits d'une soudure a) en haut (plan xz) ; b) à droite (plan yz) ; c) en bas (plan xz) ; d) à gauche (plan yz)

La première remarque qui peut être faite est que le cordon de soudure interne est presque toujours moins large et plus haut que le bourrelet externe. Ceci est dû à la différence de courbure entre les surfaces interne et externe du tube.

L'influence de la gravité est très visible, notamment en haut et en bas de la soudure (photos a) et c) de la figure 2.7). En effet, le bourrelet orienté vers le bas est toujours plus important que celui orienté vers le haut, qu'il soit à l'intérieur ou à l'extérieur du tube. Du fait de son poids, la matière à l'état fondu a tendance à s'écouler vers le sol au cours du chauffage, c'est pourquoi une plus grande quantité de matière est entraînée dans le bourrelet inférieur.

Les largeurs caractéristiques des cordons de soudure ont été mesurées en huit points différents autour du tube, également espacés les uns des autres (figure 2.8). Les positions 1 et 8 sont choisies comme étant situées dans la zone où le bourrelet externe est le plus épais.

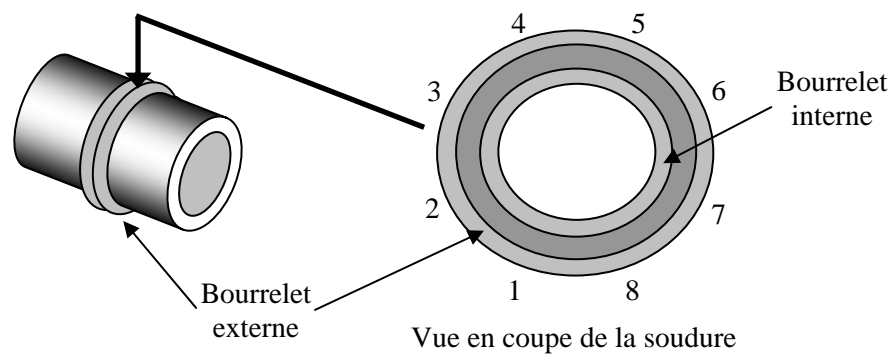


Figure 2.8 – Emplacement des points de mesure des largeurs de bourrelets

Les photos des découpes des bourrelets ont montré que la gravité influence l'épaisseur des bourrelets. Les courbes des largeurs caractéristiques des bourrelets interne et externe du tube en fonction de la position autour du tube (figure 2.9) confirment cette observation puisque la largeur du bourrelet n'est pas constante sur toute la circonférence du tube, ce qui nécessite des mesures multiples sur le terrain si l'on s'arrête à ce contrôle visuel.

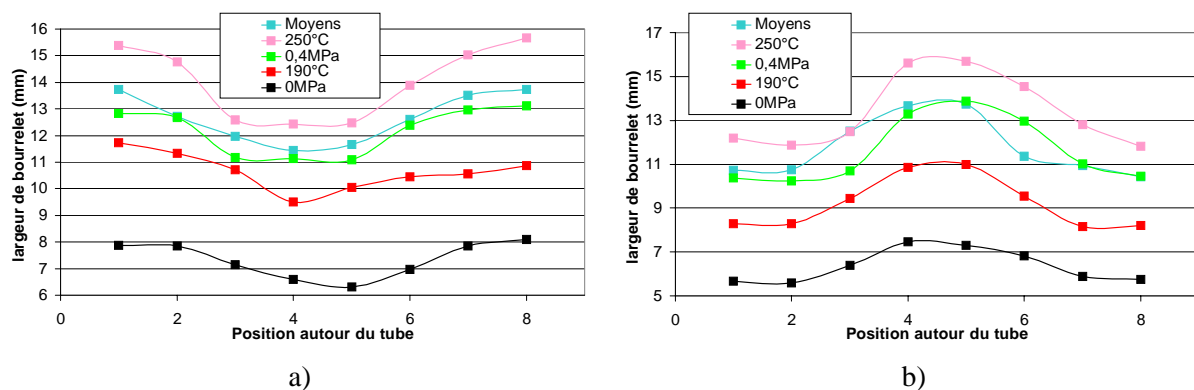


Figure 2.9 – largeur caractéristique des cordons de soudure (l) en fonction de la position autour du tube. a) largeur du bourrelet externe ; b) largeur du bourrelet interne

La position où la largeur est la plus faible se situe à l'opposé de la position où la largeur est la plus grande. Pour le bourrelet externe, la largeur la plus importante (entre les positions 1 et 8) correspond à la zone située en bas du tube alors que la largeur la plus faible (entre les positions 4 et 5) correspond à la zone de la partie supérieure du tube. Pour le cordon de soudure de l'intérieur du tube, c'est le

contraire puisque le bourrelet interne de la partie supérieure du tube est orienté vers le bas (positions 4 et 5) et le bourrelet interne de la partie inférieure du tube est orienté vers le haut (positions 1 et 8).

Les mesures de largeurs ont été effectuées sur des cordons de soudure obtenus dans les différentes conditions décrites dans le paragraphe 2.3. Qualitativement, les courbes ont toute une allure semblable mais les épaisseurs des cordons de soudure sont différentes d'une condition à l'autre. Visuellement, seul le cordon de soudure obtenu avec une pression de 0 MPa a une forme totalement différente des autres. En effet, dans ce cas le bourrelet final est quasiment identique à celui obtenu en fin de chauffage puisque durant le soudage le tube n'est ni soumis à un chauffage, ni à une pression extérieure. La figure 2.10 montre un bourrelet obtenu avec les paramètres moyens (dont la forme est identique à celle des bourrelets obtenus à des températures de miroir de 190 et 250°C ou avec une pression de 0,4 MPa) et avec une pression nulle lors du soudage.

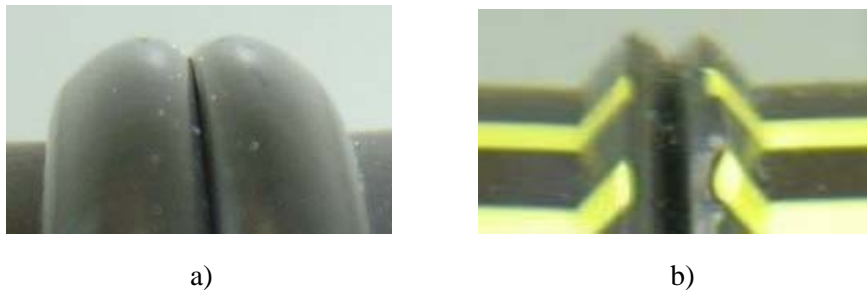


Figure 2.10 – Forme des bourrelet obtenus avec les paramètres moyens (a) et avec une pression nulle lors du soudage (b)

Les valeurs moyennes des largeurs de bourrelets tracées à la figure 2.9 sont les suivantes :

- conditions standard : 12 mm
- T = 190°C : 10 mm
- T = 250°C : 14 mm
- P = 0,4 MPa : 12 mm
- P = 0 MPa : 6 mm

Les hauteurs moyennes des bourrelets sur toute la circonférence des tubes ont aussi été mesurées pour chaque condition de soudage. Les valeurs de ces hauteurs sont :

- conditions standard : 4,25 mm
- T = 190°C : 3,4 mm
- T = 250°C : 5,1 mm
- P = 0,4 MPa : 4,8 mm
- P = 0 MPa : 2,4 mm

Les mesures de hauteurs et de largeurs des bourrelets mettent bien en évidence les différences de tailles en fonction des conditions de soudage :

- La soudure réalisée avec une pression nulle présente le bourrelet le plus petit car très peu de matière est éjectée au cours du soudage (voir figure 2.10),

- Les soudures réalisées avec les conditions standard et avec une pression de 0,4 MPa ont des largeurs équivalentes mais des hauteurs légèrement différentes. Ainsi, une pression supérieure entraîne l'éjection d'une plus grande quantité de matière,
- La soudure réalisée avec une température de miroir de 190°C est légèrement plus petite que les deux précédentes. La couche de polymère fondue est en effet moins épaisse en fin de chauffage qu'avec une température de 220°C et la quantité de matière éjectée dans le bourrelet ne peut donc être que moins importante,
- A l'inverse, la soudure réalisée avec une température de miroir de 250°C est légèrement plus grande que les autres. La couche de polymère fondu est en effet plus importante en fin de chauffage qu'avec une température de 220°C ou de 190°C et la quantité de matière éjectée dans le bourrelet est plus importante.

Finalement, la modification des conditions de soudage influe sur la taille des bourrelets. Cependant, la forme des bourrelets n'est pas altérée (sauf avec une pression nulle). La mécanique de formation du bourrelet reste donc la même pour ces conditions de fonctionnement, c'est simplement la quantité de matière éjectée lors du soudage qui varie.

b) Evolution du bourrelet au cours du procédé

Pour bien comprendre les mécanismes de formation du bourrelet, il est nécessaire de s'attarder plus longuement sur chaque étape. La figure 2.11 représente l'allure de la soudure à plusieurs moments clés du procédé.

Il apparaît que toutes les phases jouent un rôle important dans la formation de la soudure. En effet, le bourrelet évolue au cours de chaque étape. Ainsi, durant la phase d'égalisation celui-ci se développe sous l'effet du chauffage par le miroir et de la pression appliquée sur le tube ; lors du chauffage, c'est essentiellement l'augmentation de la température du tube qui permet au bourrelet de se dilater puisque la pression appliquée est très faible ; au début du soudage, le bourrelet termine sa formation du fait du plaquage des deux tubes l'un contre l'autre.

Les plus grands déplacements de matière se produisent pendant la phase de soudage puisqu'une grande partie de la couche de polymère fondu, formée dans les premières étapes, est éjectée latéralement par pression des tubes l'un sur l'autre. Ainsi, le bourrelet termine sa formation en s'enroulant sur lui-même, lui donnant la forme torique visible sur la figure 2.11d.

La forte augmentation du volume du bourrelet durant la phase de chauffage, malgré la très faible pression appliquée sur les tubes, met en évidence l'importance de la dilatation thermique du polymère. En effet, c'est elle qui est le principal moteur du développement du bourrelet au cours des deux premières étapes du procédé. Cette observation est essentielle en vue de la modélisation du soudage car elle prouve la nécessité de prendre en compte ce phénomène.

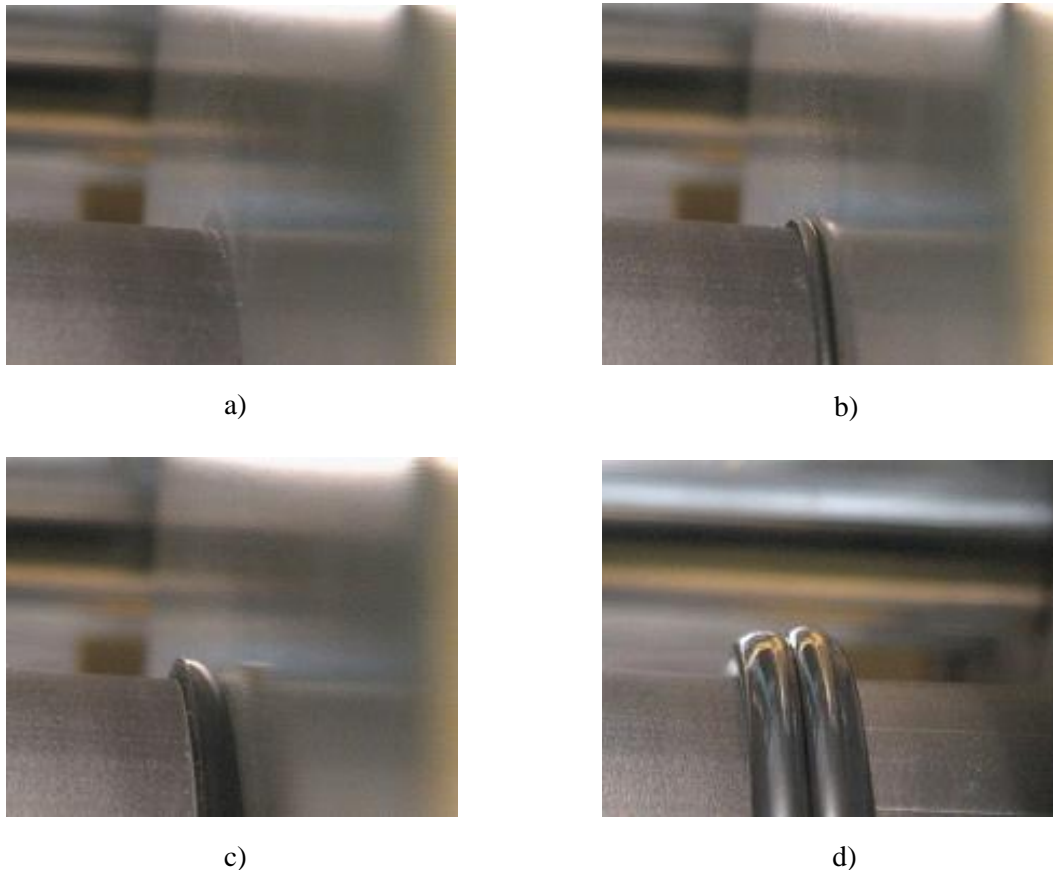


Figure 2.11 – Allure du bourrelet à différents moments du soudage : a) début de l'égalisation, b) fin de l'égalisation - début du chauffage, c) fin du chauffage, d) fin du soudage

Le bourrelet a une forme caractéristique au cours des phases d'égalisation et de chauffage (figures 2.11b et c). En effet, celui-ci est constitué d'un plan vertical perpendiculaire à la surface du tube qui s'agrandit et s'éloigne du miroir lorsque la matière fond. Le reste de la surface du bourrelet est de forme arrondie entre le miroir et le plan vertical.

Au cours de la phase de soudage, la matière est éjectée dans le bourrelet qui s'enroule sur lui-même. Le plan vertical décrit dans le paragraphe précédent se plaque sur la surface du tube.

2.5.2.2 Mesures de pression

L'intérêt des mesures de pression est bien sûr de s'assurer que la force pré réglée est bien appliquée sur les tubes, mais aussi de pouvoir savoir exactement à quel moment une étape débute et se termine. En effet, chaque étape est caractérisée par une pression imposée sur les tubes.

La figure 2.12 retranscrit la courbe de pression lors du procédé de soudage. Des variations de pression au cours de chaque étape du procédé apparaissent clairement. La pression oscille autour d'une valeur moyenne qui correspond à la pression imposée durant la phase. Les oscillations sont de $\pm 0,01$ MPa par rapport à la pression moyenne. Cette allure en "dents de scie" au cours de la phase de soudage, ainsi que la valeur non constante de la pression dans la phase d'égalisation, sont dues à la régulation du

vérin hydraulique qui ne peut pas maintenir une valeur strictement constante au cours du temps. Ces oscillations au cours de l'étape de soudage influent de façon négligeable sur l'allure finale des soudures.

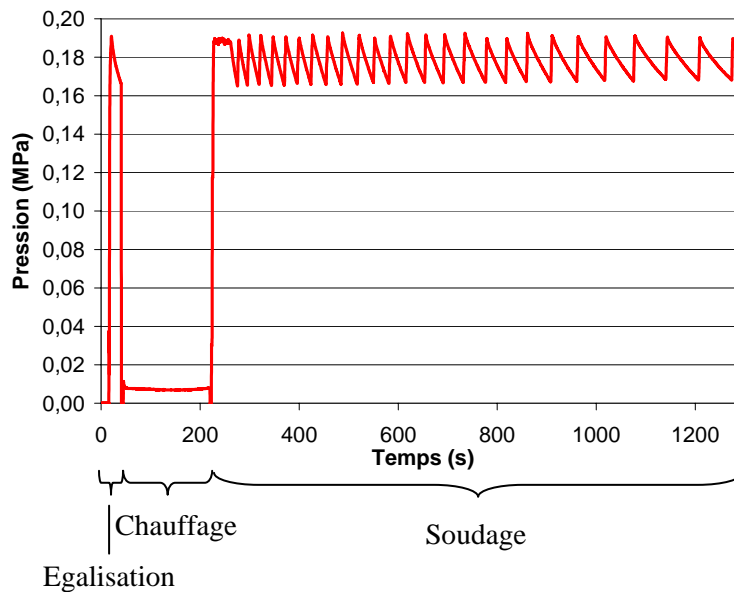


Figure 2.12 – Evolution de la pression appliquée sur les tubes lors du soudage

2.5.2.3 Mesures de température

a) Température à l'interface miroir/tube

La figure 2.13 montre l'évolution de la température à l'interface miroir/tube. Cette température est proche de celle du polyéthylène au contact avec le miroir (voir paragraphe 2.5.1.3).

Il est important de noter que la température de la matière ne s'élève pas instantanément à la température du miroir, loin de là. En effet, la température monte rapidement à environ 190°C (en 15s) puis continue à augmenter mais avec une pente beaucoup plus faible. La température enregistrée en fin de chauffage s'élève à près de 211°C, et reste toujours inférieure à la température du miroir (220°C) montrant l'existence d'une résistance thermique de contact.

Cet écart devra être pris en compte au niveau de l'interdiffusion des chaînes macromoléculaires.

Cette évolution de température est très importante pour la simulation du procédé car elle sert à fixer le coefficient de transfert de chaleur entre le tube et le miroir chauffant. Ce coefficient est choisi pour que l'évolution de la température de la matière à l'interface miroir/tube en simulation soit la même que celle de la figure 2.13.

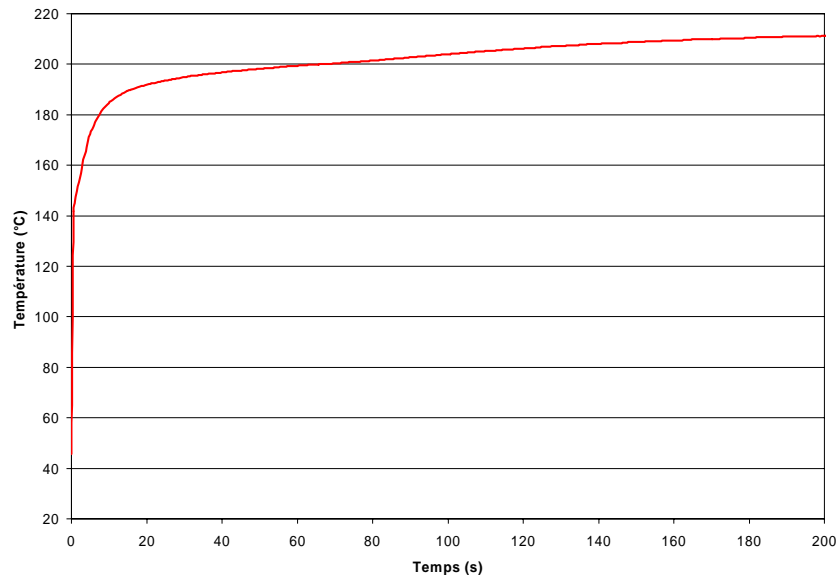


Figure 2.13 – Evolution de la température à l'interface miroir/tube lors des phases d'égalisation (0 à 22s) et de chauffage (23 à 197s)

b) Températures au centre de la paroi du tube

La figure 2.14 présente la température à plusieurs distances du plan de soudage en fonction du temps.

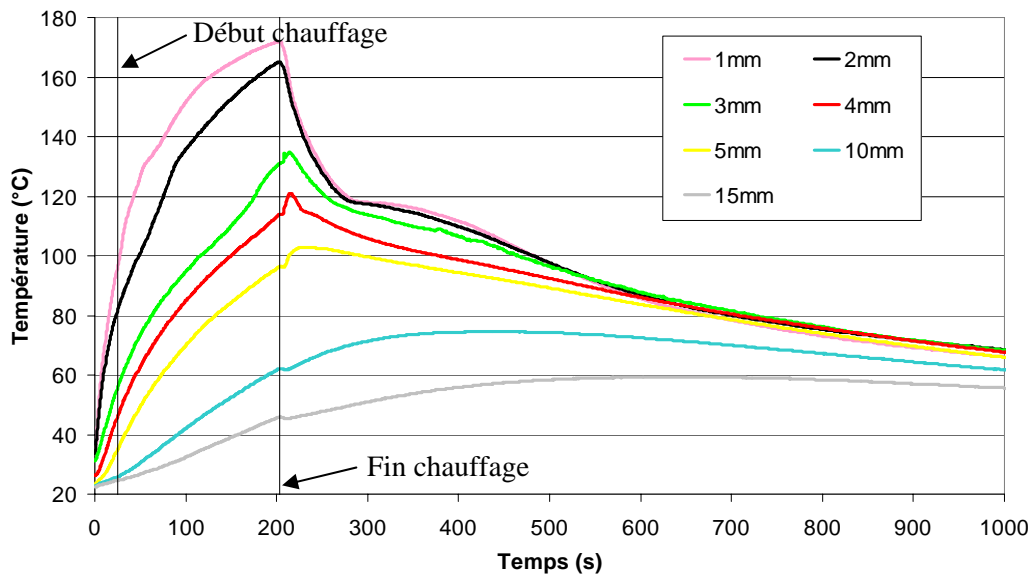


Figure 2.14 – Evolution de la température au centre de la paroi du tube en fonction du temps et de la distance initiale au plan de soudage

Ces mesures de températures présentent un inconvénient majeur : la formation du bourrelet et le déplacement des tubes au cours des étapes du procédé entraînent avec eux les thermocouples. Le

déplacement de chaque thermocouple, notamment ceux situés dans la couche de polymère fondu, est difficile à observer. Ainsi, le trajet des thermocouples au cours du soudage n'est pas bien connu et il faut donc utiliser les résultats avec précaution.

Dans la suite, lorsqu'il sera fait mention de la position des thermocouples il s'agira des distances initiales par rapport au plan de soudage.

Lors des phases d'égalisation et de chauffage (de 0 à 200s), la matière chauffe avec une vitesse d'autant plus élevée qu'elle est proche du miroir chauffant. Ainsi, à 1 mm du plan de soudage le tube chauffe rapidement pour atteindre plus de 170°C à la fin du chauffage alors qu'à 15 mm du plan de soudage la matière n'atteint que 45°C au bout de la même durée. Ceci permet d'estimer la vitesse de chauffage (entre 130°C et le maximum de la courbe) de la matière à 1 mm du plan de soudage à environ 45°C/min.

Le polyéthylène qui compose les tubes fond entre 130 et 140°C en fonction de la vitesse de chauffage. A la fin du chauffage, la température de fusion est franchie sur environ 3 mm à partir du plan de soudage. Compte tenu du fait que les déplacements de matière sont très petits au cours du chauffage (ceci sera démontré dans le paragraphe 2.5.2.4), on peut considérer que la couche de polymère fondu a une épaisseur de 3 à 4 mm au centre de la paroi du tube, ce qui sera vérifié dans la suite.

La phase de retrait du miroir, qui se situe entre le chauffage et le soudage, se traduit par une stabilisation, voire une diminution, de la température. La matière étant en contact avec l'air, arrête de chauffer et commence à se refroidir.

Les thermocouples situés à 1 et 2 mm du plan de soudage montrent une diminution rapide de la température dès la phase de retrait du miroir. Les thermocouples sont directement éjectés dans le bourrelet dès le début du soudage et se retrouvent très rapidement à la surface de celui-ci (tout en restant dans la matière), ce qui est bien visible expérimentalement car le thermocouple forme une petite protubérance à la surface du bourrelet. Ainsi, le thermocouple se retrouve dans la zone qui refroidit le plus rapidement, c'est pourquoi ces courbes de température vont finalement se retrouver au même niveau que les courbes obtenues à 3, 4 et 5 mm.

Les thermocouples situés à 3, 4 et 5 mm du plan de soudage subissent une augmentation brutale de température au début de la phase de soudage. Ceci est dû au fait que lorsque le bourrelet termine sa formation (en quelques secondes), les thermocouples sont déplacés avec la matière vers la zone chaude de la soudure. De plus, en s'enroulant sur lui-même, le bourrelet recouvre les thermocouples ce qui contribue à l'augmentation de température enregistrée.

La température des thermocouples situés à 10 et 15 mm continue à augmenter durant la phase de soudage. Deux raisons à cela : premièrement, les thermocouples se rapprochent de la zone chaude lorsque la matière est éjectée dans les bourrelets ; deuxièmement, la conduction de la chaleur de la partie chaude vers la partie froide du tube continue après le début de la phase de soudage contribuant à chauffer les parties les plus éloignées avant que le refroidissement par l'air ambiant ne prenne le dessus.

Il existe un épaulement, bien visible notamment sur les courbes obtenues à 1 et 2 mm du plan de soudage, lié à la cristallisation. En effet, la cristallisation est exothermique et tend à réchauffer la matière diminuant ainsi la vitesse de refroidissement. Cet épaulement n'apparaît évidemment que dans les zones qui ont dépassé la température de fusion.

c) Températures à 1 mm sous la surface du tube

Ces mesures permettent de connaître la température de la matière au voisinage de la surface du tube. Le fait d'implanter les thermocouples à l'intérieur du tube (environ 1 mm sous la surface) permet de s'assurer que c'est bien la température du polymère qui est mesurée et non celle de l'air environnant.

La figure 2.15 présente les évolutions de température réalisées à 1 mm sous la surface externe du tube en fonction du temps et de la position initiale des thermocouples par rapport au plan de soudage.

En fin de chauffage, la température de fusion (comprise entre 130 et 140°C) est dépassée sur une distance de plus de 3 mm du plan de soudage. En considérant que le déplacement est faible au cours du chauffage, la couche de polymère fondu a une épaisseur comprise entre 3 à 4 mm à 1 mm sous la surface du tube.

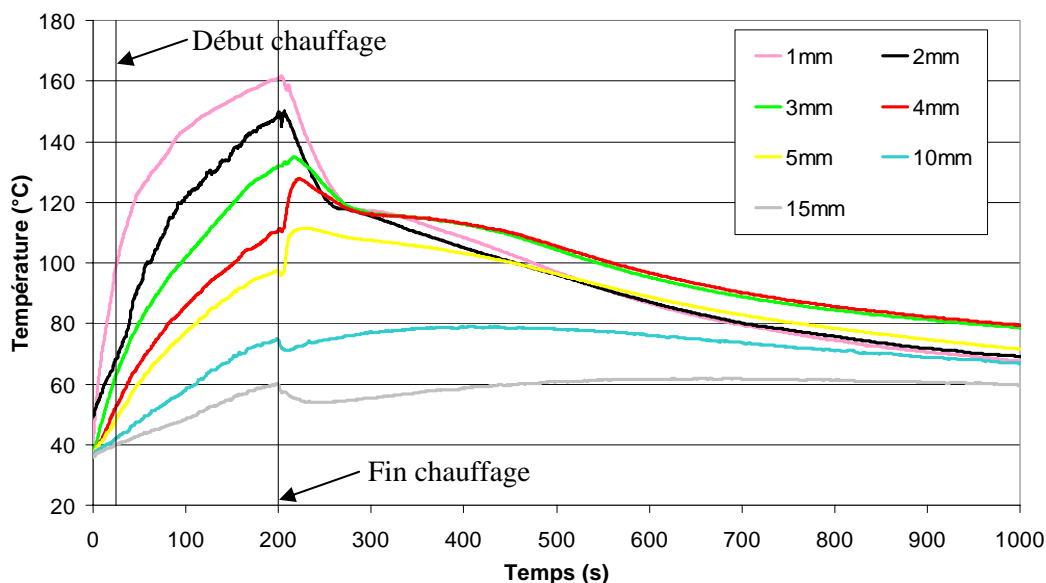


Figure 2.15 – Evolution de la température à 1 mm sous la surface externe du tube en fonction du temps et de la distance au plan de soudage

Les courbes obtenues à 1 et 2 mm du plan de soudage présentent des difficultés d'interprétation dès le début du procédé. En effet, le bourrelet commence à se former dès les premières secondes de la phase d'égalisation entraînant avec lui les thermocouples. Ces deux courbes correspondent donc aux températures mesurées au niveau de la surface du bourrelet.

Les températures atteintes dans ce cas en fin de chauffage sont sensiblement inférieures à celles obtenues à 1 et 2 mm du plan de soudage au centre de la paroi. Ceci peut s'expliquer par le fait que les

thermocouples, se déplaçant avec le bourrelet, s'éloignent de la zone de contact entre le miroir et le tube (figure 2.16) diminuant ainsi l'apport de chaleur par conduction lors du chauffage.

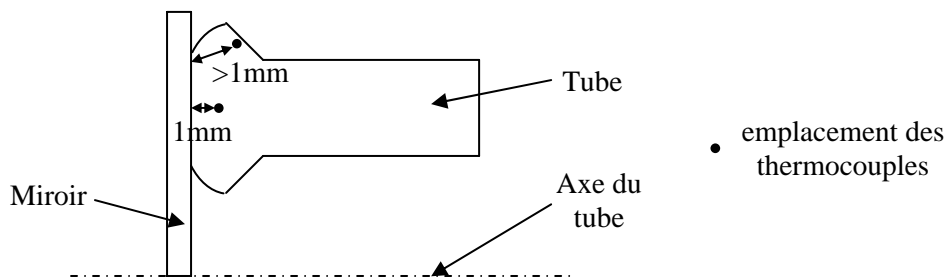


Figure 2.16 – Position en fin de chauffage des thermocouples placés initialement à 1 mm du plan de soudage au centre de la paroi et à 1 mm sous la surface du tube

A 3, 4 et 5 mm du plan de soudage, les températures atteintes en fin de chauffage sont sensiblement les mêmes que celles mesurées à ces distances au centre de la paroi du tube. A ce niveau, les isovaleurs de température sont quasiment linéaires et perpendiculaires à l'axe du tube.

Pour les distances plus grandes par rapport au miroir (10 et 15 mm), la température proche de la surface est plus élevée qu'au centre de la paroi. Ceci peut s'expliquer par l'influence du rayonnement du miroir vers le tube qui, à cet endroit, prend le pas sur la conduction de chaleur dans le tube. Ce point sera développé dans la suite.

La phase de retrait du miroir entraîne les mêmes conséquences près de la surface qu'au centre de la paroi. Cependant le refroidissement lors de cette étape est plus marqué du fait de l'importance de la convection d'air froid autour du tube.

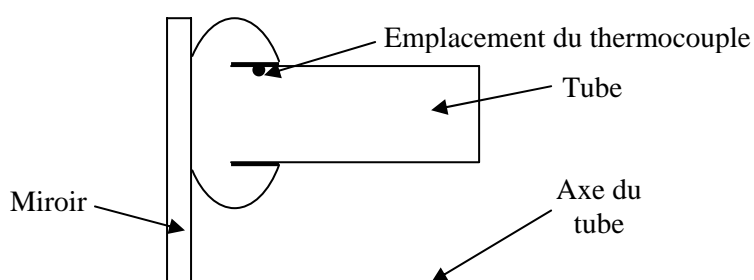


Figure 2.17 – Position en fin de soudage du thermocouple placé initialement à 5 mm du plan de soudage à 1 mm sous la surface du tube. Le thermocouple est recouvert par le bourrelet

De manière générale, l'évolution de la température durant la phase de soudage est identique au centre et sous la surface de la paroi du tube. Il existe toutefois une différence notable aux alentours de 4 et 5 mm du plan de soudage. A ce niveau, les thermocouples subissent une augmentation de température très prononcée (entre 210 et 240s sur la figure 2.15). Comme précédemment, la cause de ce réchauffement est le rapprochement des thermocouples de la zone plus chaude. De plus, au début du soudage, le bourrelet dont la température est supérieure à la température de fusion du polyéthylène, se

développe en s'enroulant sur lui-même jusqu'à entrer en contact avec la surface du tube ce qui a pour effet de réchauffer une partie de la surface et même de faire fondre une partie de la matière (autour de 4 mm). Ces thermocouples se retrouvent donc sous le bourrelet, c'est pourquoi ils refroidissent lentement à cet endroit. La figure 2.17 montre l'emplacement final du thermocouple situé initialement à 5 mm du plan de soudage.

d) Températures à la surface du tube

La figure 2.18 présente les évolutions de température sur les surfaces interne et externe du tube en fonction du temps et de la position par rapport au plan de soudage au début du procédé. Ces températures sont celles de l'interface air/tube. La reproductibilité des mesures permet de s'assurer que les thermocouples restent bien en contact avec le tube malgré le mouvement des tubes au cours du procédé.

Ces mesures permettent de mettre en évidence les différences de température qui existent entre la zone externe et la zone interne du tube qui, lorsque le miroir est en position de chauffage, devient un environnement clos dans lequel l'air chauffe plus rapidement qu'à l'extérieur du tube où il peut circuler librement. Ainsi, les températures mesurées au cours du chauffage au niveau de la surface interne du tube sont nettement plus importantes que sur la surface externe.

Les températures mesurées sur la surface externe sont plus basses qu'à 1 mm sous cette surface (environ 10°C de différence). L'air ambiant a donc tendance à refroidir la surface du tube.

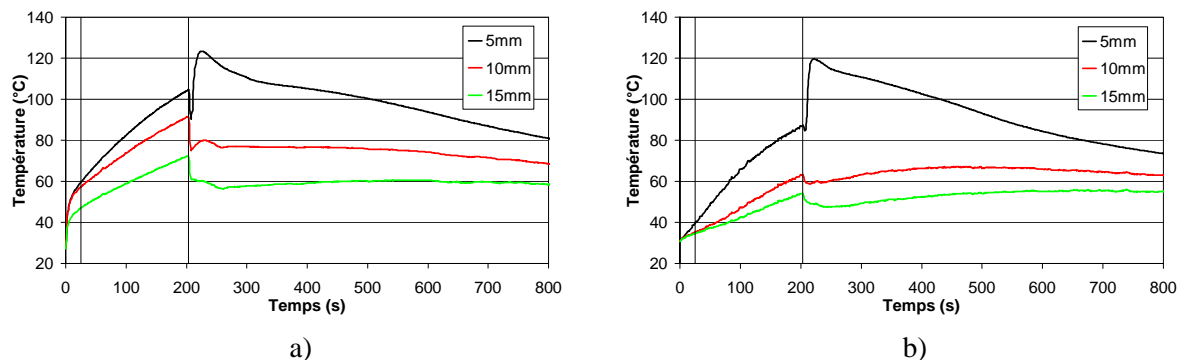


Figure 2.18 – Evolution de la température sur les surfaces interne (a) et externe (b) du tube en fonction du temps et de la distance au plan de soudage

Lors du soudage, l'allure des courbes sur les surfaces est identique à celles obtenues à 1 mm de profondeur (mais avec des valeurs différentes). Néanmoins, sur la surface interne, le refroidissement lors de la phase de retrait du miroir est nettement plus rapide car, lorsque les tubes s'écartent pour libérer le miroir, ils permettent à l'air ambiant plus froid de remplacer l'air chaud à l'intérieur des tubes. Quand les tubes sont plaqués l'un sur l'autre, ils recréent une atmosphère confinée qui tend à réchauffer l'air en début de soudage (voir les courbes à 10 et 15 mm de la figure 2.18a).

2.5.2.4 Mesures de déplacement

a) Vision globale du déplacement

Au début des essais de soudage, le capteur est placé de façon à ce que les déplacements mesurés dans chaque phase se situent dans la plage de mesure du capteur, c'est-à-dire entre -20 et +20 mm. Il s'agit d'une mesure relative d'un tube par rapport à l'autre, la valeur absolue n'a donc pas d'intérêt. L'important est le sens du déplacement ainsi que sa quantité (différence entre valeur initiale et valeur finale) sachant qu'une diminution correspond à un éloignement des mors à partir desquels la mesure est faite et qu'une augmentation correspond à un rapprochement.

La figure 2.19 représente le déplacement au cours des différentes étapes du soudage. La pression est tracée en parallèle afin de lier le déplacement avec l'étape en cours.

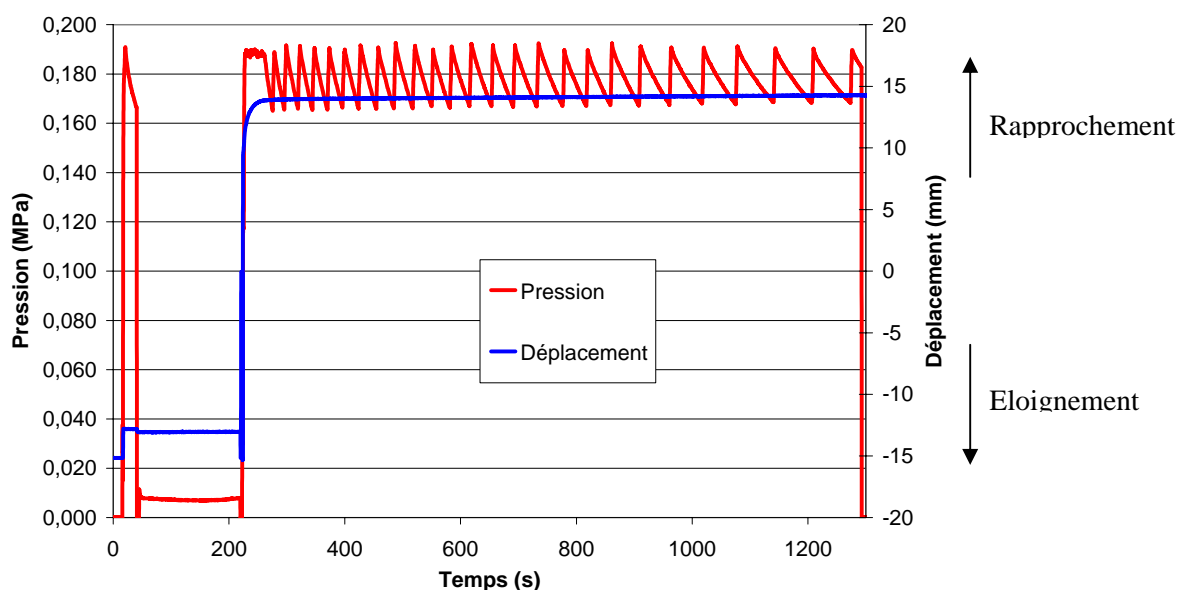


Figure 2.19 – Courbes de pression (déduite de la pression hydraulique) et de déplacement au cours du procédé de soudage

A l'échelle macroscopique, les différentes phases sont bien différenciables. La phase d'égalisation démarre lorsque la pression est appliquée pour la première fois. Les tubes sont plaqués contre le miroir chauffant se traduisant par l'avancée rapide des tubes dès la mise en pression (à environ 10s sur la figure 2.19). L'étape de chauffage suit immédiatement l'égalisation et se caractérise par une pression de l'ordre de 0,01 MPa. Il existe un petit déplacement entre ces deux étapes dû au relâchement de la pression.

La phase de retrait du miroir se traduit par une diminution importante de la valeur du déplacement (les tubes s'éloignent l'un de l'autre) et est immédiatement suivie par la phase de soudage qui se caractérise par un rapprochement des tubes du fait de l'application de la pression de soudage.

La courbe de déplacement se stabilise ensuite lorsque le bourrelet a fini de se former, c'est-à-dire quand la totalité de la matière fondue est éjectée latéralement ou quand la couche externe a commencé à se solidifier empêchant ainsi le déplacement de matière.

b) Déplacement lors des phases d'égalisation et de chauffage

Cycle standard

La figure 2.20 retrace le déplacement au cours des phases d'égalisation et de chauffage réalisées dans les conditions standard. Les points de la courbe sont assez dispersés à cette échelle de déplacement du fait de la sensibilité du capteur. La majeure partie des essais de soudage présente ces types de courbes de déplacement et de pression. Cependant, il sera expliqué plus loin dans ce paragraphe que ces courbes peuvent varier du fait des oscillations de pression dues à la régulation du vérin.

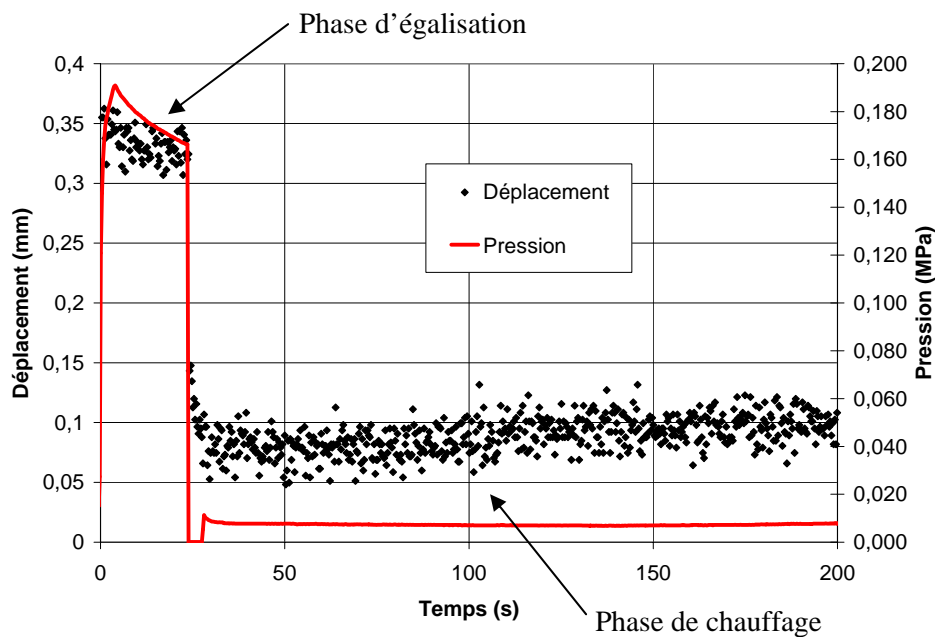


Figure 2.20 – Déplacement et pression au cours de l'égalisation et du chauffage obtenue avec les conditions standard (la pression au cours du chauffage est constante et égale à 0,007 MPa)

Lors de la phase d'égalisation les tubes sont plaqués sur le miroir chauffant avec une pression de 0,18 MPa. La courbe de déplacement obtenue durant cette étape, après la mise en contact des tubes sur le miroir, présente une pente négative. Entre le début et la fin de l'égalisation la valeur décroît en moyenne de 50 μm sur l'ensemble des essais de soudage. Ceci signifie que les deux mors sur lesquels le capteur est fixé s'éloignent l'un de l'autre malgré la pression appliquée qui tend à les déplacer dans le sens inverse.

On peut donner plusieurs explications à ce résultat. D'une part, dans le paragraphe 2.5.2.3 il a été démontré qu'à la fin de l'égalisation le polymère est fondu sur moins d'1 mm puisqu'à cette distance la température est inférieure à la température de fusion. La couche de polymère fondu est donc très petite et la matière proche de la température de fusion est peu fluide. Par conséquent, très peu de matière peut être éjectée dans le bourrelet par ce mécanisme et les tubes ne peuvent donc pas beaucoup avancer vers le miroir. D'autre part, on peut supposer que la dilatation thermique du polyéthylène est responsable du recul des tubes. En effet, le miroir chauffant dilate la matière dans toutes les directions. Latéralement, la dilatation peut se faire librement et est le principal responsable du développement du bourrelet au cours de la phase d'égalisation (voir paragraphe 2.5.2.1). Par contre, axialement, la

couche de polymère fondu est comprimée entre la partie solide du tube et le miroir, la dilatation ne peut donc pas se faire librement et a donc tendance à repousser le tube, surpassant la pression appliquée, ce qui entraîne le recul des mors.

Des essais réalisés avec un miroir à température ambiante (25°C environ) confirment ces résultats puisque dans ce cas, après la déformation élastique instantanée initiale, aucun déplacement n'est visible au cours de l'égalisation (figure 2.21).

Au cours des dix premières secondes de la phase de chauffage de la figure 2.20 (entre 23 et 33s), la courbe de déplacement décroît légèrement. Puis, le déplacement se stabilise avant de croître doucement (aux environs de 90s sur la figure 2.20).

Les raisons de ces déplacements sont, dans un premier temps, la dilatation thermique qui continue à contrecarrer la pression au début du chauffage. Puis, la matière fond progressivement et peut donc s'écouler vers le bourrelet. La pression appliquée, aussi faible soit-elle, contribue à l'éjection de la matière vers le bourrelet et entraîne une avancée des tubes l'un vers l'autre. Cette avancée est de l'ordre de 25 µm en moyenne sur les essais.

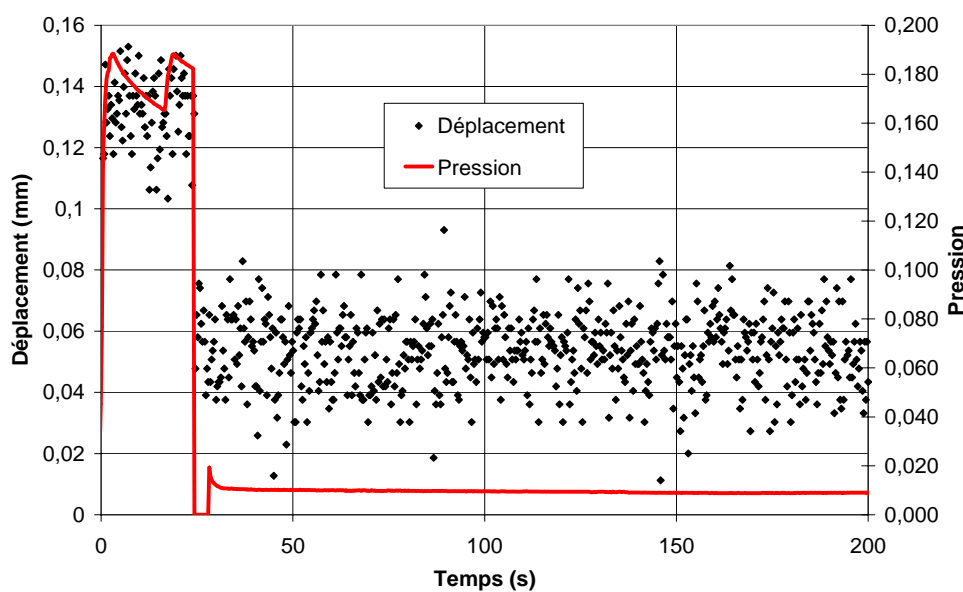


Figure 2.21 – Déplacement et pression au cours des phases d'égalisation et de chauffage avec une pression constante et égale à 0,007 MPa lors de la phase de chauffage et un miroir à température ambiante (environ 25°C)

Entre les étapes d'égalisation et de chauffage il se produit un saut au niveau de la courbe de déplacement. Ce décalage correspond au moment où la pression est relâchée et est associé à plusieurs phénomènes qui s'additionnent.

D'une part, il se produit un retour élastique de la partie solide des tubes se situant entre les mors et le miroir chauffant (environ 5 cm de chaque côté du miroir). Ce retour élastique ne peut pas être le seul responsable de ce déplacement brutal puisque avec un miroir à température ambiante (environ 25°C) le décalage ne vaut que 80 µm (figure 2.21) alors qu'il est en moyenne de 200 µm sur l'ensemble des essais de soudage réalisés (figure 2.20). Ainsi, les autres causes de ce déplacement peuvent être :

- le retour élastique de la zone fondue comprimée entre le miroir et le tube solide. En effet, le module élastique de la partie fluide étant plus faible que celui de la partie solide, il en résulte un plus grand retour élastique pour une même différence de contrainte ;
- l'augmentation du volume de matière due au relâchement de la pression. Le diagramme PVT d'un PE (figure 2.22) montre qu'à température égale le volume de matière augmente lorsque la pression diminue. Mais entre 0,18 et 0 MPa la variation de volume est infime (de l'ordre de 0,02%). Cette variation de pression influence donc très peu le déplacement observé.

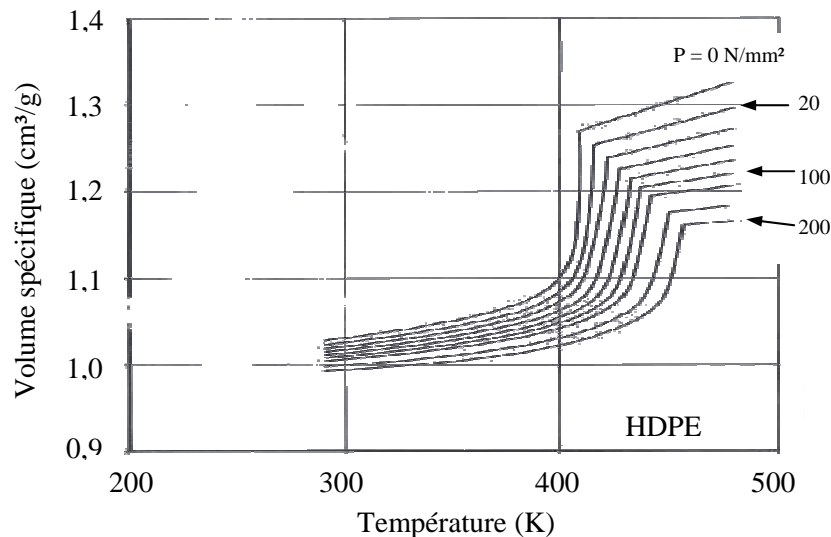


Figure 2.22 – Diagramme Pression – Volume – Température d'un polyéthylène Haute Densité [17]

Variation de la température du miroir

La température de miroir a été fixée à 190°C et à 250°C au lieu de 220°C dans les cycles standard.

Avec une température de miroir de 190°C, la courbe de déplacement au cours des étapes d'égalisation et de chauffage est identique à celle enregistrée avec une température de 220°C (figure 2.23). A savoir, une variation négative (éloignement) d'environ 40 μm durant l'égalisation, un rapprochement d'environ 25 μm lors du chauffage et un saut d'environ 200 μm entre les deux phases.

Par contre, lorsque la température du miroir est fixée à 250°C, un changement notable apparaît pendant le chauffage (figure 2.24). Le capteur enregistre un rapprochement plus important que pour des températures de miroir plus faibles. Le déplacement est de l'ordre de 100 μm au lieu des 25 μm pour les autres températures de miroir. La matière chauffée en effet plus rapidement et la couche de polymère fondu est plus importante à la fin du chauffage.

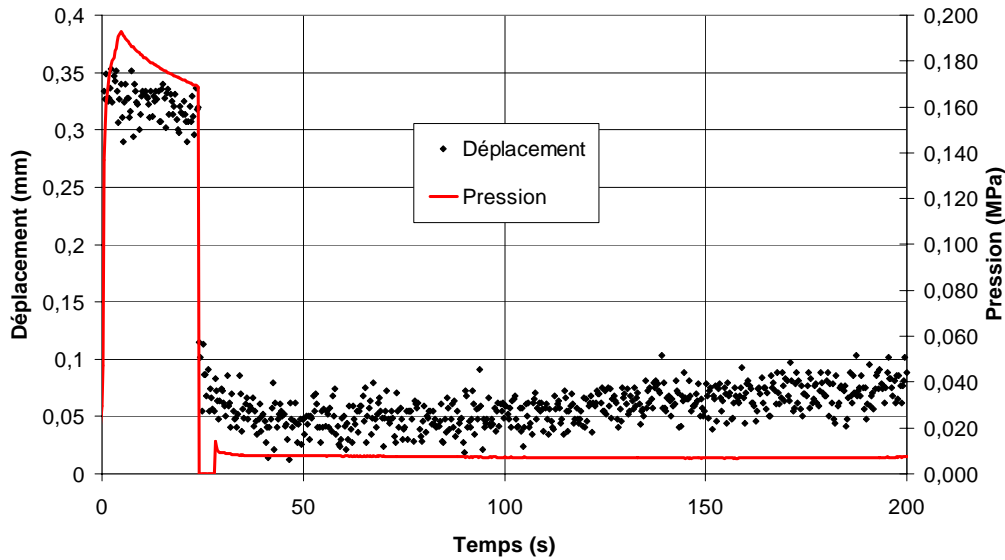


Figure 2.23 – Déplacement et pression au cours de l'égalisation et du chauffage avec une température de miroir de 190°C

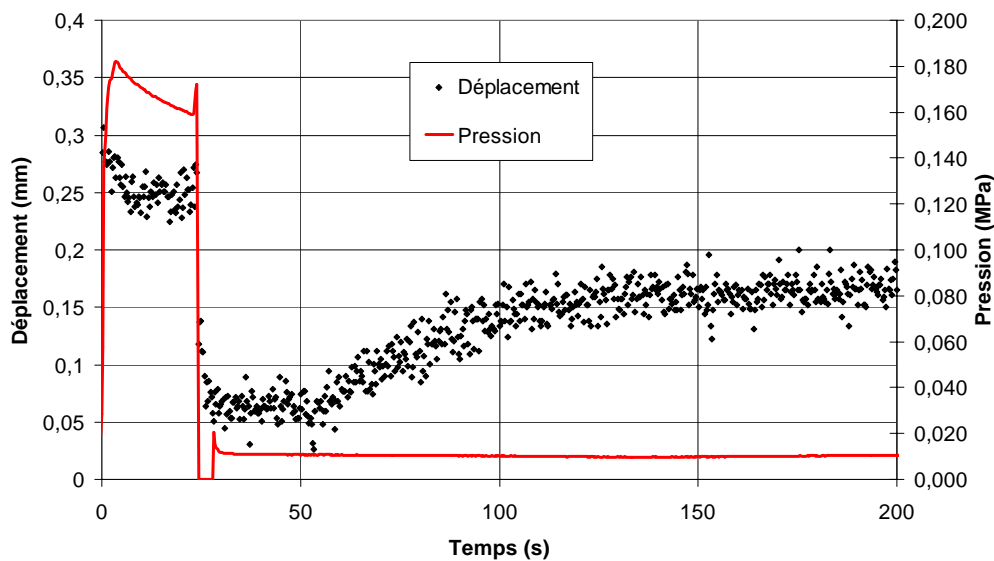


Figure 2.24 – Déplacement et pression au cours de l'égalisation et du chauffage avec une température de miroir de 250°C

Il existe aussi une différence entre les retours élastiques observés lorsque la pression est relâchée. Avec une température de miroir de 250°C, ce saut de déplacement est d'environ 150 μm , ce qui est plus petit qu'avec des températures de 190°C ou 220°C (environ 200 μm) mais plus grand qu'avec une température de 25°C (environ 80 μm).

Il est possible que ces différences s'expliquent par le fait qu'avec une température de miroir de 250°C la matière fond plus rapidement et atteint des températures plus importantes. Elle se fluidifie donc plus rapidement permettant à la pression appliquée lors de l'égalisation d'éjecter une partie de la matière fondue dans le bourrelet. La couche de polymère fondu qui contribue au retour élastique pourrait alors être plus faible qu'avec une température de miroir de 220°C. Les déplacements observés sur la figure

2.24 vont dans le sens de cette hypothèse puisque les tubes commencent à se rapprocher à la fin de la phase d'égalisation, ce qui signifie qu'une partie de la matière est éjectée dans le bourrelet à cet instant.

Effets des variations de pression sur le déplacement

Les mesures de pression montrent des oscillations qui varient d'un essai à l'autre. La conséquence sur le déplacement au cours de l'égalisation est très faible, voire inexistante. Cependant, lors du chauffage, les différences de pressions peuvent influencer le déplacement.

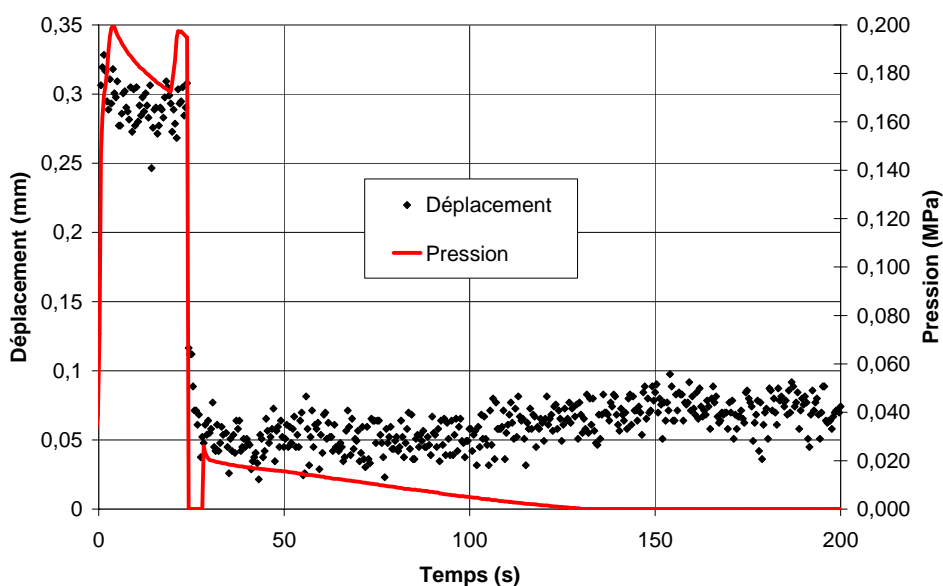


Figure 2.25 –Déplacement et pression au cours de l'égalisation et du chauffage obtenus avec les conditions standard (la pression au cours du chauffage varie de 0,022 à 0 MPa)

Le profil de pression de la figure 2.25, qui atteint 0,02 MPa en début de chauffage et diminue pour atteindre 0 MPa au milieu de l'étape, apparaît aussi fréquemment que le profil de la figure 2.20. Dans ce cas le déplacement n'est pas affecté. Par conséquent, dans la grande majorité des essais, le déplacement observé au cours de l'égalisation et du chauffage a la même allure.

Au cours d'un nombre restreint d'essais (environ 10%), la pression atteint une valeur beaucoup plus élevée en début de chauffage. Dans le cas extrême de la figure 2.26, la pression s'élève à 0,035 MPa et ne descend pas en dessous de 0,006 MPa. Des conséquences sont visibles sur la courbe de déplacement puisque l'avancée des tubes durant cette phase passe de 25 μm en moyenne à 130 μm dans ce cas.

Dans un petit nombre d'essais, la pression présente plusieurs pics au cours du chauffage (figure 2.27). Le résultat est intéressant car, lorsque le deuxième pic apparaît, il se produit un déplacement de matière relativement important qui prouve qu'à cet instant du chauffage une faible pression (de l'ordre de 0,02 MPa) est suffisante pour faire avancer les tubes et déplacer la matière vers le bourrelet.

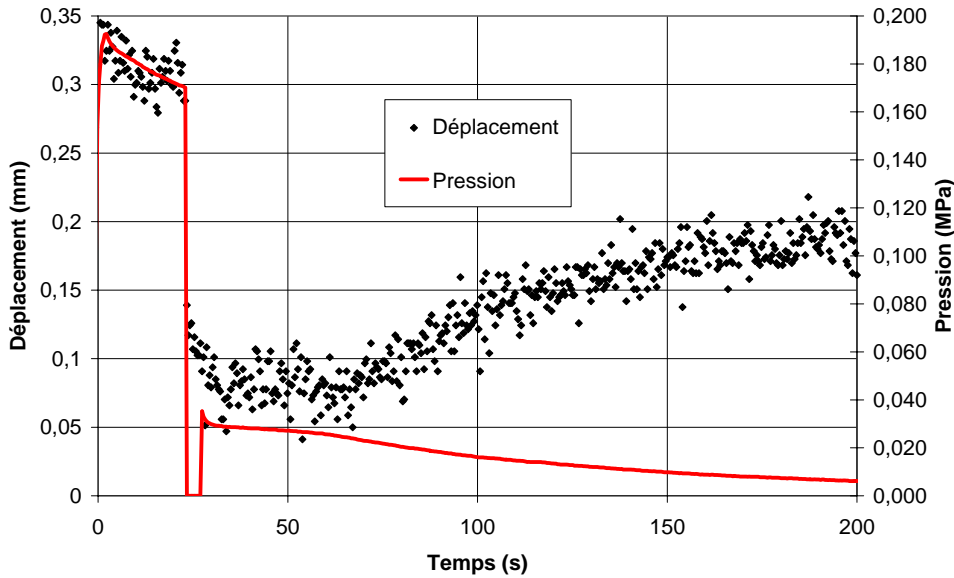


Figure 2.26 – Déplacement et pression au cours de l'égalisation et du chauffage obtenus avec les conditions standard (la pression au cours du chauffage varie de 0,035 à 0,006 MPa)

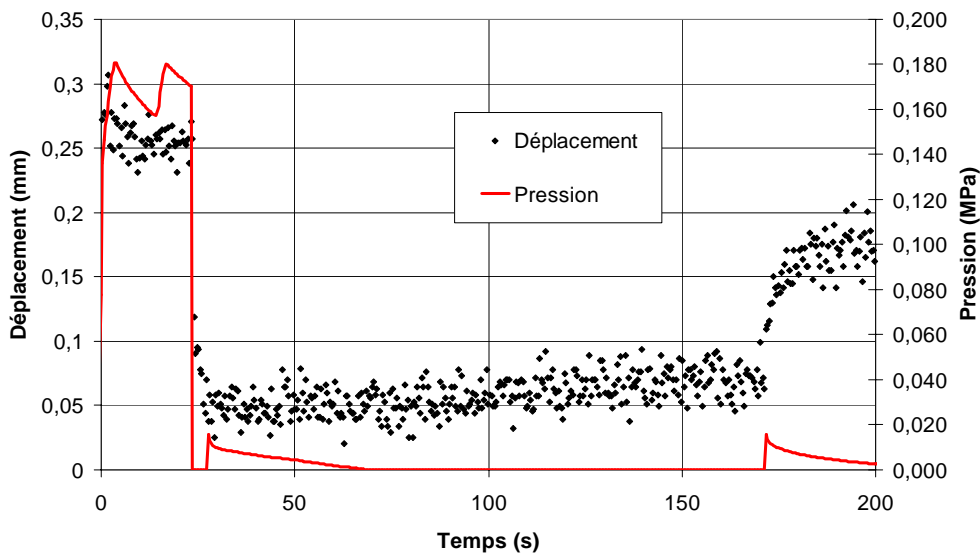


Figure 2.27 – Déplacement et pression au cours de l'égalisation et du chauffage obtenus avec les conditions standard (la pression au cours du chauffage présente deux pics)

En résumé, la régulation de pression dans les vérins crée oscillations de pression qui peuvent avoir des conséquences sur le déplacement des tubes au cours de l'étape de chauffage et donc sur la quantité de matière éjectée dans le bourrelet et vont dépendre notamment de la manière avec laquelle la machine est capable de réguler le procédé. Ce déplacement n'est modifié que dans une faible proportion d'essais (de l'ordre de 10%) mais il est possible que la qualité des soudures résultantes en soit affectée.

c) Déplacement lors de la phase de soudage

Cycle standard

La figure 2.28 présente la courbe de déplacement enregistré pendant le soudage. Au cours d'un cycle standard, la pression appliquée est de 0,18 MPa. Le déplacement zéro correspond au moment de la mise en contact des tubes. Il apparaît que le déplacement est très rapide au début de l'étape puis se stabilise. Après une quarantaine de secondes il n'y a plus qu'un déplacement très faible.

Les films du soudage ont montré que la première minute correspond à la fin de la formation du bourrelet qui s'est initié durant les deux premières étapes du procédé. Le déplacement rapide observé correspond donc à l'éjection de la matière fondue dans le bourrelet. Le déplacement se stabilise lorsque la totalité de la matière fondue a été éjectée ou lorsque la couche externe du bourrelet se solidifie empêchant l'écoulement de matière.

Les photos du bourrelet à différents moments du soudage sont représentées sur la figure 2.28 permettant de rendre compte de la relation entre le déplacement et la forme du bourrelet.

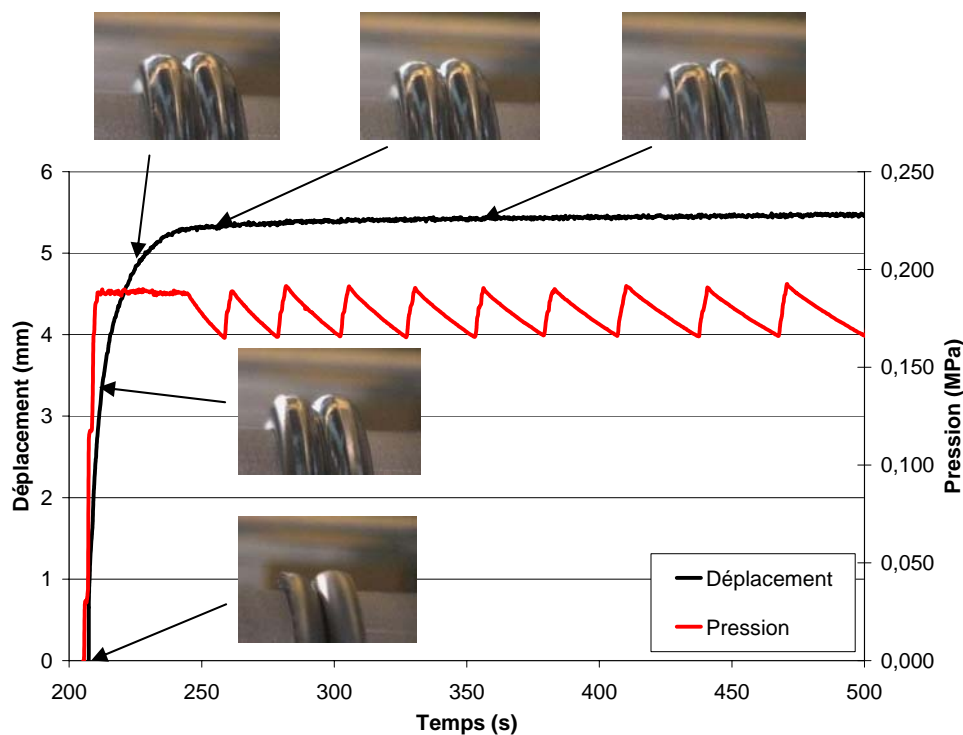


Figure 2.28 – Déplacement et pression au cours de la phase de soudage pour un cycle standard

La quasi-totalité des phénomènes liés au déplacement de matière et donc à la rhéologie sont concentrés dans les premières secondes du soudage. Dans la suite du soudage, les phénomènes thermiques tels que la cristallisation et le retrait thermique sont prépondérants et sont responsables de la petite avancée des tubes observée dans la deuxième partie de l'étape (après environ 40s).

Variation des paramètres de soudage

La pression de soudage a été doublée par rapport à la pression du cycle standard (0,4 MPa au lieu de 0,18 MPa) ou réduite à quasiment 0 MPa (une pression minimum étant nécessaire pour mettre les tubes en contact). La température du miroir a été modifiée de plus ou moins 30°C par rapport à la température moyenne de 220°C.

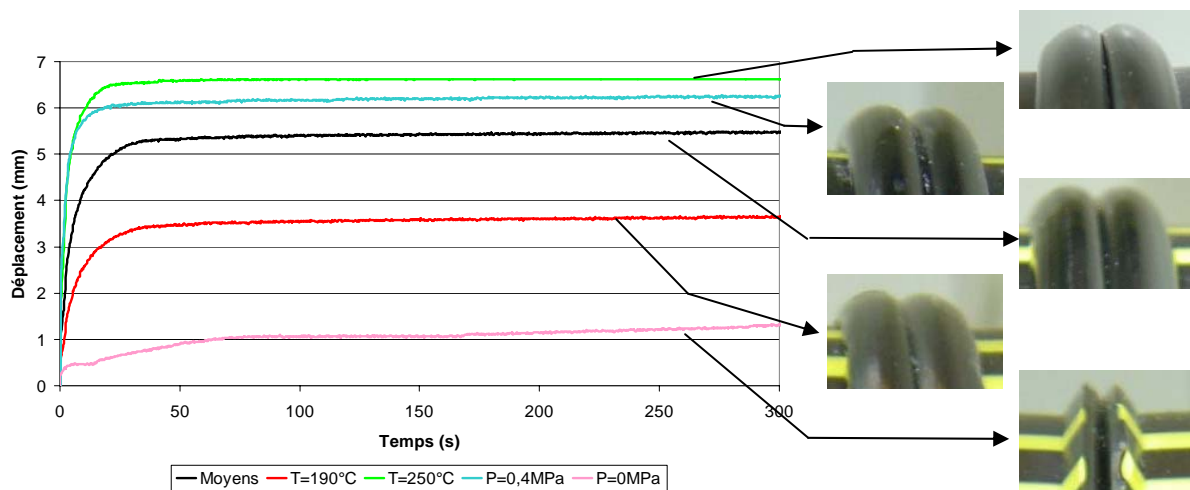


Figure 2.29 – Déplacement au cours de la phase de soudage en fonction des paramètres de soudage et allure du bourrelet résultant de chaque type de soudage

La figure 2.29 retrace les déplacements enregistrés pour les paramètres moyens ainsi que pour les essais réalisés avec les différentes pressions de soudage et températures de miroir. On peut noter que le déplacement global durant le soudage varie en fonction des paramètres utilisés.

Avec les paramètres moyens l'avancée des deux tubes l'un vers l'autre après leur mise en contact est d'environ 5,5 mm et la quasi-totalité du déplacement se fait dans les 40 premières secondes.

Lorsque la pression de soudage est augmentée, l'avancée des tubes dépasse les 6 mm en 30s environ. La forte pression imposée permet d'éjecter rapidement une plus grande quantité de matière dans le bourrelet avant que la couche externe du bourrelet, en contact avec l'air, ne se solidifie et empêche l'écoulement de matière.

Une pression proche de 0 MPa entraîne un déplacement très faible (environ 1 mm) puisque la matière n'est pas éjectée dans le bourrelet.

Une température de miroir de 250°C crée une couche de polymère fondu plus importante en fin de chauffage qu'avec les paramètres moyens. Un grand déplacement se produit lorsque les tubes sont plaqués l'un sur l'autre puisqu'une plus grande quantité de matière est expulsée latéralement. Ceci a été prouvé par mesure de la taille des cordons de soudure au paragraphe 2.5.2.1. De plus, la température du polymère atteint des températures supérieures, ce qui le rend moins visqueux et plus facile à déplacer. La majorité du mouvement de matière se fait donc dans les 25 premières secondes.

A contrario, une température de miroir plus faible (190°C) conduit à un petit déplacement (environ 3,5 mm) et qui se produit sur une plus grande durée (environ 45s). La couche de polymère fondu est plus petite en fin de chauffage qu'avec les paramètres moyens, ce qui se traduit par une épaisseur de cordon de soudure plus petite (paragraphe 2.5.2.1).

Finalement, la pression appliquée sur les tubes et la température du miroir influent sur le déplacement des tubes au cours de la phase de soudage. Une forte pression et une température élevée du miroir entraînent un déplacement plus important que dans les conditions standard. Il se produit l'inverse pour une pression ou une température faible.

La comparaison de ces résultats avec les tailles de bourrelet mesurées au paragraphe 2.5.2.1 montre que le déplacement et le volume des bourrelets sont liés.

2.6 Caractérisation des soudures

Des études des soudures réalisées dans différentes conditions de soudage ont été faites afin de mieux connaître leurs structures microscopiques.

2.6.1 Principe des essais

2.6.1.1 L'essai dit du "sèche-cheveux"

Il s'agit d'un essai facile et rapide à mettre en place pour faire ressortir les différentes phases cristallines de l'échantillon.

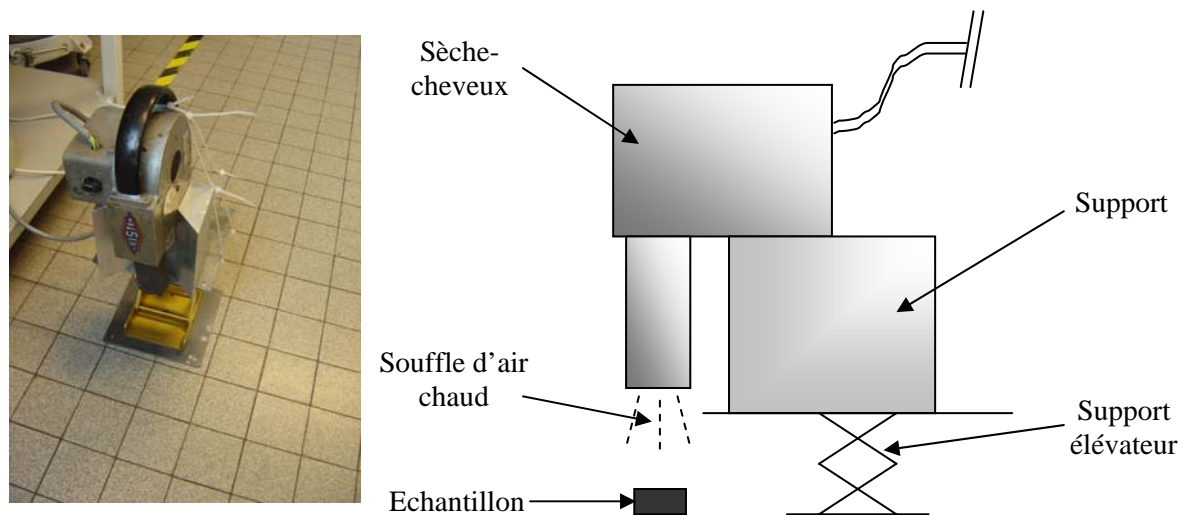


Figure 2.30 – Schéma du dispositif de l'essai du "sèche-cheveux"

A l'aide d'un appareil de type "décolle peinture" que nous appellerons familièrement "sèche-cheveux" on souffle de l'air chaud sur un échantillon (figure 2.30). La distance entre le sèche-cheveux et l'échantillon, réglée à l'aide d'un support élévateur, permet de chauffer l'échantillon à une température plus ou moins élevée. Un thermocouple placé sur l'échantillon permet de mesurer en temps réel la température.

Les résultats fournis par cet essai, mis en œuvre notamment par la Direction de la Recherche à la fin des années 80, ont pu être corrélés avec ceux obtenus par microscopie infrarouge afin de déterminer l'étendue spatiale de la zone perturbée thermiquement au passage d'une interface soudée par électrofusion et de définir la position de l'isotherme de fusion autour de cette interface [18].

Le PE étudié a une température de fin de fusion proche de 130-140°C. On chauffe l'échantillon à une température comprise entre 100 et 120°C afin de commencer à faire fondre une partie de la phase cristalline. On observe alors un affaissement de la zone de l'échantillon contenant les plus petits cristaux, qui fondent à des températures inférieures à la température de fin de fusion, relativement à leurs tailles respectives.

L'observation au microscope optique de l'échantillon ainsi traité permet de déterminer la forme et les dimensions de ces zones.

2.6.1.2 Les essais de DSC

a) Principe de la DSC

L'analyse calorimétrique différentielle (ACD ou DSC) à compensation de puissance a été utilisée afin de mesurer les cinétiques de cristallisation du polyéthylène. Le principe de ce système est de mesurer la différence de puissance nécessaire pour qu'un échantillon et une référence soient à la même température. Il existe deux boucles de contrôle de la température. L'une sert à programmer l'augmentation ou la diminution de température de l'échantillon et de la référence à une vitesse donnée. L'autre permet d'ajuster la puissance d'entrée afin de compenser le déséquilibre thermique qui peut exister entre l'échantillon et la référence. Dans le cas de la cristallisation c'est le caractère exothermique de la transformation qui créera ce déséquilibre, et, dans le cas de la fusion c'est le caractère endothermique de celle-ci.

Un signal proportionnel à la différence de puissance fournie à l'échantillon et à la référence, P , est enregistré en fonction de la température ou du temps. Les échantillons utilisés sont placés dans des coupelles cylindriques serties pour éviter la fuite de matière fondue et percées sur le dessus pour permettre d'éventuels dégazages ainsi que la circulation d'un gaz de balayage neutre.

b) Les mesures effectuées

La caractérisation de la soudure a été réalisée par DSC à l'aide d'une METTLER TOLEDO DSC30 équipé d'un système de refroidissement à l'azote liquide. L'intérêt des mesures est d'observer les différences du taux de cristallinité à différents endroits dans la soudure.

Au préalable aux mesures, un calibrage de l'appareil est réalisé selon la procédure proposée par le fabricant (indium, plomb, étain). Dans un souci de précision, à cette procédure est adjointe une procédure de vérification au moyen de substances adaptées, en termes à la fois de point de fusion et d'enthalpie de fusion, focalisée sur le domaine thermique étudié [19-21].

Des lamelles d'épaisseur "cible" 300 μm ont été découpées au microtome en repérant la position de la lamelle dans la soudure. La masse des échantillons est de 10 mg $\pm 0,5$ mg. Les échantillons analysés sont des pastilles de 6 mm de diamètre prélevées à l'aide d'un emporte-pièce métallique et placées dans des capsules en aluminium. Les échantillons, ainsi préparés, sont placés dans le four de la DSC, chauffés de -10 à 200°C avec une vitesse de chauffage de 10°C/min et sous balayage d'azote (3 l/h). Ces températures sont choisies de façon à pouvoir observer un pic de fusion complet. La vitesse de montée en température choisie est celle classiquement utilisée dans la littérature dans les études relatives aux PE. Elle est arbitraire car elle influence uniquement la température de fusion et non pas la surface du pic. Cependant cette valeur classique permet le cas échéant de comparer certains résultats avec ceux d'études antérieures menées notamment par la Direction de la Recherche.

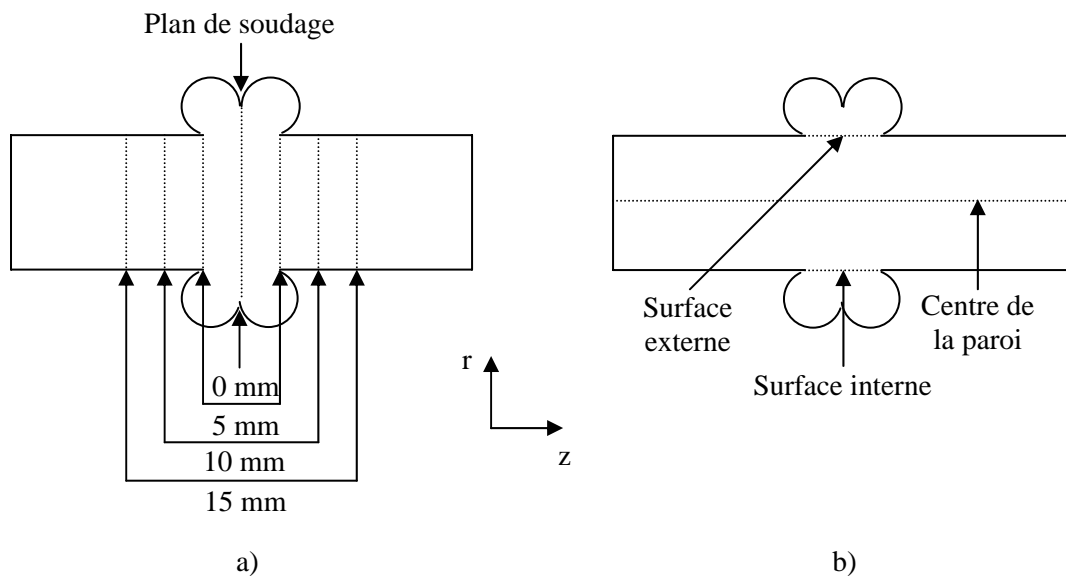


Figure 2.31 – Schéma des plans de prélèvement des échantillons. a) dans les plans parallèles au plan de soudage (plans $r\theta$) ; b) dans les plans perpendiculaires au plan de soudage (plans θz)

Les échantillons sont prélevés aux positions présentées sur la figure 2.31, à savoir :

- sur les lamelles situées à 0, 5, 10 et 15 mm du plan de soudage dans les plans parallèles au plan de soudage (plan $r\theta$) (figure 2.31a). Les échantillons sont pris au centre de la paroi du tube sur chaque lamelle,
- sur les lamelles situées au centre de la paroi et sur les surfaces interne et externe du tube dans les plans perpendiculaires au plan de soudage (plan θz) (figure 2.31b). Les échantillons sont pris au niveau du plan de soudure de chaque lamelle.

Par ce protocole, on peut déterminer l'enthalpie de fusion du polymère qui est proportionnelle à la quantité de polymère qui cristallise sur cette plage de température.

Les essais ont été réalisés sur des soudures obtenues dans les différentes conditions de soudage décrites dans le paragraphe 2.3. Chaque type de mesure est réalisé au moins trois fois par souci de reproductibilité. Pour chaque vitesse une ligne de base est tracée en faisant subir le refroidissement à une coupelle vide ce qui permet, par soustraction de cette courbe à celle de l'échantillon, d'obtenir la

puissance réelle dissipée par la matière. Une représentation classique du signal obtenu est montrée sur la figure 2.32.

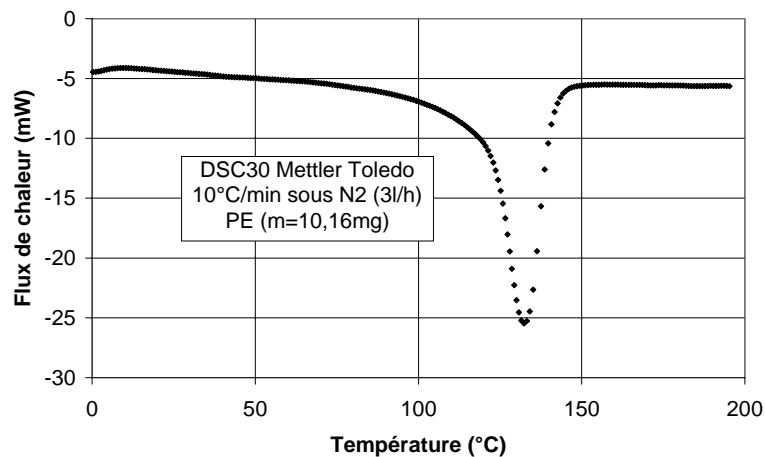


Figure 2.32 – Flux de chaleur du PE étudié mesuré par DSC au cours d'un chauffage entre -10 et 200°C à une vitesse de 10°C/min et sous balayage d'azote (3 l/h)

2.6.2 Résultats et discussion

2.6.2.1 L'essai dit du "sèche-cheveux"

L'essai du "sèche-cheveux" sur un échantillon soudé fait apparaître plusieurs zones distinctes. Les photos de la figure 2.33 montrent les résultats de cet essai sur des soudures obtenues dans différentes conditions de soudage.

La matière s'est affaissée autour du plan de soudage, faisant apparaître des limites en forme d'arc de cercle entre la zone soudée et le reste de l'échantillon. Il est fort probable que cette zone affaissée corresponde à la partie de l'échantillon qui a fondu lors du chauffage. La frontière de cette zone serait alors la limite de la couche de polymère fondu au moment où la matière a recristallisé. En effet, le polymère qui a fondu lors du chauffage se refroidit à des vitesses et dans des conditions de déformation différentes du procédé d'extrusion qui a servi à fabriquer les tubes, ce qui entraîne des microstructures différentes. La forme en arc de cercle de cette limite, qui représente l'isotherme de la température de fusion en fin de chauffage, laisse penser que la couche de polymère fondu est plus importante sur les surfaces du tube. Ceci peut être la conséquence de deux phénomènes :

- le rayonnement du miroir vers le tube qui contribue à la fusion de la matière en surface du tube près du miroir,
- le réchauffement et le maintien en température des surfaces du tube du fait du recouvrement de ces parois par le bourrelet lors de la phase de soudage.

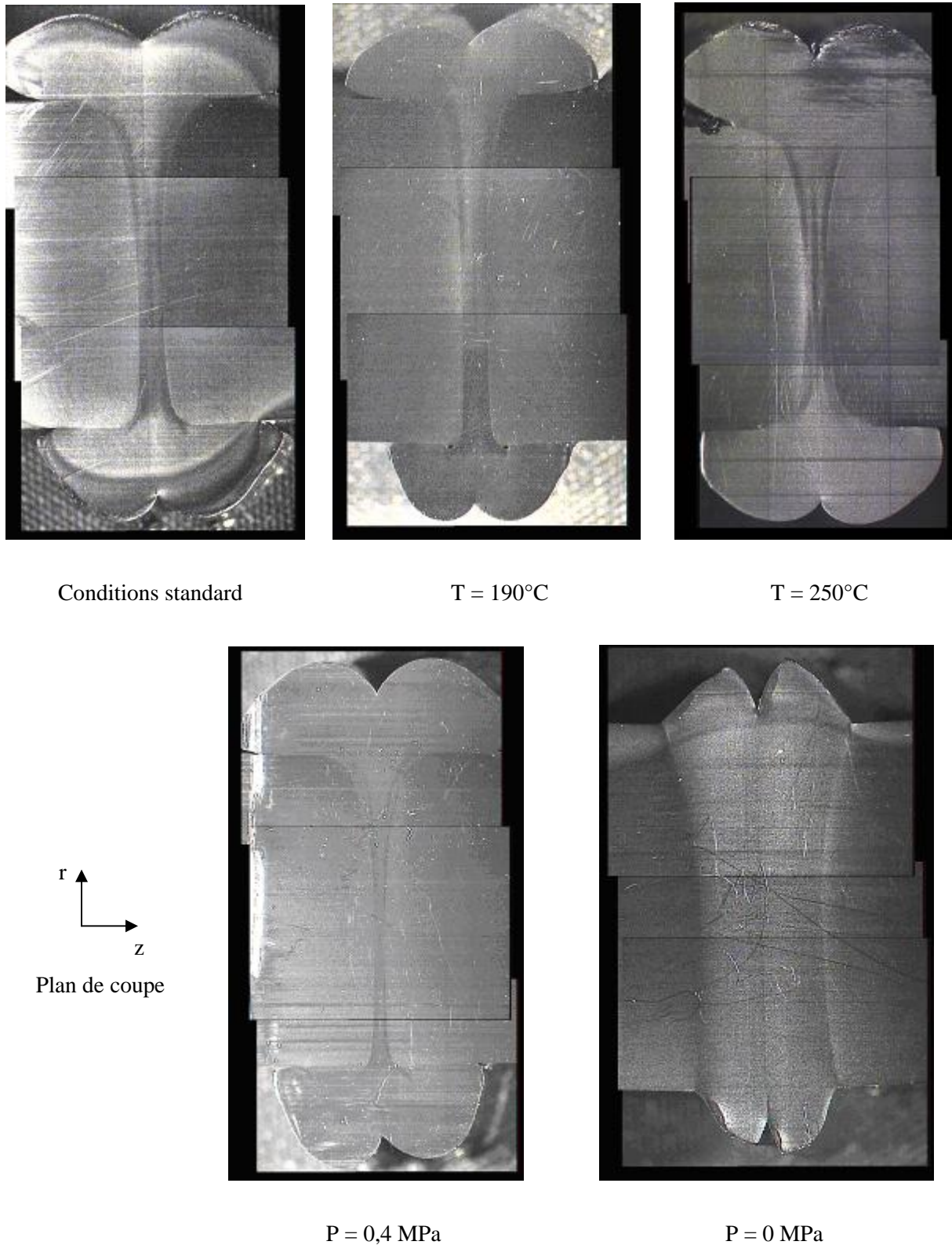


Figure 2.33 – Clichés des soudures obtenues après l'essai du "sèche-cheveux" pour différentes conditions de soudage

Sur certains clichés une zone de forme ovoïdale apparaît au centre de la soudure qui s'est moins affaissée. Il pourrait s'agir de la zone qui a commencé à cristalliser au contact avec l'air extérieur au cours du retrait du miroir et qui a subi le moins de déformation lors de la phase de soudage.

Les différentes largeurs de la zone affaissée qui ont été mesurées sont représentées sur la figure 2.34. Les tailles de ces largeurs ont été tracées sur la figure 2.35 en fonction des conditions de soudage. Globalement, la largeur de la zone est plus faible au centre de la paroi et plus large sur les surfaces (du fait de la forme en arc de cercle de la limite de cette zone). Cette largeur est plus importante sur la surface interne que sur la surface externe. Ceci serait dû au fait que la température sur la surface interne du tube est plus importante que la température sur la surface externe car l'intérieur du tube constitue un milieu confiné limitant le refroidissement de l'air au contact du tube. De plus, l'autorayonnement du tube sur lui-même contribue aussi au réchauffement de la surface interne.

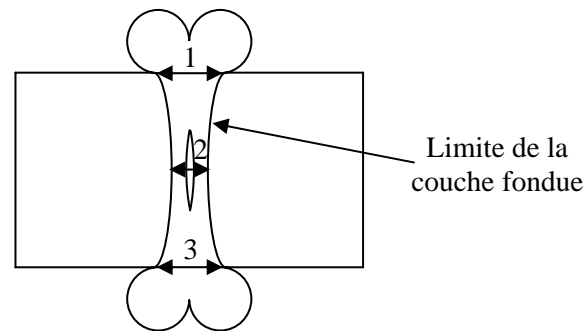


Figure 2.34 – Zones observées après l'essai du sèche-cheveux. Les largeurs de la zone qui ont été mesurées sont numérotées de 1 à 3

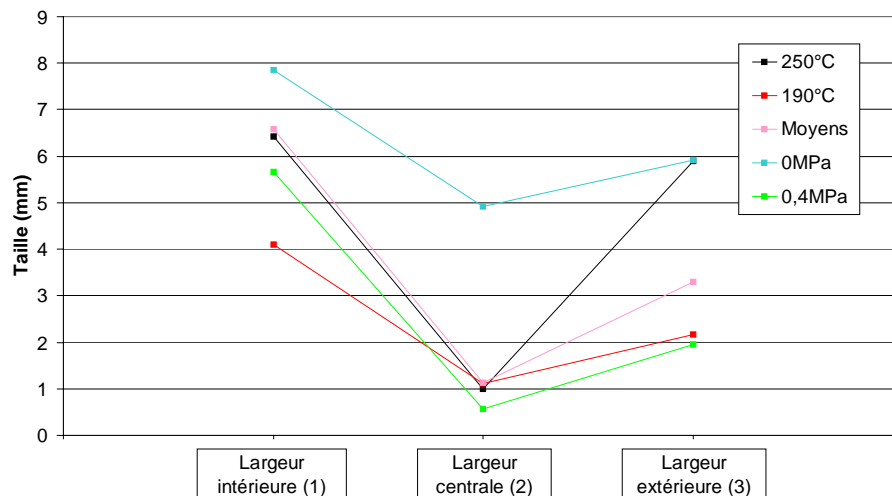


Figure 2.35 – Taille des largeurs des zones affaissées lors de l'essai dit du "sèche-cheveux" mesurées au niveau des surfaces interne et externe du tube ainsi qu'au centre de la paroi sur des soudures réalisées dans différentes conditions de soudage

La soudure obtenue à pression nulle possède une zone affaissée beaucoup plus large que dans les autres conditions (près de 5 mm au centre de la paroi comparé à environ 1 mm dans la majorité des autres soudures) dont les limites sur les surfaces interne et externe du tube correspondent exactement aux limites du bourrelet (figure 2.33). Ce dernier ne se formant que dans la zone où le polymère a fondu au cours du chauffage, cette observation corrobore le fait que les frontières de la zone affaissée sont les limites de la couche de polymère fondu.

La taille de la zone affaissée mesurée au centre de la soudure obtenue avec une pression de 0,4 MPa est plus petite que les autres (de l'ordre de 0,6 mm) car cette pression élevée a éjecté une plus grande quantité de matière dans le bourrelet.

Les tailles de la zone affaissée mesurées au niveau des surfaces des tubes soudés sont globalement plus petites pour les soudures obtenues avec une température de miroir de 190°C, et plus grandes pour les soudures obtenues avec une température de miroir de 250°C. En effet, le rayonnement reçu par les tubes est d'autant plus important que la température du miroir est grande, ce qui explique que dans un cas la température, et donc la couche de polymère fondu, à la surface des tubes est plus grande que dans l'autre.

Finalement, l'essai dit du "sèche-cheveux" a permis de mettre en évidence plusieurs zones de microstructures différentes et de faire apparaître ce qui pourrait être les limites de la couche de polymère fondu obtenue en fin de chauffage. Les mesures des tailles de la zone affaissée autour du plan de soudage ont montré des différences en fonction des conditions de soudage.

2.6.2.2 Les essais de DSC

Les essais de DSC permettent de tracer la chaleur massique (C_p) de l'échantillon en fonction de la température. L'intégration de la courbe entre 30 et 160°C, en prenant une ligne de base linéaire, permet d'obtenir l'enthalpie de fusion de l'échantillon.

Connaissant l'enthalpie de fusion d'un cristal parfait soit $\Delta H_C^{100\%} = 290 \text{ J/g}$ [21], il est possible de déterminer le taux de cristallinité initial de l'échantillon :

$$X_C = \frac{\Delta H_f}{\Delta H_C^{100\%}} \quad (2.2)$$

X_C a donc pu être tracé en fonction de la distance au plan de soudage et en fonction de la position dans la paroi. Chaque point représente le taux de cristallinité moyen obtenu avec les échantillons prélevés dans les mêmes conditions.

La figure 2.36 représente les taux de cristallinité à différentes distances du plan de soudage (dans des plans parallèles au plan de soudage) pour des soudures réalisées avec les différentes conditions de soudage. Les mesures ont été faites des deux côtés du plan de soudage (traits continus et traits pointillés).

La majorité des taux de cristallinité mesurés à différentes distances du plan de soudage (dans des plans parallèles au plan de soudage) sont compris entre 74 et 75% et l'écart entre la valeur la plus élevée (75,6%) et la valeur la plus faible (73,7%) est inférieure à 2%. Or, on estime qu'il existe une différence notable entre deux valeurs de taux de cristallinité quand l'écart entre ces valeurs dépasse 4%.

De plus, les barres d'erreur des taux de cristallinité, qui ne sont pas représentées sur la figure 2.36 par souci de clarté, se chevauchent quasiment toutes (voir annexe).

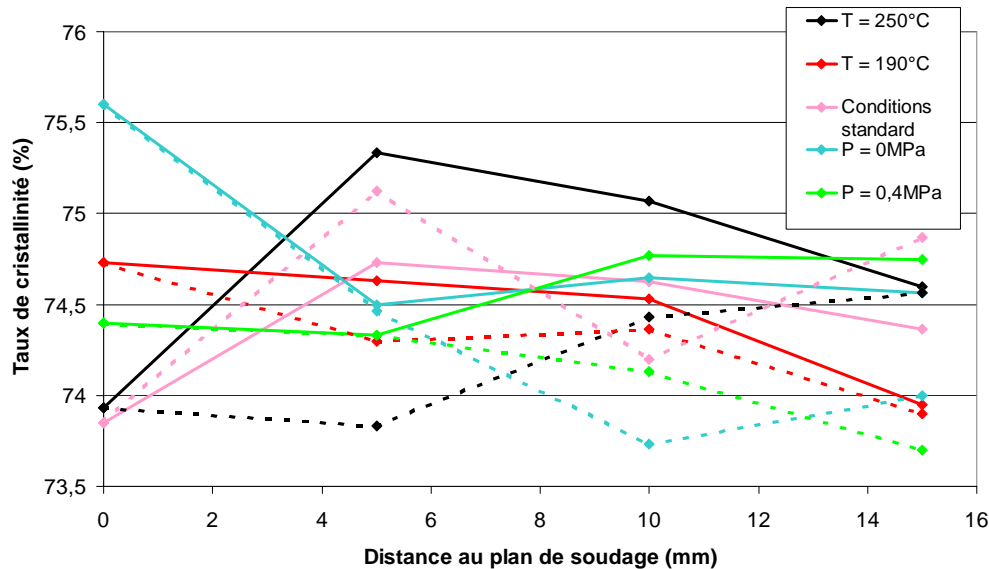


Figure 2.36 – Taux de cristallinité à plusieurs distances du plan de soudage des deux côtés du plan de soudage (traits continus et traits pointillés) et pour plusieurs conditions de soudage

Ces résultats conduisent à la conclusion que le taux de cristallinité dans la soudure obtenu à la fin du procédé de soudage varie très peu avec la distance au plan de soudage, quels que soient les paramètres utilisés pour obtenir les soudures.

La figure 2.37 représente les taux de cristallinité à différentes distances du centre de la paroi du tube (dans des plans perpendiculaires au plan de soudage) pour des soudures réalisées avec les différentes conditions de soudage et pour des tubes non soudés. A droite de l'axe des ordonnées (vers les valeurs positives) on se dirige vers la surface extérieure du tube, et à gauche (vers les valeurs négatives) vers l'intérieur.

La majorité des taux de cristallinité sont compris entre 73 et 75% et l'écart entre les deux valeurs extrêmes (72,8 et 74,8%) est d'environ 2%. Ici aussi les différences de taux de cristallinité en fonction de la position dans l'épaisseur du tube sont très faibles au niveau du plan de soudage.

Dans ce cas encore les barres d'erreur se chevauchent (voir annexe).

Ceci nous conduit à penser que le taux de cristallinité dans la soudure obtenu à la fin du procédé de soudage varie très peu à travers la paroi du tube, quels que soient les paramètres utilisés pour obtenir les soudures.

La comparaison des taux de cristallinité obtenus dans les soudures avec ceux obtenus dans un tube non soudé montre qu'au centre de la paroi ainsi que sur la paroi interne du tube, les valeurs sont du même ordre de grandeur (autour de 74%) alors que sur la paroi externe, le taux de cristallinité dans la soudure est plus important que dans un tube non soudé (73,5 au lieu de 70% pour un tube sain). Ceci peut s'expliquer par le fait que le refroidissement dans le bourrelet se fait moins rapidement que sur la

surface externe des tubes lors du procédé d'extrusion utilisé lors de la fabrication des tubes. En effet, dans ce procédé, le tube est refroidi relativement rapidement par sa paroi externe avec de l'eau froide.

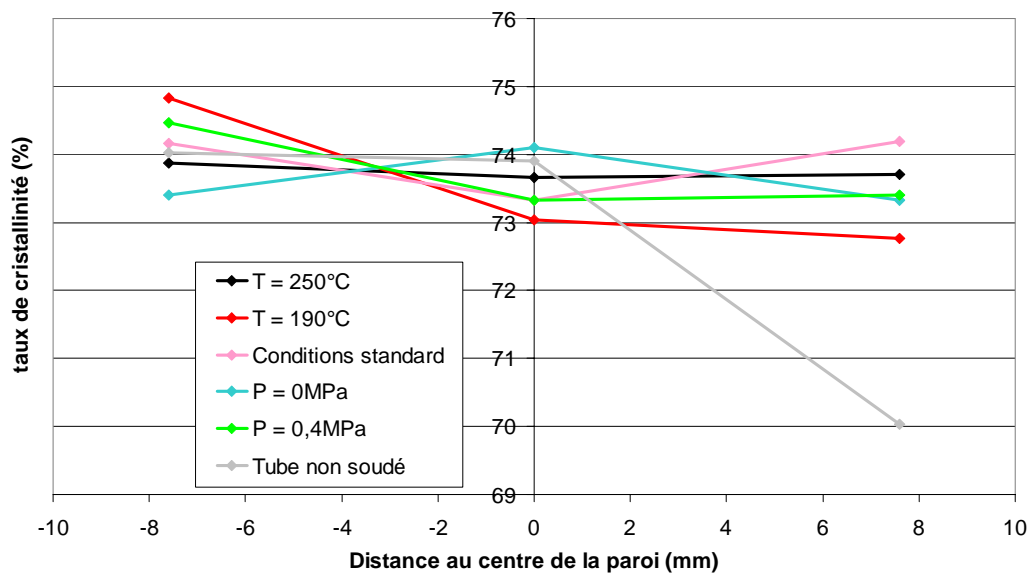


Figure 2.37 – Taux de cristallinité à plusieurs distances du centre de la paroi des tubes et pour plusieurs conditions de soudage

Finalement, les mesures des taux de cristallinité à différents endroits dans la soudure ne présentent pas de différence notable en fonction de la position dans la soudure ou des conditions de soudage. Cependant, la taille des échantillons prélevés pour les essais de DSC (pastilles de 6 mm de diamètre) est relativement grande par rapport à la soudure et le taux de cristallinité mesuré est une valeur moyenne sur l'échantillon. Ces essais de DSC ne permettent donc pas de révéler de différences de cristallinité significatives dans la soudure.

2.6.3 Les mécanismes de chauffage du tube

Les mesures de température réalisées à plusieurs endroits dans la partie du tube proche du miroir chauffant ont montré que la matière n'est pas chauffée de façon identique au centre de la paroi du tube et en surface du tube. De plus, les essais dits du "sèche-cheveux" ont montré que la couche de polymère fondu n'a pas la même taille au centre de la paroi du tube qu'en surface. Ainsi, il est important de bien connaître les conditions aux limites thermiques pour comprendre les résultats expérimentaux.

Les mécanismes du chauffage des tubes vont donc être détaillés et des ordres de grandeurs des coefficients de transfert et des flux de chaleur seront déterminés en différents endroits de la surface du tube.

2.6.3.1 Les transferts thermiques

Les échanges de chaleur sont de trois types : conduction, convection et rayonnement. Chaque mode de transfert de chaleur joue un rôle plus ou moins important en fonction de l'étape du procédé et ces rôles peuvent évoluer au cours d'une même phase.

Remarque : dans les paragraphes suivant Q_{1-2} est la quantité de chaleur échangée par unité de temps entre les corps (1) et (2), et q_{1-2} est la quantité de chaleur échangée par unité de temps et de surface entre ces deux corps.

a) La conduction de chaleur

Le tube est chauffé principalement par conduction de chaleur du miroir chauffant vers le tube. Le flux de chaleur q_{cond} par conduction dans un élément est proportionnel au gradient de température et est orienté du chaud vers le froid. Ce flux est donné par la loi de comportement thermique de Fourier :

$$q_{cond} = -k.grad(T) \quad (2.3)$$

où k est la conductivité thermique.

b) Le rayonnement

Le miroir chauffant est un cylindre plein de 350 mm de diamètre, ce qui est relativement important par rapport au diamètre externe du tube (160 mm). Ainsi, il est probable que le rayonnement du miroir vers le tube ne sera pas négligeable au niveau des surfaces où il n'y a pas de contact entre les deux éléments (voir figure 2.38).

Le flux de chaleur par rayonnement q_{r1-2} d'un corps (1) vers un corps (2) est de la forme :

$$q_{r1-2} = \mathfrak{F}_{1-2} \sigma_r (T_1^4 - T_2^4) \quad (2.4)$$

où \mathfrak{F}_{1-2} est le facteur de forme gris du corps (1) vers le corps (2), T_1 et T_2 sont respectivement les températures des corps (1) et (2) et σ_r est la constante de Stefan ($5,67.10^{-8}$).

Le facteur de forme gris est calculé de la façon suivante :

$$\mathfrak{F}_{1-2} = \frac{1}{\frac{1}{F_{1-2}} + \frac{S_1}{S_2} \left(\frac{1}{\varepsilon_2} - 1 \right) + \left(\frac{1}{\varepsilon_1} - 1 \right)} \quad (2.5)$$

où S_1 et S_2 sont respectivement les surfaces des corps (1) et (2), ε_1 et ε_2 sont respectivement les émissivités des corps (1) et (2) et F_{1-2} est le facteur de forme noir du corps (1) vers le corps (2).

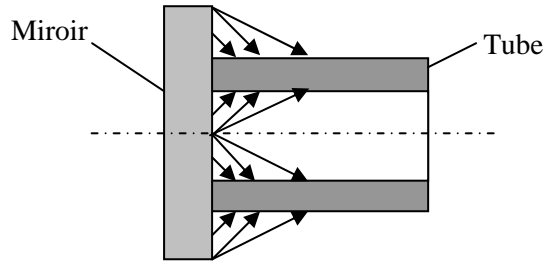


Figure 2.38 – Rayonnement du miroir chauffant vers le tube (vue en coupe)

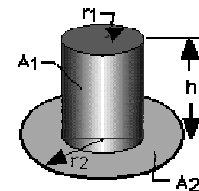
Le facteur de forme F_{1-2} est fortement lié à la géométrie des éléments. Ainsi, pour déterminer le flux global reçu ou perdu par rayonnement par le tube, il est nécessaire de prendre en compte un certain nombre de facteurs de forme [22] :

- Le miroir rayonne sur la surface externe du tube :

$$F_{1-2} = \frac{B}{8RH} + \frac{1}{2\pi} \left\{ \cos^{-1} \left(\frac{A}{B} \right) - \frac{1}{2H} \left[\frac{(A+2)^2}{R^2} - 4 \right]^{1/2} \right. \\ \left. \times \cos^{-1} \left(\frac{AR}{B} \right) - \frac{A}{2RH} \sin^{-1} R \right\} \quad (2.6)$$

Où $R = \frac{r_1}{r_2}$, $H = \frac{h}{r_2}$, $A = H^2 + R^2 - 1$ et $B = H^2 - R^2 + 1$

r_1 et r_2 sont respectivement les rayons du tube et du miroir et h est la longueur du tube.



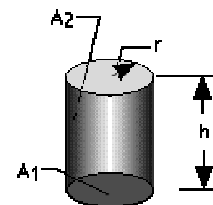
On déduit le facteur de forme noir du miroir vers le tube :

$$F_{2-1} = \frac{S_1}{S_2} F_{1-2} \quad (2.7)$$

- Le miroir rayonne sur la paroi interne du tube :

$$F_{1-2} = 2H \left[(1 + H^2)^{1/2} - H \right] \quad (2.8)$$

où $H = \frac{h}{2r}$ et r est le rayon interne du tube.



- La paroi interne du tube rayonne vers elle-même :

$$F_{2-2} = (1 + H) - (1 + H^2)^{1/2} \quad (2.9)$$

$$\text{où } H = \frac{h}{2r}$$

- La paroi externe du tube rayonne vers le milieu ambiant :

$F_{\text{tube-extérieur}} = 1$ car le milieu ambiant reçoit la totalité du rayonnement du tube (si on néglige la partie du rayonnement reçue par le miroir). De plus, la surface de la pièce est beaucoup plus grande que la surface du tube donc le rapport S_1/S_2 tend vers zéro.

La formule (2.5) devient donc :

$$\mathfrak{S}_{1-2} = \varepsilon_1 \quad (2.10)$$

c) La convection libre

L'air extérieur a tendance à refroidir la partie chaude du tube par convection libre autour de celui-ci. Au contraire, l'air chauffé par le miroir à proximité de celui-ci contribue au chauffage du tube par convection libre. Le flux de chaleur q_{conv} échangé par convection entre l'air et un élément est orienté du chaud vers le froid. Il est de la forme :

$$q_{conv} = h_T \Delta T \quad (2.11)$$

où h_T est le coefficient de transfert thermique par convection entre l'élément et l'air et ΔT est la différence de température entre l'élément et l'air.

2.6.3.2 Quelques ordres de grandeur

a) La profondeur de pénétration de la chaleur

La profondeur de pénétration de la chaleur est la distance par rapport à une surface (l'interface de soudage par exemple) pour laquelle un certain pourcentage de l'écart initial de température est atteint. Cette profondeur de pénétration n'est valable qu'en tenant compte uniquement de la conduction de chaleur dans la matière.

Ainsi, la profondeur de pénétration pour laquelle 50% de la différence entre la température de surface et la température initiale du tube est ressentie, est donnée par [23] :

$$y = \sqrt{a.t} \quad (2.12)$$

où y est la distance au plan de soudage, a la diffusivité thermique et t le temps.

Dans le cas d'un cycle standard de soudage, la durée des phases d'égalisation et de chauffage est d'environ 200s. La température initiale du tube est de l'ordre de 25°C et la température du miroir est fixée à 220°C.

Sachant que la diffusivité thermique d'un polyéthylène est de $1,3 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2/\text{s}$, la distance au plan de soudage qui aura atteint 130°C, soit à peu près la température de fusion du polyéthylène, à la fin du chauffage est de **5 mm**.

Les mesures par thermocouples ont montré que l'épaisseur de la couche de polymère fondu est comprise entre 3 et 4 mm. Cette épaisseur est du même ordre de grandeur que la valeur obtenue par le calcul mais est légèrement inférieure. Ceci est dû au fait que la température de surface du tube en contact avec le miroir en réalité n'est pas de 220°C mais augmente au cours du chauffage de la température ambiante à environ 210°C après 200s (voir paragraphe 2.5.2.3a).

b) Les coefficients de transfert par rayonnement

Le flux de chaleur reçu par rayonnement par un tube de polyéthylène plaqué contre un miroir chauffant est donné par l'équation (2.4). Ce flux peut également s'écrire sous la forme suivante :

$$q_{M-T} = h_r (T_M - T_T) \quad (2.13)$$

où h_r est le coefficient de transfert thermique par rayonnement et T_M et T_T sont respectivement les températures du miroir et du tube.

Compte tenu de (2.4), la quantité de chaleur envoyée par rayonnement du miroir vers le tube est :

$$Q_{M-T} = S_M \mathfrak{S}_{M-T} \sigma_r (T_M^4 - T_T^4) \quad (2.14)$$

Compte tenu de (2.13), la quantité de chaleur reçue par le tube peut s'écrire comme suit :

$$Q_{M-T} = S_T h_r (T_M - T_T) \quad (2.15)$$

L'égalité des formules (2.14) et (2.15) permet de déterminer le coefficient de transfert par rayonnement entre le miroir et le tube :

$$h_r = \frac{S_M \mathfrak{S}_{M-T} \sigma_r (T_M^4 - T_T^4)}{S_T (T_M - T_T)} \quad (2.16)$$

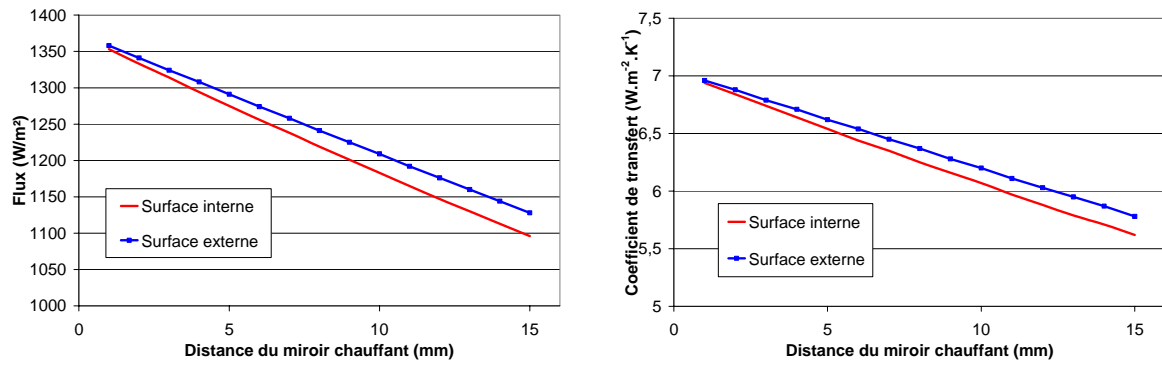


Figure 2.39 –Flux reçu par rayonnement et coefficient de transfert par rayonnement sur les surfaces externe et interne du tube en fonction de la distance au miroir en début de phase d'égalisation

Le calcul de ce coefficient de transfert au début de la phase d'égalisation donne une idée de son ordre de grandeur au cours du procédé.

Ainsi, le flux et le coefficient de transfert tenant compte du rayonnement du miroir de 35 cm de diamètre ($T = 220^\circ\text{C}$) vers les surfaces externe et interne d'un tube de polyéthylène ($T = 25^\circ\text{C}$) de 16 cm de diamètre extérieur et de 13 cm de diamètre intérieur ont été calculés en fonction de la distance au miroir. Les résultats sont présentés sur la figure 2.39.

La quantité de chaleur reçue par unité de surface par le tube décroît avec la distance au miroir. Par conséquent le coefficient de transfert radiatif décroît également. Celui-ci a une valeur proche de $7 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ à 1 mm du miroir et diminue plus rapidement sur la surface interne que sur la surface externe. La différence qui existe entre les coefficients d'échange sur les surfaces interne et externe du tube est due à la grande taille du miroir chauffant dont une plus grande surface rayonne vers la surface externe du tube.

c) Les coefficients de transfert par convection

Le coefficient de transfert par convection entre le tube et l'air du milieu ambiant peut être déterminé à partir du nombre de Nusselt (Nu) :

$$Nu = \frac{h_T L}{k} \quad (2.17)$$

où L est une dimension caractéristique de l'objet (diamètre, hauteur,...).

Nu représente approximativement le rapport entre la chaleur transférée réellement et celle qui le serait par conduction pure.

Le nombre de Rayleigh (Ra) permet de déterminer l'importance de la convection autour de l'objet :

$$Ra = \frac{\rho g \alpha \Delta T L^3}{\eta a} \quad (2.18)$$

où ρ , α , η et a sont respectivement la masse volumique, le coefficient de dilatation, la viscosité et la diffusivité thermique du fluide environnant l'objet, et g est l'accélération de la pesanteur.

Les valeurs de ces paramètres sont évaluées à une température T_f' intermédiaire entre la température du fluide T_f loin de l'interface solide-fluide et la température de l'interface T_s :

$$T_f' = \frac{T_f + T_s}{2} \quad (2.19)$$

Dans le cas d'un tube horizontal, la dimension caractéristique L est égale au diamètre du tube et le nombre de Nusselt est lié au nombre de Rayleigh par ces deux corrélations [23] :

$$10^3 < Ra < 10^9 \Rightarrow Nu = 0,53Ra^{1/4} \quad (2.20)$$

$$10^9 < Ra < 10^{12} \Rightarrow Nu = 0,125Ra^{1/3} \quad (2.21)$$

Le calcul du coefficient de transfert h_T donne une idée de son ordre de grandeur lors du soudage bout à bout.

Ainsi, dans le cas de la perte de chaleur par convection d'un tube de 16 cm de diamètre à une température de 180°C vers l'air ambiant à une température de 25°C, le nombre de Rayleigh vaut $2,1 \cdot 10^7$. Les grandeurs physiques de l'air ont été prises pour une température moyenne T_f' de 100°C [23].

L'équation (2.20) permet de déterminer le nombre de Nusselt qui vaut alors 35,88.

L'équation (2.17) donne la valeur du coefficient de transfert par convection : $7,85 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$.

d) Conclusion

Lors du soudage bout à bout, les coefficients de transfert par rayonnement et par convection sont du même ordre de grandeur et sont inférieurs à $10 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$. Les flux échangés par ces deux phénomènes sont donc semblables.

Cependant, il est clair que durant le procédé les températures de l'air et du tube vont évoluer plus ou moins rapidement en fonction de la distance au plan de soudage et du temps. Il n'est donc pas évident de connaître précisément les échanges de chaleur par convection ou par rayonnement à chaque instant et en chaque point.

Il est par contre possible d'estimer l'allure du flux de chaleur entre le tube et l'environnement à plusieurs instants du chauffage.

A l'instant initial, lorsque le tube est plaqué contre le miroir chauffant, la température de l'air et du tube sont identiques (environ 25°C) et le miroir est à 220°C. Ce dernier commence à chauffer le tube

par conduction et par rayonnement alors que l'effet de la convection d'air est encore quasi inexistant. Par conséquent, les flux reçus par les surfaces interne et externe du tube non en contact avec le miroir se limitent aux flux radiatifs de la figure 2.39.

A la fin de la phase de chauffage, la température du tube a évolué. En effet, à proximité du miroir la température du tube est proche de celle du miroir et décroît lorsque la distance au miroir augmente.

Le flux de chaleur radiatif reçu par le tube à cet instant a pu être estimé à partir de la température mesurée à 1 mm sous la surface, qui peut être assimilée à la température de surface (figure 2.15). En fin de chauffage, les températures en fonction de la distance au miroir sont :

- 160°C à 1 mm,
- 150°C à 2 mm,
- 133°C à 3 mm,
- 110°C à 4 mm,
- 96°C à 5 mm,
- 75°C à 10 mm,
- 60°C à 15 mm.

Ce flux radiatif est représenté sur la figure 2.40. La différence de température, ΔT , entre le miroir et le tube est petite au voisinage du miroir car le tube a beaucoup chauffé à cet endroit du fait de la conduction de chaleur du miroir vers le tube, ce qui explique le faible flux de chaleur reçu par rayonnement par le tube (q_r) à cet endroit. Le flux augmente avec la distance au miroir sur les cinq premiers millimètres car la température du tube décroît avec la distance au miroir. Après 5 mm, le flux se stabilise puis commence à diminuer après 10 mm car l'augmentation de ΔT est compensée par l'augmentation de la distance au miroir.

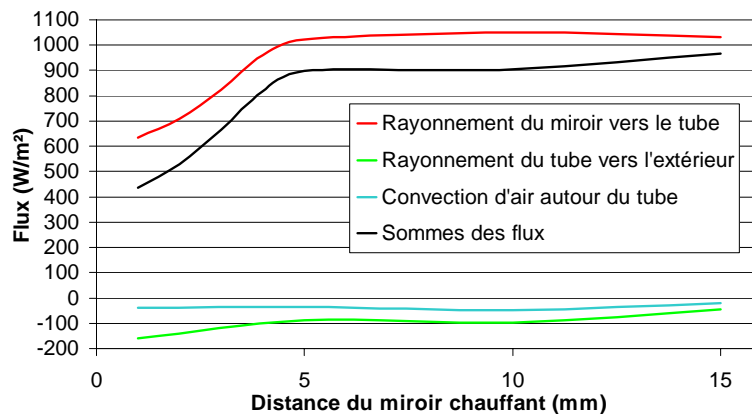


Figure 2.40 – Estimation du flux reçu ou perdu par la surface externe du tube par rayonnement et par convection à la fin de la phase de chauffage

D'autre part, la température de l'air au contact du tube a, elle aussi, augmenté lors du chauffage mais de façon différente à la variation de température du tube du fait de la circulation d'air qui se crée autour du tube. Les flux de chaleurs radiatif du tube vers l'extérieur et convectif perdus par le tube en fin de chauffage ont pu être estimés à partir de la température mesurée à 1 mm sous la surface

(assimilé à la température du tube) et de la température mesurée près de la surface des tubes (assimilée à la température de l'air) donnée par la figure 2.18b.

Ces flux sont représentés sur la figure 2.40. La chaleur perdue par convection est quasi constante et reste très faible comparé au flux reçu par rayonnement (de l'ordre de 30 W/m² pour la convection et de 1000 W/m² pour le rayonnement). Le flux perdu par rayonnement vers le milieu environnant est légèrement plus important que le flux convectif (entre 160 et 40 W/m² suivant la distance au miroir) mais reste faible par rapport au flux reçu par le tube.

Le flux global reçu par les parois du tube est de l'ordre de 900 à 1000 W/m² à des distances supérieures à 5 mm du plan de soudage et diminue pour des distances plus petites.

Finalement, l'estimation des flux reçus et perdus par le tube initialement et en fin de chauffage permet d'avoir une idée de leur ordre de grandeur au cours des deux premières étapes du procédé.

Le flux global reçu par le tube en fin de chauffage est toujours positif, c'est-à-dire que le tube a tendance à être chauffé et non refroidi par les échanges de chaleurs qui ont lieu sur les surfaces du tube. Ce flux global est assez proche de celui reçu par rayonnement.

Ces résultats montrent que le rayonnement joue un rôle non négligeable au cours du chauffage de la matière, on ne peut donc pas le négliger devant la conduction au contact du tube.

2.7 Essais de résistance mécanique des soudures

Des essais mécaniques préliminaires ont été lancés sur des soudures obtenues dans les différentes conditions de soudage décrites dans le paragraphe 2.3. Il s'agit d'essais à plus ou moins long terme permettant de tester la résistance des soudures sous différents modes et niveaux de sollicitations. La plupart de ces expérimentations sont en cours de réalisation au moment de la rédaction de ce manuscrit.

2.7.1 L'essai dit "à la virole"

Cet essai est couramment utilisé dans le domaine gazier et notamment par la Direction de la Recherche pour comparer la résistance à la fissuration lente des différentes familles de PE utilisés sur les réseaux [20, 24]. Il est appliqué ici pour évaluer la résistance à la fissuration lente de la soudure.

Une ogive, dont le diamètre externe est supérieur au diamètre interne du tube, est insérée à l'intérieur des tubes soudés à l'aide d'une presse. Au préalable, le cordon de soudure interne aux tubes a été retiré de façon à permettre le passage de l'ogive.

Pour réaliser l'essai, des tubes soudés d'environ 25 cm de long ont été utilisés. Le plan de soudage est situé à environ 4cm de l'extrémité du tube, par laquelle la virole est insérée.

Une pré-entaille de 10 mm de profondeur est faite dans le sens de l'axe du tube (perpendiculairement à la soudure) à l'aide d'une lame de rasoir afin d'initier la fissuration. L'éprouvette est placée dans un

milieu tensio-actif à 80°C (Eau +AlkylBenzenSulphonate) de manière à déclencher une fissuration lente dans des délais réduits.

La figure 2.41 représente les tubes soudés dans lesquels une virole a été placée ainsi que la pré-entaille d'amorce de la fissuration.

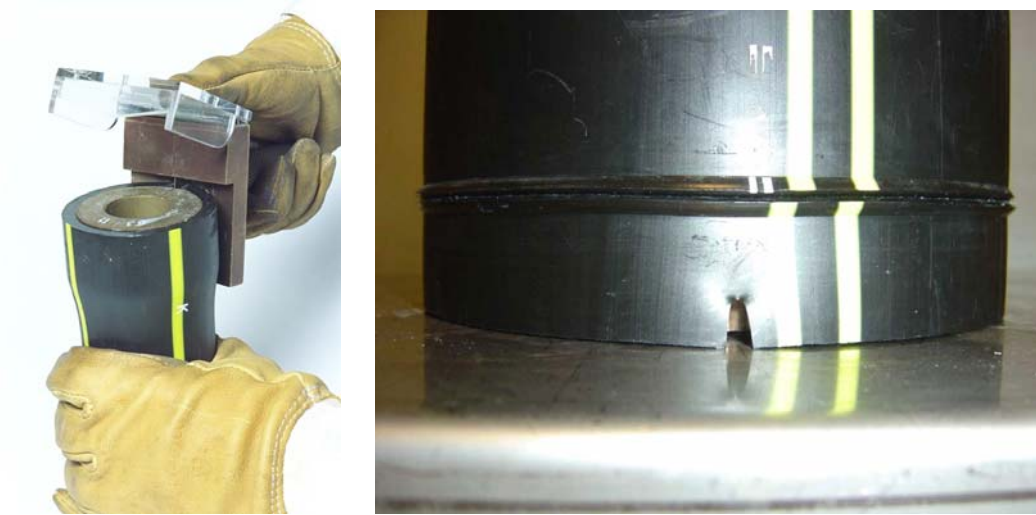


Figure 2.41– Tubes soudés contenant une virole et entaille d'amorce de fissuration

L'ogive assure une déformation constante ε du tube d'environ 12%. Son diamètre est déterminé de la façon suivante :

$$\varepsilon = 100 \frac{D_2 - D_1}{D_1} \quad (\text{en } \%) \quad (2.22)$$

où D_1 et D_2 sont respectivement les diamètres interne du tube et externe de la virole.



Figure 2.42 : Résultats de l'essai à la virole sur une soudure réalisée à pression nulle

Après une période d'initiation plus ou moins longue selon la famille de PE et les conditions d'extrusion du tube, la fissuration lente démarre au niveau de la pointe de la pré-entaille. La vitesse d'avancée de la fissure dans la zone calibrée de déformation initiale est mesurée à intervalles réguliers

et notamment au passage de la soudure afin de détecter une éventuelle modification de la vitesse à la traversée de la zone de soudage.

Les premiers résultats obtenus montrent que l'assemblage réalisé à pression nulle présente une zone de fragilité au niveau du plan de soudage révélée clairement par une bifurcation de la fissure dans ce plan plutôt qu'une traversée de celui-ci. La figure 2.42 illustre ce phénomène.

2.7.2 L'essai de fissuration en fluage

Sur la base d'un essai japonais, l'essai "FNCT" (Full Notch Creep Test) a été retenu et mis en oeuvre au début des années 90 par la Direction de la Recherche initialement à des fins d'évaluation de la résistance à la fissuration lente des différentes familles de PE [24, 25]. Au terme d'une analyse approfondie, Gaz de France a retenu la géométrie cylindrique contrairement à la géométrie carrée proposée au niveau normatif [26].

Cet essai peut-être adapté avantageusement et aisément à l'étude des soudures bout à bout, comme l'ont montré les auteurs japonais au début des années 90.

Le principe consiste à soumettre une éprouvette ayant la forme d'un jonc cylindrique de 8 mm de diamètre et de 90 mm de long, pré-entailée par une saignée circulaire de 1 mm de profondeur au rayon (figure 2.43), à différents niveaux de contrainte en milieu d'air maintenu à 80°C pour accélérer le phénomène de fissuration.

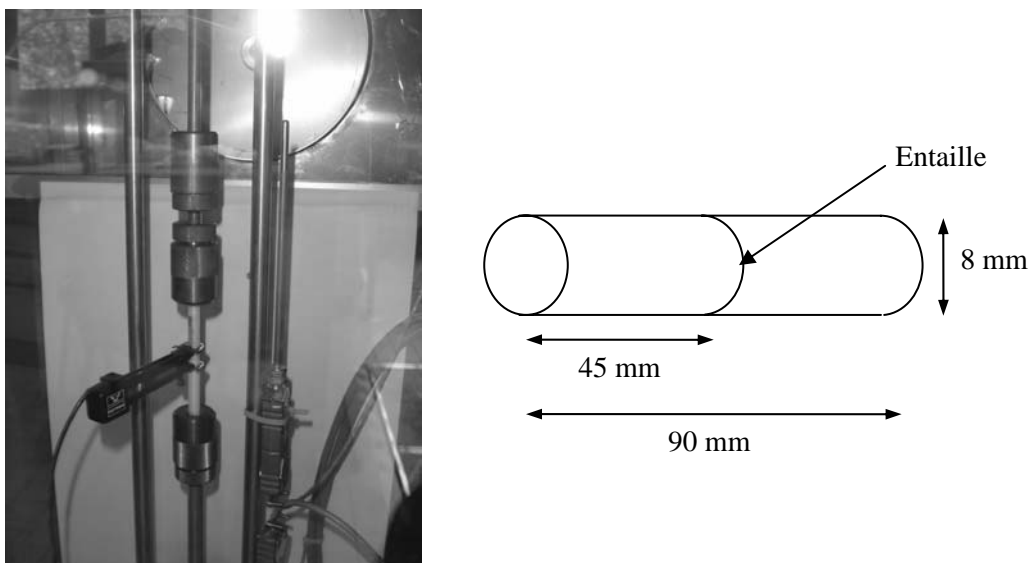


Figure 2.43 – Cellule d'essai et échantillon utilisés pour les essais de fissuration en fluage (FNCT)

Le déplacement dû au fluage de l'éprouvette puis à la propagation de la fissure depuis la pré-entaille est mesuré localement autour de l'entaille par un extensomètre à pinces de 10 mm d'écartement initial (L_0). Une courbe Déplacement-Temps est tracée pour chaque niveau de contrainte, jusqu'à rupture de l'éprouvette en 2 parties. Deux grandeurs principales peuvent être déduites de ces mesures : le temps de déclenchement de la fissuration ainsi que la durée de rupture de l'assemblage.

Pour le cas particulier des assemblages bout à bout, la saignée circulaire est réalisée précautionneusement au niveau du plan de soudage après avoir retiré le bourrelet de soudure par usinage.

Les premiers résultats obtenus au moyen de cet essai montrent que les temps de rupture sont très différents selon les conditions imposées lors du soudage. Dans le cas de l'assemblage réalisé à pression nulle, les temps de rupture obtenus par cet essai sont très courts (environ 16h) indiquant une fragilité importante du plan de soudage, comme illustré sur la courbe de la figure 2.44.

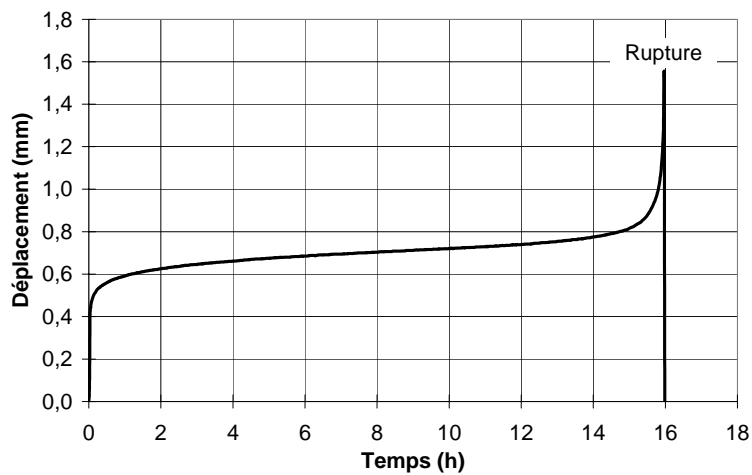


Figure 2.44 – Courbe FNCT sur assemblage réalisé à pression de soudage nulle et faciès de rupture associé

2.7.3 L'essai en pression hydraulique

L'essai en pression hydraulique consiste à appliquer une pression à l'intérieur d'un tube et à mesurer la durée écoulée jusqu'à la rupture et ce pour différents niveaux de pression et de température. C'est la résistance à long terme à la pression interne qui est déterminée par ce type d'essai [5, 27, 28]. L'essai est appliqué aisément au cas des assemblages soudés.

Ainsi, les éprouvettes utilisées sont des assemblages soudés d'une longueur totale d'environ 160 cm (80 cm de chaque côté de la soudure) auxquels on soude des bouchons à chaque extrémité afin de les rendre complètement étanches. De l'eau est alors injectée à l'intérieur des tubes pour créer une pression interne et les éprouvettes sont plongées dans un bain d'eau à 80°C.

On impose une contrainte circonférentielle ($\sigma_{\theta\theta}$) de 5 MPa dans les éprouvettes. Ce niveau de contrainte est fonction de la famille de PE testée [5]. On obtient alors la pression interne (P_i) avec l'équation suivante :

$$P_i = \frac{\sigma_{\theta\theta} \times 20 \times e_{\min}}{(D_m - e_{\min})} \quad (2.23)$$

où D_m et e_{\min} sont respectivement le diamètre moyen et l'épaisseur minimale du tube.

Dans ces conditions, la pression interne appliquée est d'environ 10 bars. La soudure est estimée comme étant de bonne qualité à partir du moment où elle tient plus de 1000h dans les conditions accélérées de l'expérience. Cette durée minimale se traduit à long terme, aux températures et pressions d'utilisation, par une durée de vie supérieure à 50 ans hors coefficient de sécurité.

Les résultats préliminaires obtenus révèlent la fragilité du plan de soudage de l'assemblage réalisé à pression nulle dont le temps de rupture est inférieur à 10h dans les conditions de l'essai. Ces résultats confirment ceux obtenus par l'essai à la virole d'une part et ceux obtenus par l'essai FNCT d'autre part et mettent très clairement en évidence l'influence de la pression de soudage sur la qualité de la soudure.

La figure 2.45 montre le résultat de l'essai en pression hydraulique réalisé sur l'assemblage à pression de soudage nulle.



Figure 2.45 – Rupture en pression hydraulique (80°C / 5 MPa) dans le plan de soudage de l'assemblage réalisé à pression nulle

2.8 Conclusion

Le procédé de soudage bout à bout a été analysé en détail dans le but de bien comprendre les phénomènes intervenant dans la formation de la soudure. Pour cela, la forme du bourrelet ainsi que sa formation au cours du soudage ont été observées et des mesures de pression, température et déplacement ont été réalisées. Des études ont ensuite été faites sur les soudures obtenues dans différentes conditions de soudage afin d'en connaître davantage sur leurs microstructures et leurs résistances à différentes sollicitations.

L'étude de la forme des bourrelets a mis en évidence des différences notables de taille des cordons de soudure en fonction des conditions de soudage. La quantité de matière éjectée est plus importante lorsque la pression appliquée est grande ou lorsque la température du miroir est élevée. A l'inverse, une petite pression et une faible température de miroir entraînent la création de petits bourrelets. Par ailleurs, la gravité influe sur la forme des bourrelets. Le cordon de soudure orienté vers le sol est en effet légèrement plus développé par rapport au bourrelet des parties supérieures du tube.

Le film réalisé durant la formation de la soudure montre que le bourrelet se développe durant toutes les phases du soudage, même lorsque la pression appliquée est très faible. La dilatation thermique du polymère joue donc un rôle important dans la formation du bourrelet.

Les mesures de pression permettent de se situer au cours du procédé car chaque phase est caractérisée par une pression propre. Ces mesures révèlent des oscillations d'environ 10% de la pression imposée au cours des différentes étapes du fait de la régulation du vérin hydraulique.

Des mesures de températures ont été réalisées à plusieurs emplacements. La température du polymère à l'interface miroir/tube et au centre de la paroi du tube à différentes distances du plan de soudage ont été enregistrées et serviront à la validation de la simulation numérique du procédé. La température du polymère proche de l'interface atteint 211°C en fin de chauffage pour une température de miroir de 220°C et la couche de polymère fondu à cet instant est comprise entre 3 et 4 mm.

Les mesures de températures en surface du tube et à 1 mm sous la surface ont pour intérêt de déterminer les conditions aux limites thermiques sur les surfaces du tube en fonction de la distance au plan de soudage. Les températures enregistrées au niveau de la surface interne du tube sont supérieures de 5 à 10°C à celles de la surface externe car le miroir, en contact avec le tube, empêche l'entrée d'air froid à l'intérieur du tube et le tube rayonne vers lui-même.

Les mesures de déplacement des tubes révèlent un écartement des tubes d'environ 50 μm au cours de la phase d'égalisation malgré la pression appliquée. La principale cause de ce déplacement est probablement la dilatation thermique de la matière qui est capable de contrecarrer la pression, la matière n'étant pas encore assez fluide pour être éjectée dans le bourrelet.

Au cours du chauffage, la matière se fluidifie suffisamment pour être éjectée latéralement malgré la faible pression appliquée (inférieure à 0,01 MPa), ce qui se traduit par une avancée des tubes d'environ 25 μm .

Au début de la phase de soudage, les tubes se rapprochent rapidement entraînant l'éjection de la couche de polymère fondu vers le bourrelet. Celui-ci termine sa formation dans les premières secondes de l'étape (entre 25 et 50s suivant les conditions de soudage), puis le déplacement se stabilise.

Les oscillations de pression dues à la régulation du vérin hydraulique peuvent avoir des conséquences sur le déplacement des tubes dans un nombre restreint d'essais (environ 10%).

La modification des conditions de soudage provoque des modifications de l'amplitude du déplacement. Une température de miroir élevée ou une pression importante augmentent le déplacement au cours du soudage alors que les conditions inverses diminuent le déplacement. Ces résultats sont en concordance avec les tailles des bourrelets : un grand déplacement équivaut à un grand bourrelet.

Des études ont été réalisées pour caractériser la soudure. L'essai dit du "sèche-cheveux" a mis en évidence des microstructures différentes au niveau de la soudure se traduisant par un affaissement de la matière à une température proche mais inférieure à la température de fusion. Une région de forme ovoïdale apparaît au centre de la soudure qui semble correspondre à la zone qui a subi un refroidissement lors du retrait du miroir et dans laquelle les déformations sont les plus faibles au cours de la phase de soudage.

Des mesures de DSC ont été faites pour tenter de voir des différences de taux de cristallinité entre les différents endroits de la soudure. Les résultats n'ont pas été très concluants car les taux de cristallinité ne varient pas beaucoup d'une position à l'autre. Il est possible qu'une des raisons à cela soit la taille importante des échantillons au regard de la largeur de la soudure.

Une étude des transferts thermiques a permis d'estimer les flux de chaleur reçus par les parois du tube en fonction de la distance au plan de soudage. Sur les 15 premiers millimètres à partir du plan de soudage, le flux global reçu par la matière est de l'ordre de 900 à 1000 W/m². Ceci démontre que le rayonnement du miroir vers le tube joue un rôle non négligeable et qu'il faudra en tenir compte lors de la modélisation du soudage.

Des essais à long terme de résistance des soudures ont été lancés afin de pouvoir déterminer le lien entre les conditions de soudage et la tenue des soudures à différentes sollicitations. Seuls les assemblages réalisés avec une pression nulle ont abouti. Les essais montrent la fragilité des soudures réalisées dans ces conditions mettant en évidence la nécessité d'une pression minimum pour obtenir des soudures résistantes.

Bibliographie

- [1] Dewitt R. “High performance PE compounds for safer gas and water transportation”. *Proceedings of the Plastic Pipes VIII*, C2/2-1, Köningshof–near-Eindhoven, Netherlands, September 21-24, 1992
- [2] NF 114 – LM 38. “Marque NF tubes en polyéthylène – Liste des matières admises”, Mars 2003
- [3] Meurer B., “Analyse d’une série de résines à base de polyéthylène”, rapports d’essais campagnes 2004 et 2005
- [4] Gueugnaut D., Rousselot D., Darut A. “Using high load melt flow rate measurements and their relationship with molecular weights to better understand the behavior of the PE resins”. *Proceedings of the Plastics Pipes XII*, Baveno (Mi), Italie, April 19-22, 2004
- [5] EN 1555. “Systèmes des canalisations en plastiques pour la distribution de combustibles gazeux – Polyéthylène (PE) ”
- [6] ISO 4437. “Canalisations en polyéthylène (PE) pour réseaux de distribution de combustibles gazeux – série métrique – spécifications”
- [7] Solvay Polyolefins Europe, “Eltex® high density polyethylene”, Br 1496 c-B-2.0-0397
- [8] DVS 2207-1. “Welding of thermoplastics : Heated tool welding of pipes, pipeline components and sheets out of PE-HD”, Août 1995
- [9] AFNOR, ISO 11414:1996. “Plastics pipes and fittings. Preparation of polyethylene (PE) pipe/pipe or pipe/fitting test piece assemblies by butt fusion”, Juin 1996
- [10] Water Industry Specification, WIS 4-32-08. “Specification for the fusion jointing of polyethylene pressure pipeline systems using PE80 and PE100 materials”, Avril 2002
- [11] Rieuneau C., Even C. et Pieton A., “Récapitulatif des spécifications ou normes concernant le soudage bout à bout”, Gaz de France, Direction de la Recherche, 2003
- [12] Sèvre B., Schaer A., Pieton A., Rieuneau C. et Bel V., “Mise à jour des spécifications pour le soudage bout à bout de tubes et d’accessoires gaz en PE de diamètre 125 mm à 315 mm”, Gaz de France, Direction de la Recherche, 2003
- [13] Sèvre B., Schaer A., Pieton A., Rieuneau C. et Bel V., “Mise à jour des spécifications pour l’évaluation d’une machine souder bout à bout”, Gaz de France, Direction de la Recherche, 2003
- [14] Sauron J. “Plastifuse – Mode d’emploi”, Notice 97 J.S 067, J.SAURON S.A., 1997

-
- [15] Saint-Royre D., Gueugnaut D., Reveret D. “Test methodology for the determination of optimum fusion welding conditions of polyethylene”. *Journal of Applied Polymer Science*. 38:147 ; 1989
- [16] Gueugnaut D., Nussbaum M. “Characterization of PE welding mechanisms. Application to electro-welding”. *Proceedings of the 1989 International Gas Research Conference*, Tokyo (Japan), November 6-9, 1989
- [17] “Kenndaten für die Verarbeitung thermoplastischer Kunststoffe. Teil 1 : Thermodynamik”. Editions Carl Hanser Verlag. München Wien, 1979
- [18] Gueugnaut D., Wackernie P., Forgerit JP. “Infrared microspectrometric of the thermal history of fusion welding of polyethylene”. *Journal of Applied Polymer Science*. 35:1683 ; 1988
- [19] Gueugnaut D., Rousselot D. “The modified stepwise isothermal segregation technique as a mean to detect fabrication drifts of polyethylene resins”. *Proceedings of the International Plastic Pipe Symposium*, pp.185, Lake Buena Vista (FLA), USA, October 20-23, 1997
- [20] Gueugnaut D., Rousselot D., Darut A. “The modified stepwise isothermal segregation technique as a mean to detect batch-to-batch variations in polyethylene”. *Proceedings of the Plastics Pipes IX*, pp.107, Edinburgh (Scotland), UK, September 18-21, 1995
- [21] Gueugnaut D., Rousselot D. “Temperature-induced modifications of polyethylene resins during slow crack growth testing”. *Proceedings of the 16th International Plastic Fuel Gas Pipe Symposium*, pp.113, New Orleans (LA), USA, November 1-4, 1999
- [22] Siegel R., Howell J. “Thermal radiation heat transfer”. Fourth Edition. New-York : Taylor & Francis, 2002
- [23] Agassant JF., Avenas P., Sergent JP., Vergnes B., Vincent M. “La mise en forme des matières plastiques”. 3^e édition. Tec et Doc Lavoisier, 1996
- [24] Gueugnaut D., Berthier F., Rousselot D. “Using alkylbenzene sulphonates-based chemicals to go over the unefficiency of the current surfactants and to get more rapid and reliable evaluation of E.S.C. resistance of PE resins”. *Proceedings of the 17th International Plastic Fuel Gas Pipe Symposium*, 02-PPS-35, pp.291, San Francisco (CA), USA, October 20-23, 2002
- [25] Ouâkka A., Dang Van K., Gueugnaut D., Blouet P. “An assessment of the defects damages in polyethylene gas pipes”. *Proceedings of the 10th International Conference on Deformation, Yield and Fracture of Polymers*, pp.557, Cambridge (UK), April 7-10, 1997
- [26] ISO DIS 16770-3. “Plastics-Determination of Environmental Stress Cracking (ESC) of polyethylene (PE)-Full Notch Creep Test (FNCT)”, 2002
-

- [27] NF EN ISO 9080. “Systèmes de canalisations et de gaines en matières plastiques-Détermination de la résistance hydrostatique à long terme des matières thermoplastiques sous forme de tubes par extrapolation”, Juillet 2003
- [28] NF EN 921. “Systèmes de canalisations plastiques-Tubes thermoplastiques-Détermination de la résistance à la pression interne à température constante”, Mars 1995

Chapitre 3

Caractérisation de la matière

3.1 Introduction

Le procédé de soudage bout à bout est fortement dépendant du matériau utilisé. En effet, la formation de la couche de polymère fondu et le déplacement de matière entraînant le développement du cordon de soudure sont tributaires des caractéristiques thermiques et du comportement rhéologique du polyéthylène utilisé. Il est donc indispensable de bien connaître le matériau utilisé pour pouvoir comprendre les mécanismes du soudage. De plus, la caractérisation de la matière est nécessaire pour la modélisation de la déformation du polymère qui sera abordée aux chapitres 4 et 5.

Au cours du soudage bout à bout la matière est présente à l'état solide et à l'état liquide dont les comportements rhéologiques sont très différents. Entre les deux états, il existe une zone de transition liquide/solide relativement complexe dans laquelle le matériau a un comportement hybride entre solide et liquide. Pour caractériser cette transition il est nécessaire de connaître les cinétiques de cristallisation et de fusion, c'est pourquoi une loi de cristallisation et une loi de fusion seront déterminées pour le polyéthylène étudié. La détermination d'une loi de cristallisation a souvent été réalisée dans le passé, ce qui n'est pas le cas pour la fusion.

D'autre part, le chauffage entraîne une augmentation du volume de la matière, particulièrement au cours de la transition liquide/solide. Dans le chapitre 2 nous avons mis en évidence l'importance de ce phénomène au cours de la formation du bourrelet. Ainsi, l'étude de la dilatation thermique du phénomène est incontournable pour la compréhension et la modélisation du soudage.

Ce chapitre est organisé de la façon suivante :

- détermination des cinétiques de cristallisation et de fusion qui seront utilisées pour traiter la transition liquide/solide,
- détermination des lois thermo-rhéologiques à l'état liquide et à l'état solide,
- détermination du comportement au cours de la transition en utilisant les lois de cristallisation et de fusion,
- étude de la dilatation thermique du polyéthylène

3.2 Cinétique de cristallisation

3.2.1 La cristallisation

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

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

Le comportement de la matière (loi rhéologique, dilatation thermique) et la formation de la soudure sont intimement liés à la température et à la cristallisation. La modélisation des caractéristiques de la matière sera donc basée sur l'évolution du taux de cristallinité lors du refroidissement décrite dans ce paragraphe.

3.2.2 Les modèles de cinétiques de cristallisation

Il existe plusieurs modèles permettant de déterminer l'évolution de la fraction de polymère transformé en entités semi-cristallines en fonction du temps dans le cas des cristallisations isothermes, et en fonction de la température dans le cas des cristallisations anisothermes.

Ces théories permettent de calculer le taux de transformation α qui est le rapport entre le volume transformé et le volume total de l'échantillon. De manière générale, il s'écrit de la façon suivante :

$$\alpha(t) = 1 - \exp[-E(t)] \quad (3.1)$$

où $E(t)$ est le nombre moyen d'entités semi-cristallines ayant atteint un point quelconque du volume entre les instants 0 et t.

Le taux de cristallinité, X_C , est défini comme suit :

$$X_C(t, T) = X_{C\infty} \cdot \alpha(t, T) \quad (3.2)$$

Où $X_{C\infty}$ est le taux de cristallinité maximal atteint par la matière après solidification. Ce taux est de l'ordre de 55 à 70% pour les polyéthylènes utilisés sur les réseaux de distribution de gaz.

3.2.2.1 La cristallisation isotherme

La cristallisation isotherme est modélisée par la théorie d'Avrami-Evans [1-4] qui considère que la fréquence d'activation des germes q et la vitesse de croissance des entités semi-cristallines G sont constantes. Le taux de transformation s'écrit alors sous la forme :

$$\alpha(t) = 1 - \exp\left[-K_{Avrami}(T)t^n\right] \quad (3.3)$$

où n est l'exposant d'Avrami et K_{Avrami} est la constante d'Avrami.

La valeur de l'exposant d'Avrami dépend des caractéristiques géométriques et de la croissance des entités semi-cristallines. Le tableau 3.1 récapitule ces valeurs dans les cas extrêmes de germination : la germination instantanée pour laquelle la fréquence d'activation des germes est élevée et tous les germes commencent à croître dès l'instant initial ; et la germination sporadique pour laquelle la fréquence d'activation des germes est faible et les germes commencent à croître les uns après les autres tout au long de la cristallisation.

Géométrie	Germination sporadique	Germination instantanée
Sphères	4	3
Disques parallèles	3	2
Bâtonnets parallèles	2	1

Tableau 3.1 – Valeur de l'exposant d'Avrami en fonction de la géométrie et du type de croissance des entités semi-cristallines

En réalité, les valeurs de l'exposant d'Avrami sont rarement entières pour plusieurs raisons :

- la germination n'est pas souvent totalement sporadique ou instantanée,
- les germes ne sont pas toujours répartis uniformément,
- la vitesse de croissance des entités semi-cristallines n'est pas constante jusqu'à la fin de la cristallisation,
- le modèle d'Avrami-Evans suppose que dans le volume transformé, la cristallisation est terminée et ne tient donc pas compte de la cristallisation secondaire.

3.2.2.2 La cristallisation à vitesse de refroidissement constante

La cristallisation à vitesse de refroidissement constante est modélisée par la théorie d'Ozawa [5]. Dans ce cas, la fréquence d'activation des germes q et la vitesse de croissance des entités semi-cristallines G ne sont pas constantes. Cependant la théorie s'appuie sur l'hypothèse que ces deux grandeurs varient de la même façon avec la température (hypothèse isocinétique) :

$$\frac{G}{q} = \text{Constante} \quad (3.4)$$

Le modèle d'Ozawa s'écrit de la façon suivante :

$$\alpha(t) = 1 - \exp\left[-\frac{K_{Ozawa}(T)}{\dot{T}^n}\right] \quad (3.5)$$

où K_{Ozawa} est la constante de vitesse d'Ozawa et \dot{T} est la vitesse de refroidissement.

3.2.2.3 La loi de cristallisation utilisée pour la modélisation du soudage bout à bout

Il est possible de déterminer K_{Ozawa} expérimentalement à partir de mesures de cristallisation par DSC à des vitesses de refroidissement constantes (voir paragraphe 3.2.3 pour plus de détails). Cependant, lors du soudage la matière refroidit avec des vitesses qui évoluent dans le temps.

La simulation du procédé permet de calculer des variables sur des incréments de temps pendant lesquels on estime que la température est constante, on peut alors utiliser une loi isotherme du type Avrami-Evans. Des traitements mathématiques doivent être effectuées pour lier les constantes d'Ozawa (que l'on peut déterminer expérimentalement) et d'Avrami (qui servira lors des simulations).

La théorie de Nakamura décrit les cristallisations pour lesquelles le refroidissement est quelconque [6] et [7]. Le modèle s'écrit :

$$\alpha(t) = 1 - \exp\left[-\left(\int_0^t K_{Nakamura}(T) dt\right)^n\right] \quad (3.6)$$

où $K_{Nakamura}$ est la fonction de Nakamura.

A partir des équations (3.5) et (3.6) et en utilisant la relation suivante :

$$dt = -\frac{dT}{\dot{T}} \quad (3.7)$$

il est possible de trouver un lien entre K_{Ozawa} et $K_{Nakamura}$ [8] :

$$K_{Ozawa}(T) = \left(\int_T^{T_0} K_{Nakamura}(\Gamma) d\Gamma\right)^n \quad (3.8)$$

où T_0 est la température de début de transformation.

De même, à température constante, les équations (3.3) et (3.6) donnent la relation entre K_{Avrami} et $K_{Nakamura}$ [8] :

$$K_{Nakamura}(T) = K_{Avrami}^{\frac{1}{n}}(T) \quad (3.9)$$

Finalement, les équations (3.8) et (3.9) permettent d'obtenir la relation entre K_{Avrami} et K_{Ozawa} :

$$K_{Avrami}(T) = \left(-\frac{\partial K_{Ozawa}^{\frac{1}{n}}(T)}{\partial T} \right)^n \quad (3.10)$$

A température constante, l'équation (3.3) peut donc s'écrire sous la forme :

$$\alpha(t) = 1 - \exp \left[- \left(-\frac{\partial K_{Ozawa}^{\frac{1}{n}}(T)}{\partial T} \cdot t \right)^n \right] \quad (3.11)$$

Ce modèle sera utilisé lors de la simulation du procédé. Cependant, le taux de transformation α n'est pas directement calculé avec l'équation (3.11) mais par l'intermédiaire de la variation du taux de cristallinité X_C qui s'écrit comme suit [9, 10] :

$$\frac{\partial X_C}{\partial t} = -n \cdot \frac{\partial K_{Ozawa}^{\frac{1}{n}}(T)}{\partial T} (X_{C\infty} - X_C) \left(\ln \left(\frac{X_{C\infty}}{X_{C\infty} - X_C} \right) \right)^{\frac{n-1}{n}} \quad (3.12)$$

3.2.2.4 Validité de la loi de cristallisation

La loi décrite dans le paragraphe précédent découle des modèles d'Avrami et d'Ozawa. Or, ces lois permettent de représenter uniquement la cristallisation primaire qui est due à la croissance des sphérolites principales. Cependant, dans le cas du polyéthylène étudié, on voit apparaître une cristallisation secondaire qui suit la cristallisation primaire. Elle est due à la cristallisation de la phase amorphe emprisonnée à l'intérieur des sphérolites principales. Ceci se traduit, en DSC, par une courbe de cristallisation présentant une "queue" de cristallisation.

Ainsi, les cinétiques de cristallisation décrites précédemment peuvent diverger de la réalité dans les derniers instants de la cristallisation. Un certain nombre d'auteurs ont tenté de modéliser la cristallisation secondaire en introduisant, dans la majeure partie des cas, une fonction de correction à la théorie d'Avrami [11].

Velisaris et Seferis [12] introduisent deux fonctions d'Avrami distinctes liées en parallèle ou en série. Les paramètres des fonctions d'Avrami sont déterminés à partir d'essais de DSC.

Hillier [13] a également modélisé l'ensemble de la cristallisation à l'aide d'une somme de deux fonctions. La première est une fonction d'Avrami et la seconde est un produit de convolution de la même fonction d'Avrami par une exponentielle décroissante. Ce modèle est essentiellement utilisé pour expliquer les valeurs fractionnaires de n mais pas pour décrire une cristallisation secondaire.

Tobin [14-16] propose une théorie cinétique de transition de phase avec empiètement des sites de croissance. Ce modèle, qui calcule les cristallisations primaire et secondaire, s'accorde bien avec les résultats expérimentaux.

Hinrichs et al. [17] basent leur modèle de cristallisation secondaire sur la notion de cristallinité locale. Chaque point dans la matière ne passe pas instantanément d'un taux de cristallinité zéro à une valeur constante lorsque le front de cristallisation atteint ce point. Leur modèle permet de déterminer un taux de cristallinité relatif qui est identique à celui d'Avrami à des temps courts et qui tend vers 1 moins rapidement qu'avec le modèle d'Avrami pour des temps longs.

Dans le cadre de la présente étude, la loi de cristallisation est essentiellement utilisée pour mieux représenter le comportement rhéologique de la matière lors de la transition liquide/solide. Or, d'après Parant [18], à la fin de la cristallisation primaire la matière s'est suffisamment solidifiée pour ne subir quasiment plus de déformation. Ainsi, seule la cristallisation primaire a été modélisée. Cette hypothèse sera justifiée au cours de l'étude rhéologique du matériau dans les paragraphes 3.4, 3.5 et 3.6.

3.2.3 Détermination expérimentale des paramètres de la loi de cristallisation

Les paramètres de la loi de cristallisation qui sont nécessaires pour calculer le taux de transformation sont d'une part l'exposant d'Avrami, n , et d'autre part la constante de vitesse d'Ozawa, K_{Ozawa} . Une méthode pour déterminer expérimentalement ces paramètres est décrite dans ce paragraphe. Cette méthode est basée sur des essais réalisés par analyse calorimétrique différentielle à différentes vitesses de refroidissement.

3.2.3.1 Mesures effectuées

La caractérisation du polymère en cristallisation a été réalisée à l'aide d'une DSC de type Perkin Elmer DSC 7.

L'étalonnage est réalisé à partir de matériaux de grande pureté dont les températures et enthalpies de fusion sont connues. Dans notre cas il s'agit de l'indium ($T_{\text{fusion}} = 156,6^{\circ}\text{C}$, $\Delta H_{\text{fusion}} = 28,5 \text{ J/g}$) et de l'étain ($T_{\text{fusion}} = 231,9^{\circ}\text{C}$, $\Delta H_{\text{fusion}} = 60,7 \text{ J/g}$).

Des lamelles d'environ $300 \mu\text{m}$ d'épaisseur sont découpées dans les tubes de polyéthylène. A partir de ces lamelles, des pastilles de 6 mm de diamètre sont prélevées à l'aide d'un emporte-pièce métallique

et sont ensuite placées dans des capsules en aluminium. Les échantillons, ainsi préparés, sont placés dans le four de la DSC, chauffés à 200°C avant d'être refroidis à différentes vitesses de refroidissement, 5, 10, 20 et 40°C/min, jusqu'à 0°C. Cette dernière vitesse constitue la limite de précision des mesures car pour des vitesses supérieures, la température de l'échantillon n'a pas le temps de s'homogénéiser et il apparaît des gradients thermiques au sein de la matière qui faussent les résultats. Le choix de ces vitesses a été fait de façon à ce qu'elles se soient de l'ordre de grandeur des vitesses de refroidissement observées lors du soudage. D'après les courbes de température présentées au chapitre 2, les vitesses de refroidissement de la zone fondu sont comprises entre 20 et 60°C/min.

Par ce protocole on peut caractériser le comportement du polymère en cristallisation : la température et l'enthalpie de cristallisation du polymère qui est proportionnelle à la quantité de polymère qui cristallise sur cette plage de température, sont alors obtenues.

Chaque type de mesure est réalisé au moins trois fois par souci de reproductibilité. Pour chaque vitesse une ligne de base est tracée en faisant subir le refroidissement à une coupelle vide ce qui permet, par soustraction de cette courbe à celle de l'échantillon, d'obtenir la puissance réelle absorbée ou dissipée par la matière.

3.2.3.2 Résultats et analyses

Les essais de DSC permettent de tracer la capacité thermique en fonction de la température pour une vitesse de refroidissement donnée (figure 3.1). Ces courbes mettent en évidence l'évolution de la température de cristallisation en fonction de la vitesse de refroidissement. Il est admis que cette température correspond au sommet du pic de cristallisation de la courbe de capacité thermique.

Plus la vitesse de refroidissement est élevée, plus la température de cristallisation est basse. Ainsi, pour les vitesses de refroidissement utilisées les valeurs des températures de cristallisation, T_c , sont les suivantes :

- 5°C/min : $T_c = 118^\circ\text{C}$,
- 10°C/min : $T_c = 116^\circ\text{C}$,
- 20°C/min : $T_c = 114^\circ\text{C}$,
- 40°C/min : $T_c = 110^\circ\text{C}$.

Par intégration des courbes de capacité thermique, on obtient l'enthalpie de cristallisation dissipée en fonction de la température puis l'évolution du taux de cristallinité de la façon suivante :

$$X_c(T) = \frac{\Delta H(T)}{\Delta H_c^{100\%}} \quad (3.13)$$

où $\Delta H(T)$ est l'enthalpie de cristallisation dissipée entre le début de la cristallisation et la température T et $\Delta H_C^{100\%}$ est l'enthalpie de cristallisation obtenue pour un cristal pur. Dans le cas du polyéthylène, cette enthalpie vaut 290 J/g comme cela a été dit au chapitre 2.

L'intégration se fait entre 150°C et 30°C car la cristallisation ne commence jamais à des températures supérieures et on estime qu'à 30°C la quasi-totalité de la transformation s'est produite.

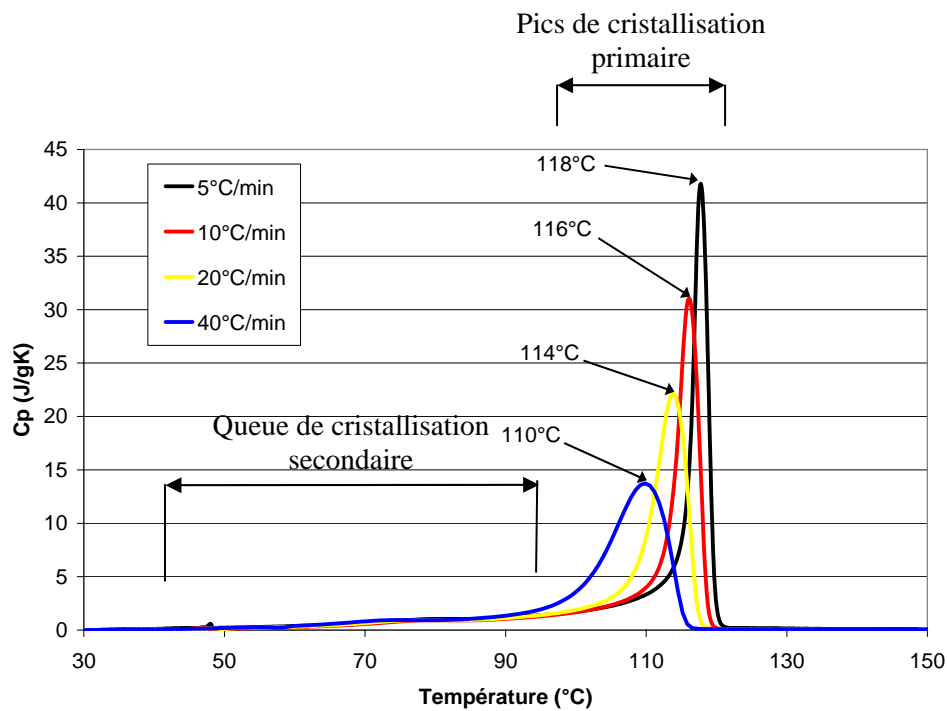


Figure 3.1 – Représentation des courbes de capacité thermique, C_p , obtenues par DSC lors de la cristallisation du polyéthylène étudié en fonction de la température et de la vitesse de refroidissement

La figure 3.2 représente l'évolution du taux de cristallinité en fonction de la température et de la vitesse de cristallisation. Il apparaît que le taux de cristallinité en fin de transformation, X_{C_∞} , diminue de quelques pourcents lorsque la vitesse de refroidissement augmente :

- 5°C/min : $X_{C_\infty} = 70\%$,
- 10°C/min : $X_{C_\infty} = 66,5\%$,
- 20°C/min : $X_{C_\infty} = 64,5\%$,
- 40°C/min : $X_{C_\infty} = 64\%$.

Il est alors possible de déterminer le taux de transformation, α , à l'aide de l'équation (3.2).

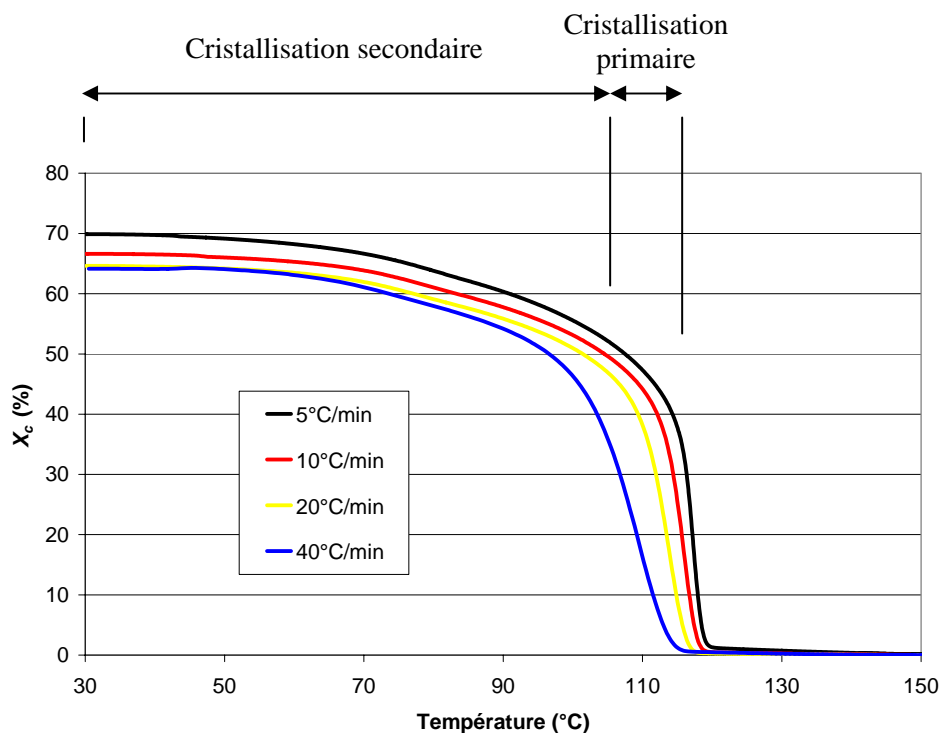


Figure 3.2 – Evolution du taux de cristallinité, X_c , en fonction de la température à différentes vitesses de refroidissement

A partir du modèle d'Ozawa (3.5), il est possible d'obtenir l'expression de $\ln(K_{Ozawa}(T))$:

$$\ln(K_{Ozawa}(T)) = \ln(-\ln(1 - \alpha(T))) + \langle n \rangle \ln(\dot{T}) \quad (3.14)$$

où $\langle n \rangle$ est une valeur moyenne de l'exposant d'Avrami.

D'après l'équation (3.14) ci-dessus, pour chaque température T , $\ln(-\ln(1 - \alpha(T)))$ dépend linéairement de $\ln(\dot{T})$. Les droites obtenues ont des coefficients directeurs qui valent $(-n)$ desquels une valeur moyenne $\langle n \rangle$ peut être calculée. Ces courbes sont représentées sur la figure 3.3 pour des vitesses de refroidissement valant 5, 10 et 20°C/min (les valeurs obtenues à 40°C/min étant imprécises, elles n'ont pas été utilisées) et pour des températures allant de 100 à 130°C.

Un net changement de pente des droites de régression linéaire apparaît entre 110 et 120°C. En effet, en dessous de 110°C il s'agit de la zone de cristallisation secondaire, au-dessus de 120°C la cristallisation n'a pas encore commencé et la zone entre 110 et 120°C correspond à la cristallisation primaire. Ces régions correspondent exactement aux zones de cristallisations dessinées sur la figure 3.2.

Nous voulons déterminer une loi pour la cristallisation primaire. Nous allons donc utiliser les courbes correspondant aux températures les plus représentatives de cette zone : il s'agit des courbes à 116 et 117°C. La valeur moyenne du coefficient directeur des deux courbes de régression linéaire obtenues donne $\langle n \rangle = 2,07$.

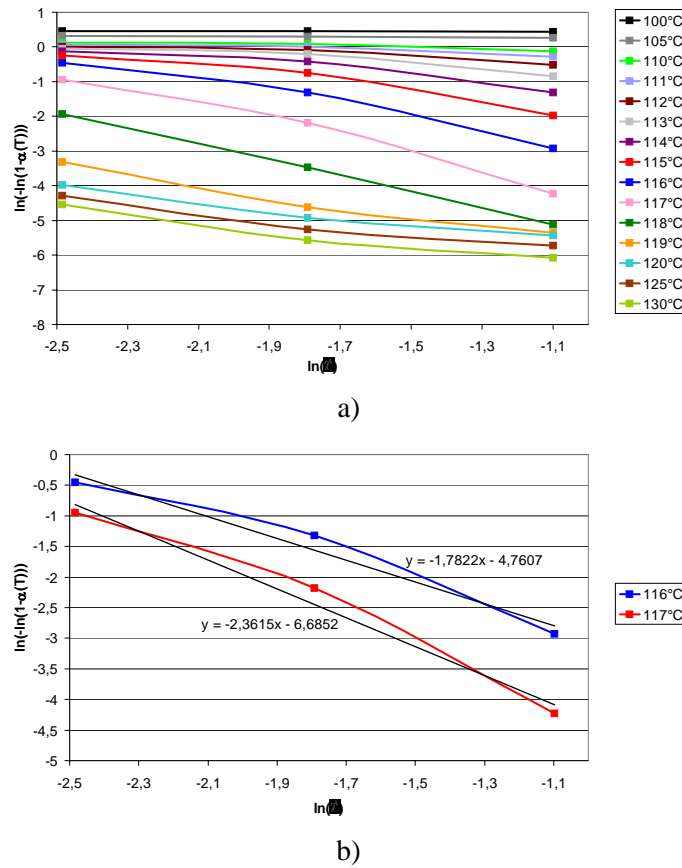


Figure 3.3 – a) Représentation des courbes $\ln(-\ln(1-\alpha(T)))$ en fonction de $\ln(\dot{T})$ à des températures comprises entre 100 et 130°C et à des vitesses de refroidissement de 5, 10 et 20°C/min ;
 b) tracé des droites de régression à 116 et 117°C

L'équation (3.14) permet alors de tracer $\ln(K_{Ozawa}(T))$ en fonction de la température pour différentes valeurs de la vitesse de refroidissement. De la même manière que pour déterminer $\langle n \rangle$, les courbes sont limitées à la zone de cristallisation primaire (entre 110 et 120°C, suivant la vitesse de refroidissement). Les courbes à 5, 10 et 20°C/min ont été utilisées : à 5°C/min, la cristallisation primaire se produit entre 119 et 116°C ; à 10°C/min elle se fait entre 119 et 115°C ; à 20°C/min elle se fait entre 117 et 113°C.

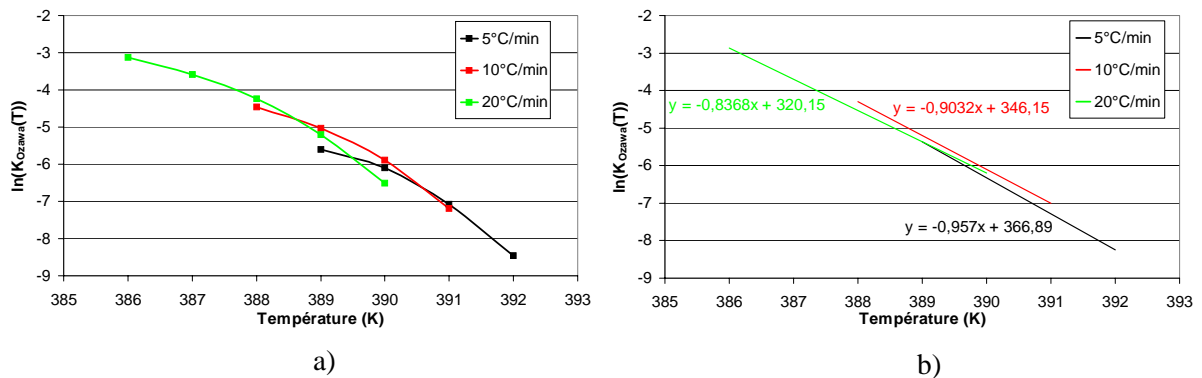


Figure 3.4 – Représentation des courbes $\ln(K_{Ozawa}(T))$ au cours de la cristallisation primaire en fonction de la température à différentes vitesses de refroidissement (a) et droites de régressions (b)

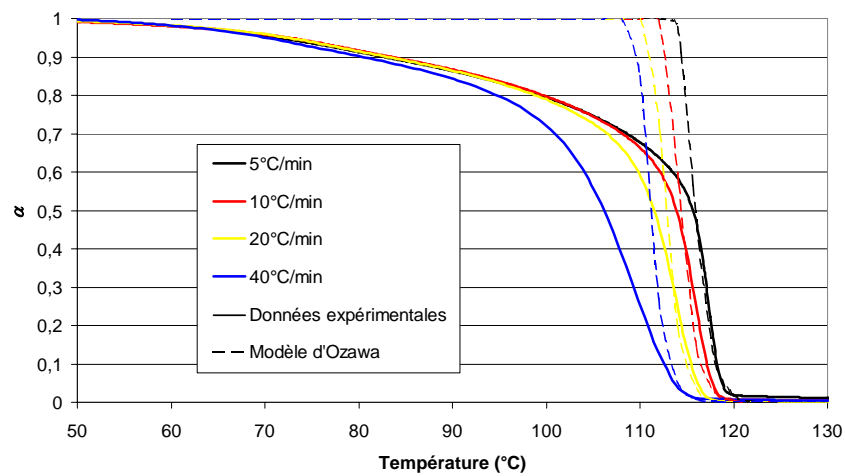
Les courbes obtenues sont quasiment linéaires (voir figure 3.4) et la constante d'Ozawa peut donc s'écrire comme suit :

$$K_{Ozawa} = \exp(AT + B) \quad (3.15)$$

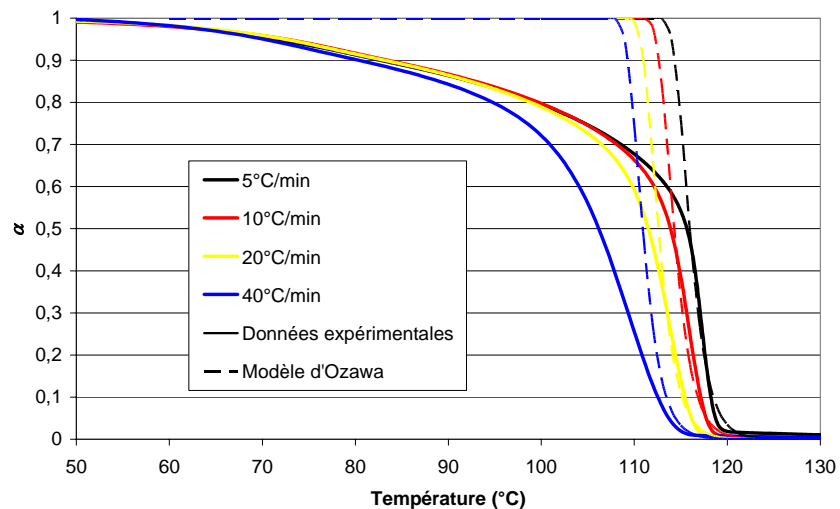
et

$$\frac{\partial K_{Ozawa}^{\frac{1}{n}}(T)}{\partial T} = \frac{A}{n} [\exp(AT + B)]^{\frac{1}{n}} \quad (3.16)$$

où A et B sont des constantes et la température est en K..



a)



b)

Figure 3.5 – Evolution du taux de transformation α en fonction de la température à différentes vitesses de refroidissement. Comparaison entre les valeurs expérimentales et les valeurs du modèle d'Ozawa.
a) paramètres du modèle calculés à partir des mesures, b) paramètres optimisés graphiquement

La forme de la constante d'Ozawa obtenue est la même que celle utilisée par Billon et al. [19]. Les constantes A et B sont respectivement les coefficients directeurs et ordonnées à l'origine moyens des droites de régression des courbes $\ln(K_{Ozawa}(T)) = f(T)$ de la figure 3.4. Les valeurs des constantes sont donc : $A = -0,9$ et $B = 344,5$ (figure 3.4).

La figure 3.5a représente les taux de transformation en fonction de la température obtenus expérimentalement et obtenus avec la loi d'Ozawa (3.5) pour des vitesses de refroidissement de 5, 10, 20, et 40°C/min. Les deux types de courbes se superposent assez bien au début de la cristallisation (entre 115 et 120°C et pour des taux de transformation allant de 0 à 0,5, qui correspond à la zone de cristallisation primaire) pour les courbes à 5, 10 et 20°C/min puisque c'est à partir de ces courbes que les paramètres de la constante d'Ozawa ont été déterminés.

En jouant sur les constantes A , B et n il est possible d'optimiser la loi de cristallisation afin qu'elle représente au mieux la cristallisation primaire. En effet, du fait de la précision des mesures et du choix réduit du nombre de points de mesures utilisés pour le calcul des différents paramètres, ces derniers ne représentent pas de la meilleure façon possible la cristallisation. La figure 3.5b représente le tracé de la loi de cristallisation dont les paramètres sont : $A = -0,74$; $B = 283$ et $n = 1,8$.

Dans ce cas les valeurs expérimentales et calculées coïncident bien mieux dans la zone de cristallisation primaire qu'avec les paramètres calculés précédemment.

3.2.4 Conclusion

Une loi de cristallisation a été déterminée pour le polyéthylène étudié. Cette loi a été obtenue à partir des lois d'Avrami et d'Ozawa et permet de connaître le taux de transformation en fonction du temps et de la température lors du refroidissement.

Cette loi ne représente que la cristallisation primaire qui se produit dans les premiers instants de la transformation pendant lesquels on suppose que la majorité de la solidification a lieu.

Les valeurs théoriques se superposent assez bien aux valeurs mesurées expérimentalement lorsque les paramètres de la loi sont convenablement choisis.

Une loi permettant de représenter la cristallisation de la matière ayant été déterminé, il est à présent nécessaire de déterminer une loi de fusion pour le chauffage de la matière. C'est l'objet du paragraphe suivant.

3.3 Cinétique de fusion

3.3.1 La fusion

Lorsque la matière à l'état solide est chauffée au-dessus d'une certaine température (appelée température de fusion) elle va fondre. La fusion se traduit physiquement par la destruction des cristaux

et par le réarrangement aléatoire des chaînes, c'est-à-dire leur perte d'organisation et d'orientation, pour revenir à un état complètement amorphe.

Comme la cristallisation, la fusion est associée à une température de transition et à une enthalpie de transition qui, dans ce cas, traduit son caractère endothermique.

De la même manière que pour la cristallisation, le comportement de la matière est fortement lié à l'évolution du taux de polymère fondu durant la fusion et il est donc nécessaire de déterminer une loi permettant de décrire cette évolution.

3.3.2 Le modèle de cinétique de fusion

Dans la littérature les travaux s'intéressant à la cinétique de fusion sont moins nombreux que ceux qui traitent de la cinétique de cristallisation.

Czornyj et al. [20] ont déterminé l'évolution du taux de phase liquide à température constante. Cependant, leur modèle nécessite la connaissance de nombreux paramètres dont, notamment, la température du pic de fusion à vitesse de chauffage nulle.

Maffezzoli et al. [21] ont mis au point une cinétique de fusion dont l'évolution du taux de phase liquide dépend de la température suivant une loi du type Arrhénius. Ce modèle a été repris par Ageorges et al. [22] et semble bien représenter la fusion.

Dans la présente étude, la loi utilisée est proche de celle utilisée par Maffezzoli et al. mais a l'avantage d'être similaire à celle utilisée pour la cristallisation ce qui permet d'utiliser le même algorithme pour la simulation de la fusion et de la cristallisation.

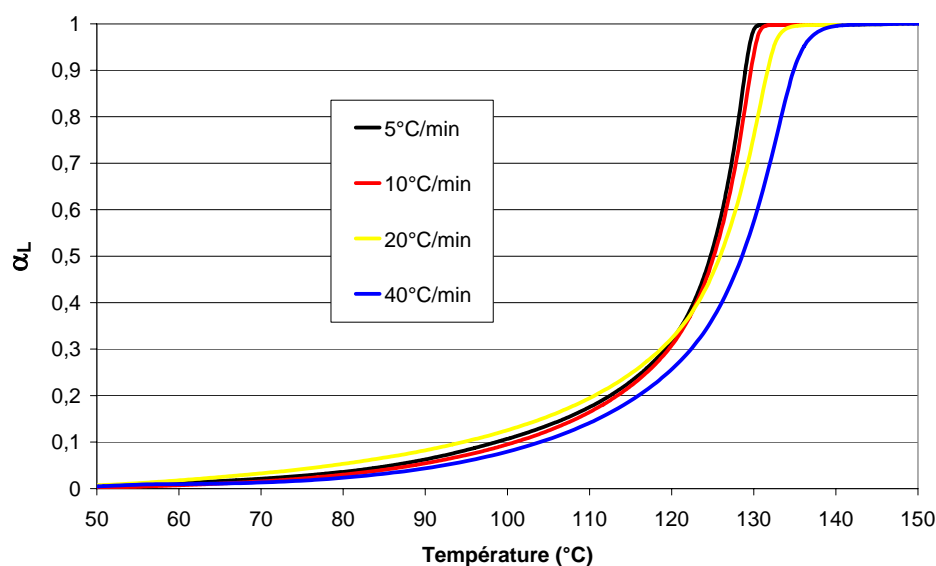


Figure 3.6 – Evolution du taux de transformation lors de la fusion, α_f , en fonction de la température à différentes vitesses de chauffage

Dans le cas de la modélisation du phénomène de fusion c'est le taux de transformation lors de la fusion (ou taux de phase liquide), α_L , qui sera calculé :

$$\alpha_L = 1 - \alpha \quad (3.17)$$

Celui-ci est tracé sur la figure 3.6 en fonction de la température et de la vitesse de chauffage. L'allure des courbes ressemble beaucoup à celle observée lors de la cristallisation : le taux de transformation diffère en fonction de la vitesse de chauffage et la zone de fin de fusion présente une pente plus importante qu'en début de transformation, comparable à la zone de cristallisation primaire.

Ces similarités justifient le choix d'une loi de fusion dont la forme ressemble à la loi d'Avrami. Pour la cristallisation, cette loi a été utilisée pour décrire le début de la transformation. A l'inverse, pour la fusion, on se limitera à la deuxième partie de la transformation qui correspond à la zone où on suppose que la majeure partie de la matière va fondre. La première partie de la fusion ne peut pas être prise en compte par une loi de la même forme que la loi d'Avrami pour les mêmes raisons que la loi d'Avrami ne peut décrire la cristallisation secondaire.

Dans le cas de la fusion, la loi utilisée est :

$$\alpha_L(t) = 1 - \exp\left[-K_{A\text{ fusion}}(T).t^n\right] \quad (3.18)$$

où $K_{A\text{ fusion}}$ est une constante comparable à la constante d'Avrami pour la cristallisation.

En utilisant la relation suivante à la place de l'équation (3.7) :

$$dt = \frac{dT}{\dot{T}} \quad (3.19)$$

Et en suivant un raisonnement identique à celui du paragraphe 3.2.2.3, on obtient :

$$K_{A\text{ fusion}}(T) = \left(\frac{\partial K_{O\text{ fusion}}^{\frac{1}{n}}(T)}{\partial T} \right)^n \quad (3.20)$$

où $K_{O\text{ fusion}}$ est une constante comparable à la constante d'Ozawa pour la cristallisation.

Finalement, la variation du taux de phase liquide α_L s'écrit comme suit :

$$\frac{\partial \alpha_L}{\partial t} = n \cdot \frac{\partial K_o^{\frac{1}{n}}(T)}{\partial T} (1 - \alpha_L) \left(\ln \left(\frac{1}{1 - \alpha_L} \right) \right)^{\frac{n-1}{n}} \quad (3.21)$$

Il est important de préciser que l'exposant n utilisé pour le modèle de cristallisation n'a pas forcément la même valeur que celui utilisé dans le modèle de fusion.

3.3.3 Détermination expérimentale des paramètres de la loi de fusion

Les cinétiques de fusion ont également été mesurées par DSC en utilisant le protocole décrit précédemment pour la cristallisation (paragraphe 3.2.3). Les échantillons ont été chauffés de 0 à 200°C à différentes vitesses de chauffage : 5, 10, 20 et 40°C/min. Le choix de ces vitesses a été fait de façon à ce qu'elles se soient de l'ordre de grandeur des vitesses de chauffage observées lors du soudage. D'après les courbes de température présentées au chapitre 2, les vitesses de chauffage de la zone fondue sont comprises entre 30 et 70°C/min.

Chaque type de mesure est réalisé au moins trois fois par souci de reproductibilité.

Les courbes de capacité calorifique en fonction de la température pour une vitesse de chauffage donnée sont tracées sur la figure 3.7. Ces courbes mettent en évidence l'évolution de la température de fusion en fonction de la vitesse de chauffage. Il est admis que cette température correspond au sommet du pic de fusion de la courbe de capacité calorifique.

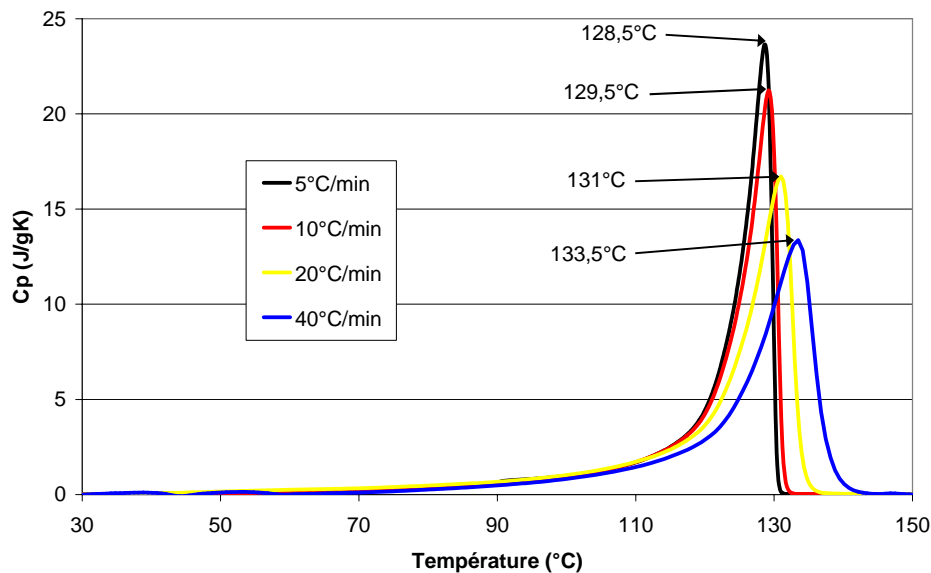


Figure 3.7 – Représentation des courbes de capacité thermique, C_p , obtenues par DSC lors de la fusion du polyéthylène utilisé, en fonction de la température et de la vitesse de chauffage

Plus la vitesse de chauffage est grande, plus la température de fusion est élevée. Ainsi, pour les vitesses de chauffage utilisées les valeurs des températures de fusion, T_f , sont les suivantes :

- 5°C/min : $T_f = 128,5^\circ\text{C}$,
- 10°C/min : $T_f = 129,5^\circ\text{C}$,
- 20°C/min : $T_f = 131^\circ\text{C}$,
- 40°C/min : $T_f = 133,5^\circ\text{C}$.

La constante $K_{O_{fusion}}$ a la même forme que la constante d'Ozawa (K_{Ozawa}) :

$$K_{O_{fusion}} = \exp(A'T + B') \quad (3.22)$$

où A' et B' sont des constantes.

Les constantes A' , B' et n ont pu être déterminées puis ajustées par la même méthode que celle décrite dans le paragraphe 3.2.3.2. Les valeurs qui permettent de faire coïncider au mieux les courbes expérimentales et celles obtenues avec la loi d'Ozawa sont : $A' = 0,3$; $B' = -121,1$ et $n = 0,5$.

Le comparatif entre les valeurs théoriques et expérimentales obtenues pour des vitesses de chauffage de 5, 10, 20, et 40°C/min est présenté sur la figure 3.8. Les deux types de courbes se superposent assez bien en fin de fusion (entre 125 et 130°C, qui correspond à la zone comparable à la cristallisation primaire lors du refroidissement) pour les courbes à 5, 10 et 20°C/min puisque c'est à partir de ces courbes que les paramètres de la loi ont été déterminés. Toute la première partie de la courbe, comparable à la cristallisation secondaire lors du refroidissement, n'est logiquement pas bien représentée par les courbes théoriques puisque la loi de fusion n'est censée représenter que la seconde partie de la transformation.

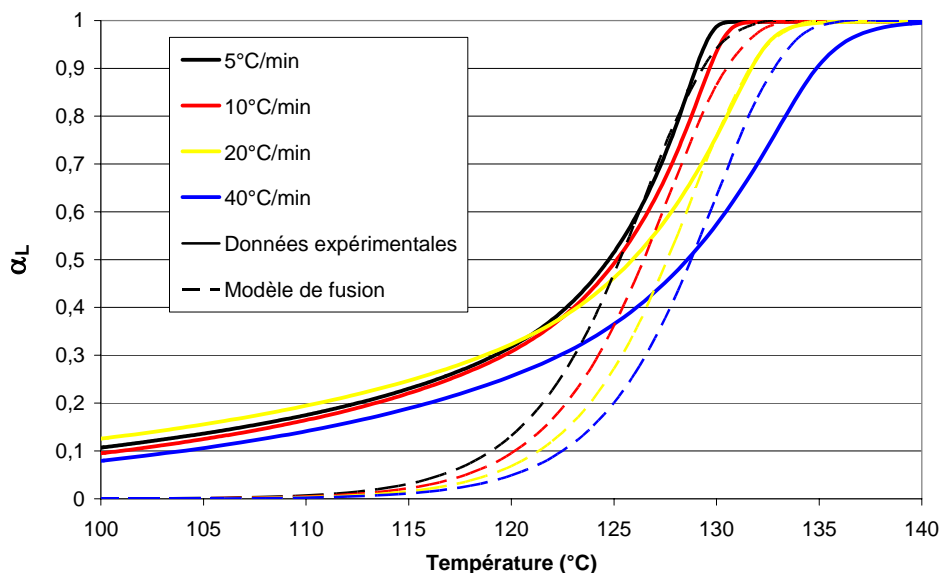


Figure 3.8 – Evolution du taux de transformation α_L en fonction de la température à différentes vitesses de chauffage. Comparaison entre les valeurs expérimentales et les valeurs du modèle de fusion

Malgré tout, dans la dernière partie de la fusion l'accord n'est pas parfait entre la théorie et les mesures, puisqu'au-dessus de $\alpha_L = 0,9$ les courbes théoriques sont assez loin des données expérimentales (sauf pour la courbe à 20°C/min). Les conséquences sur l'évolution de la viscosité au cours de la transition ne seront peut-être pas négligeables (voir paragraphe 3.6).

3.3.4 Conclusion

Une loi de fusion a été déterminée pour le polyéthylène étudié. Cette loi a été obtenue en s'inspirant des lois d'Avrami et d'Ozawa et permet de connaître le taux de transformation en fonction du temps et de la température lors du chauffage.

Cette loi ne représente que la dernière partie de la fusion correspondant à la partie de la transformation pendant laquelle on suppose que la majorité de la fluidification a lieu.

Les valeurs théoriques se superposent assez bien aux valeurs mesurées expérimentalement lorsque les paramètres de la loi sont convenablement choisis.

A présent, nous disposons d'une loi de cristallisation et d'une loi de fusion qui sont nécessaires à l'étude de la transition liquide/solide puisque ce sont elles qui déterminent les gammes de températures sur lesquelles cette transition se produit.

Mais avant d'analyser la transition nous avons besoin de connaître la rhéologie à l'état liquide et à l'état solide de la matière.

3.4 Rhéologie à l'état liquide

Lors du procédé de soudage bout à bout, la matière proche du miroir chauffant fond sur une certaine épaisseur. Du fait de la force appliquée sur les tubes durant les différentes phases, la matière se déplace pour former le bourrelet. Ce déplacement de matière joue donc un rôle prépondérant et il est indispensable de connaître avec précision le comportement rhéologique du polymère afin de comprendre les mécanismes de formation du bourrelet. Cette étude rhéologique, menant à une loi de comportement à l'état liquide, sera *in fine* utilisée pour simuler le procédé.

3.4.1 Principe du rhéomètre

Afin de déterminer une loi de comportement à l'état fondu du polyéthylène utilisé, la rhéométrie dynamique oscillatoire a été utilisée. La méthode consiste à appliquer au matériau une déformation sinusoïdale de faible amplitude et à mesurer la contrainte sinusoïdale résultante.

La déformation sinusoïdale, γ^* , de pulsation ω et d'amplitude γ_0 s'écrit :

$$\gamma^* = \gamma_0 e^{i\omega t} \quad (3.23)$$

Dans le cas d'un corps viscoélastique, la contrainte résultante, σ^* , est aussi sinusoïdale mais présente un déphasage δ compris entre 0 et $\pi/2$ par rapport à la déformation :

$$\sigma^* = \sigma_0 e^{i(\omega t + \delta)} \quad (3.24)$$

où σ_0 est l'amplitude du signal sinusoïdal de la contrainte.

On peut alors définir le module complexe en cisaillement, $G^*(\omega)$, de la façon suivante :

$$G^*(\omega) = \frac{\sigma^*(\omega)}{\gamma^*(\omega)} = G'(\omega) + iG''(\omega) \quad (3.25)$$

$G'(\omega) = \frac{\sigma_0}{\gamma_0} \cos \delta$ est la composante du module en phase avec la déformation, appelé module de conservation car il caractérise l'énergie emmagasinée dans l'échantillon sous forme élastique.

$G''(\omega) = \frac{\sigma_0}{\gamma_0} \sin \delta$ est la composante du module en quadrature de phase avec la déformation, appelé module de perte car il caractérise l'énergie dissipée dans l'échantillon sous forme visqueuse.

La relation suivante peut alors être déduite :

$$\tan \delta = \frac{G''(\omega)}{G'(\omega)} \quad (3.26)$$

$\tan \delta$ est proportionnel au rapport entre l'énergie dissipée et l'énergie emmagasinée. C'est un paramètre important car il est maximal au moment du changement de mécanisme de déformation prépondérant (élastique ou visqueux).

On peut également définir la viscosité complexe pour le polymère fondu, $\eta^*(\omega)$, rapport de la contrainte à la vitesse de déformation :

$$\eta^*(\omega) = \frac{\sigma^*(\omega)}{\dot{\gamma}^*(\omega)} = \eta'(\omega) - i\eta''(\omega) \quad (3.27)$$

où $\dot{\gamma}$ est la vitesse de déformation.

$\eta''(\omega) = \frac{\sigma_0}{\omega \gamma_0} \sin \delta$ est la composante visqueuse de la viscosité complexe.

$\eta''(\omega) = \frac{\sigma_0}{\omega\gamma_0} \cos\delta$ est la composante élastique de la viscosité complexe.

Dans les essais qui suivent c'est le module de la viscosité complexe qui sera étudié afin de déterminer une loi de comportement du matériau. Ce module s'écrit comme suit :

$$|\eta^*| = \sqrt{\eta'^2 + \eta''^2} = \frac{1}{\omega} \sqrt{G'^2 + G''^2} \quad (3.28)$$

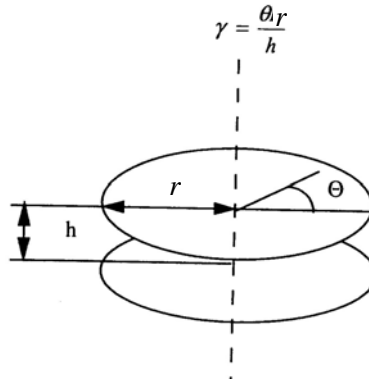


Figure 3.9 – Géométrie de la cellule de mesure du rhéomètre oscillatoire

Les mesures sont réalisées avec un rhéomètre oscillatoire plan-plan, c'est-à-dire que la matière est placée entre deux plateaux circulaires parallèles et on impose le déplacement d'un plateau par rapport à l'autre afin de cisailer l'échantillon (figure 3.9). L'amplitude de la déformation, γ_0 , enregistrée entre deux plans parallèles coaxiaux de rayon r et d'entrefer h est :

$$\gamma_0 = \frac{\theta \cdot r}{h} \quad (3.29)$$

où θ est le déplacement angulaire.

Les grandeurs mesurées par le rhéomètre sont la déformation, le couple résultant ainsi que le déphasage (par traitement des deux premières mesures). Les modules et les viscosités sont alors calculées à partir de ces mesures.

3.4.2 Détermination de la loi de comportement à l'état liquide du polyéthylène utilisé

3.4.2.1 Principe des mesures

Le polyéthylène a été caractérisé en rhéologie oscillatoire plan-plan au CEMEF sur un RMS800 de Rheometrics. L'amplitude de la déformation est fixée à 10% afin de rester dans le domaine

viscoélastique linéaire correspondant à la zone où les modules G' et G'' sont indépendants de la déformation.

Un échantillon de forme circulaire, obtenu à partir de granulés de matière, est placé entre deux plans circulaires de 25 mm de diamètre et est porté à une température supérieure à la température de fusion du matériau. Les mesures ont été faites en refroidissement entre 180 et 110°C. Tous les 10°C, la température de l'échantillon est stabilisée afin de réaliser un balayage en fréquence. La gamme de fréquences [0,1 ; 100] rad/s a été balayée pour huit températures différentes : 110, 120, 130, 140, 150, 160, 170 et 180°C.

L'entrefer initial est de 1,7 mm et le retrait thermique de l'échantillon est compensé en imposant une faible force axiale constante de 0,1 N.

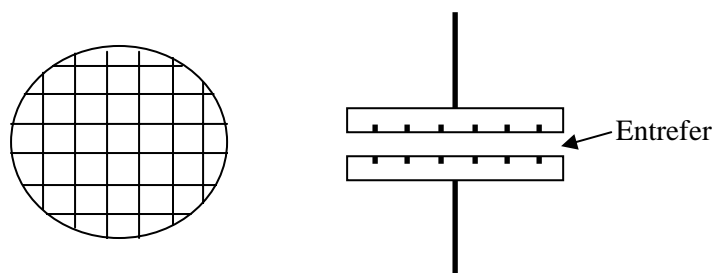


Figure 3.10 – Vue de face et vue de profil de plateaux rainurés pour rhéomètre oscillatoire

A partir de 130°C la matière commence à se solidifier et l'échantillon glisse sur les plateaux rendant les mesures inexploitable. Ainsi, pour avoir des mesures proches de la transition liquide/solide, des plateaux rainurés ont été utilisés. Les rainures sont larges de 500 μm , profondes de 100 μm et espacées de 1,5 mm (voir figure 3.10). L'influence des rainures a été testée en comparant les modules avec ceux obtenus avec des plateaux lisses. Mis à part une légère sous estimation, négligeable, des modules avec les plateaux rainurés, les résultats sont similaires dans le domaine liquide.

3.4.2.2 Loi de comportement

Les évolutions des modules G' et G'' ont pu être tracées en fonction de la pulsation pour des températures allant de 130 à 180°C (figure 3.11).

G'' est supérieur à G' aux basses fréquences (comportement visqueux dominant), le croisement se fait à fréquence plus élevée (comportement élastique dominant).

A partir de ces résultats, le module de la viscosité complexe, $|\eta^*|$, à la température de référence de 130°C (choisie arbitrairement) a pu être tracée en fonction de la pulsation (figure 3.12). Cette courbe permet de déterminer le modèle de viscosité complexe traduisant le comportement du matériau à l'état liquide.

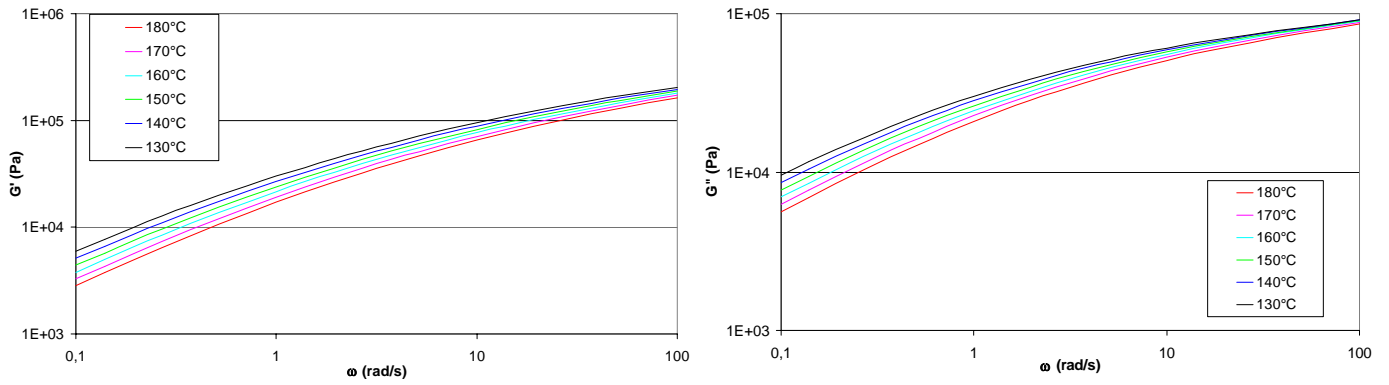


Figure 3.11 – Evolution des modules G' et G'' en fonction de la pulsation pour des températures comprises entre 130 et 180°C

Deux lois de comportement ont été testées pour représenter les courbes de viscosité : la loi puissance et la loi Carreau – Yasuda. La première a l'avantage d'être une loi simple et la seconde permet de prendre en compte le plateau newtonien présent aux basses fréquences.

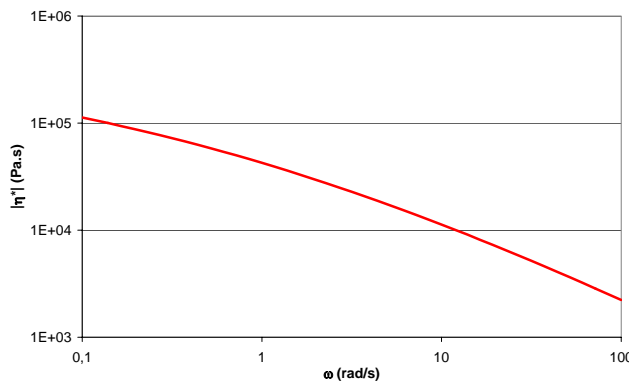


Figure 3.12 – Evolution du module de la viscosité complexe en fonction de la pulsation obtenue expérimentalement pour une température de 130°C

La loi puissance se présente sous la forme suivante :

$$\eta = K|\dot{\gamma}|^{m-1} \quad (3.30)$$

où K est la consistance du matériau et m est l'indice de pseudoplasticité.

La loi de Carreau – Yasuda se présente sous la forme :

$$\eta = \eta_0 \left[1 + (\lambda \dot{\gamma})^a \right]^{\frac{m-1}{a}} \quad (3.31)$$

où λ est un temps caractéristique, η_0 la viscosité du palier newtonien à faible taux de cisaillement et a est une constante.

Les paramètres des deux lois qui correspondent au mieux à la viscosité complexe obtenue expérimentalement ont été déterminés par l'intermédiaire du logiciel RHIOS® utilisé pour le traitement des résultats obtenus par RMS. La loi puissance obtenue est :

$$\eta = 36910|\dot{\gamma}|^{-0,55} \quad (3.32)$$

La loi de Carreau – Yasuda obtenue par la même méthode est :

$$\eta = 4,29 \cdot 10^5 \left[1 + (1,8632\dot{\gamma})^{0,31} \right]^{-2,94} \quad (3.33)$$

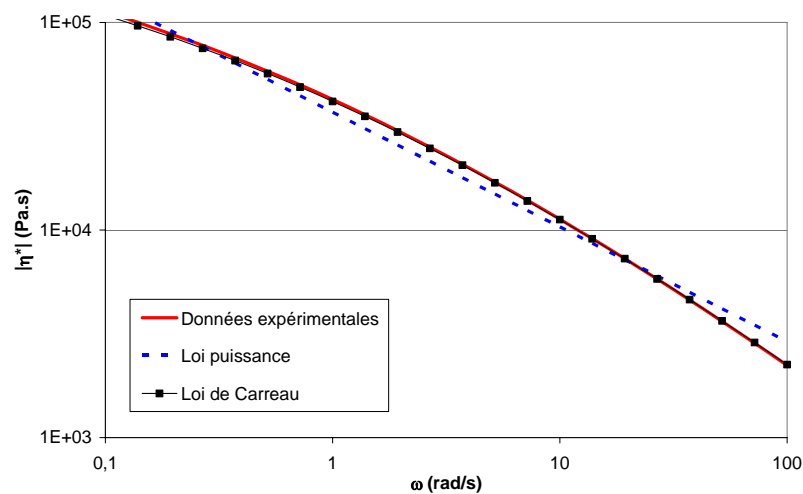


Figure 3.13 – Evolution du module de la viscosité complexe en fonction de la pulsation pour une température de 130°C. Sont représentées : les données expérimentales, la loi puissance (3.32) et la loi de Carreau – Yasuda (3.33)

La figure 3.13 superpose les lois puissance et de Carreau – Yasuda (3.32) et (3.33) aux valeurs obtenues expérimentalement pour une température de 130°C. Sur une échelle logarithmique, la loi puissance est une droite et ne se superpose pas bien aux données expérimentales. Au contraire, la loi de Carreau se superpose très bien à la courbe des valeurs mesurées par RMS.

Finalement, la loi de Carreau – Yasuda permet de bien représenter le comportement réel sur toutes les pulsations. C'est donc cette loi de comportement qui est retenue pour modéliser le soudage du polyéthylène étudié.

Cette loi est valable à la température de 130°C. Cependant, la viscosité complexe évolue avec la température. Il est donc nécessaire de tenir compte de la dépendance à la température et de l'intégrer à la loi de Carreau – Yasuda. C'est l'objet du paragraphe suivant.

3.4.2.3 Influence de la température

Pour les matériaux thermo-dépendants, il existe une relation étroite entre les modules (G' et G'') et la température. Dans le cas des matériaux semi-cristallins, on définit une température de référence, T_{ref} , et un coefficient de glissement, a_T , tels que :

$$G'(\varpi, T) = G'(a_T \varpi, T_{ref}) \quad (3.34)$$

et
$$G''(\varpi, T) = G''(a_T \varpi, T_{ref}) \quad (3.35)$$

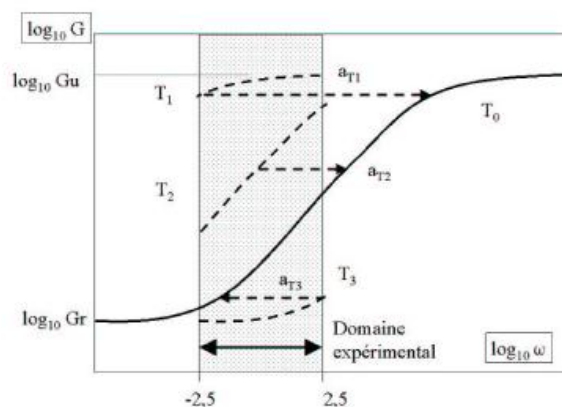


Figure 3.14 – Construction d'une courbe maîtresse. $T_3 > T_0$ (température de référence) $> T_2 > T_1$

A des températures élevées, de plus de 100°C supérieures à la température de transition vitreuse ou au-dessus de la température de fusion, la variation de a_T est bien représentée par la loi d'Arrhénius :

$$a_T = \exp \left[\frac{E_a}{R} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_{ref}} \right) \right] = K_0 \exp \left(\frac{E_a}{RT} \right) \quad (3.36)$$

où E_a est l'énergie d'activation associée au mécanisme de relaxation, R la constante des gaz parfaits et

$$K_0 = \exp \left(- \frac{E_a}{RT_{ref}} \right).$$

La superposition temps-température consiste à faire glisser horizontalement les courbes obtenues à différentes températures de façon à construire une courbe maîtresse à la température de référence (figure 3.14). On peut ainsi, à partir d'une courbe maîtresse complète et des coefficients de glissement, définir le comportement viscoélastique sur tout le domaine temps-température. La figure 3.15 représente les courbes maîtresses de G' et G'' obtenues pour le polyéthylène étudié.

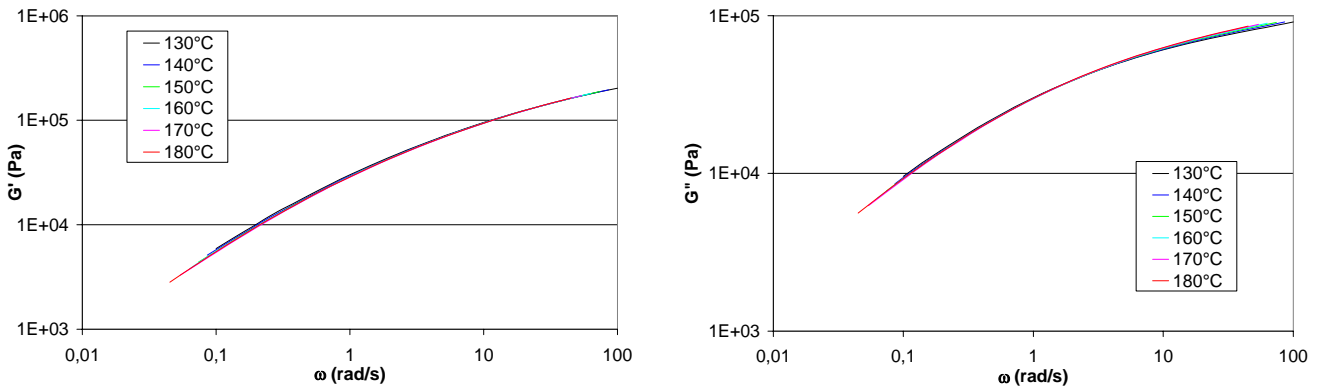


Figure 3.15 – Courbes maîtresses de G' et G'' à $T_{ref} = 130^\circ\text{C}$

Température ($^\circ\text{C}$)	130	140	150	160	170	180
a_T	1	0,86	0,74	0,63	0,54	0,45

Tableau 3.2 – coefficients de glissement en fonction de la température

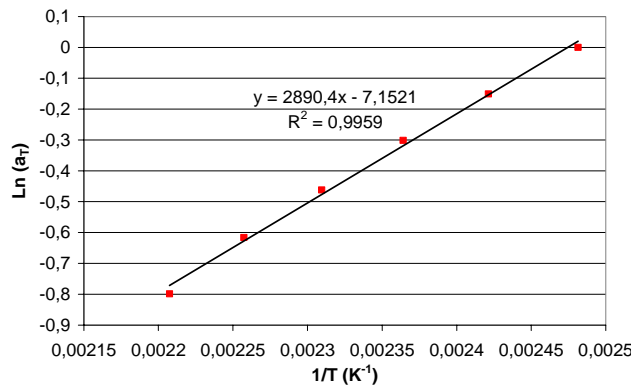


Figure 3.16 – Evolution de $\text{Ln}(a_T)$ en fonction de $1/T$. Le coefficient directeur de la courbe de régression linéaire donne la valeur de E_a/R

Le tableau 3.2 présente les coefficients de glissement permettant d’obtenir les courbes maîtresses et la figure 3.16 représente l’évolution de $\text{Ln}(a_T)$ en fonction de $1/T$. Le coefficient directeur de la courbe de régression linéaire obtenue donne la valeur de E_a/R . Pour le polyéthylène étudié, l’énergie d’activation E_a vaut environ 24 kJ/mole qui correspond à l’ordre de grandeur obtenus pour divers PEHD [23]. L’équation (3.36) devient :

$$a_T = 7,68 \cdot 10^{-4} \exp\left(\frac{2890,4}{T}\right) \quad (3.37)$$

Pour obtenir la viscosité à d’autres températures à partir de la viscosité à la température de référence, la relation suivante est utilisée :

$$|\eta^*|(\dot{\gamma}, T) = a_T |\eta^*|(a_T \dot{\gamma}, T_{ref}) \quad (3.38)$$

où a_T est donné par l'équation (3.37) et $|\eta^*|(\dot{\gamma}, T_{ref})$ est donnée par l'équation (3.33) pour le polyéthylène étudié.

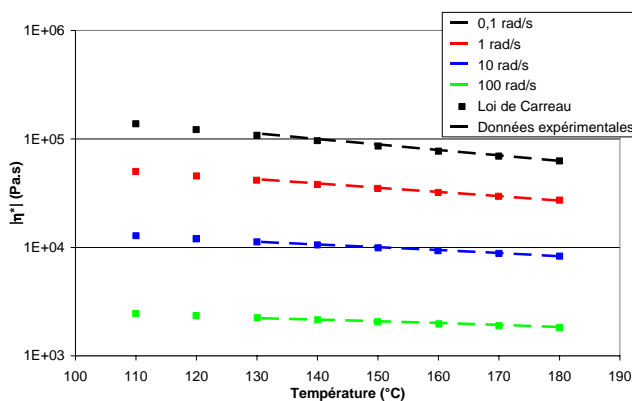
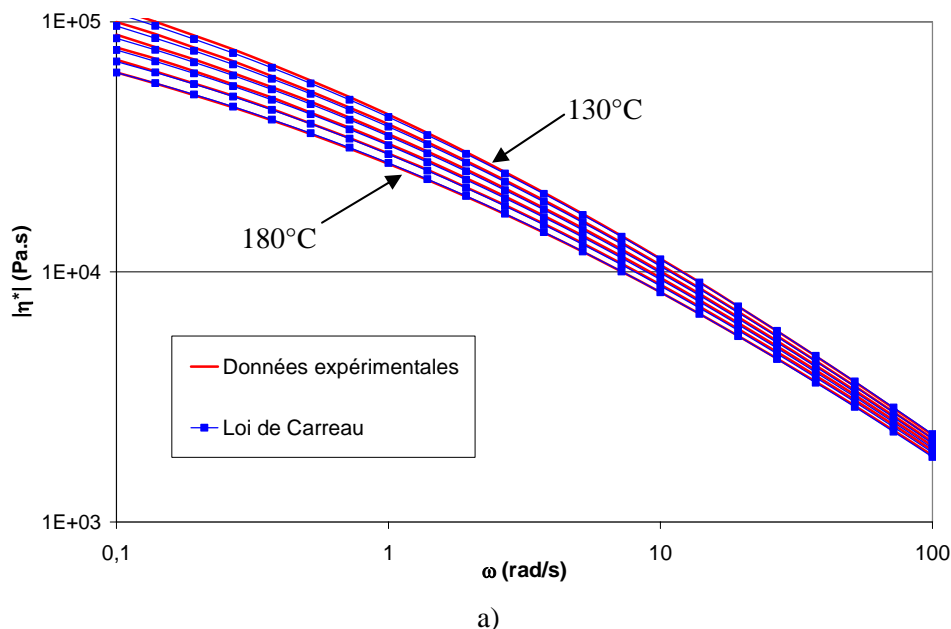


Figure 3.17 – a) Evolution du module de la viscosité complexe en fonction de la pulsation à différentes températures ; b) Evolution du module de la viscosité complexe en fonction de la température à différentes pulsations

La figure 3.17 représente l'évolution du module de la viscosité du polyéthylène en fonction de la pulsation et de la température. Les courbes obtenues avec la loi de Carreau – Yasuda munie d'une loi d'Arrhénius pour la dépendance à la température traduisent bien l'évolution réelle de la viscosité à toutes les pulsations et à toutes les températures du domaine de mesure.

Finalement nous avons défini la loi de comportement du polyéthylène utilisé pour des pulsations allant de 0,1 à 100 rad/s et pour des températures variant entre 130 et 180°C. Cette loi peut être étendue à des plages de pulsations et de températures plus grandes sans être modifiée et pourra donc être utilisée pour la simulation du soudage bout à bout dont la température dépasse les 220°C et dont la vitesse de déformation n'est pas très grande.

3.5 Rhéologie à l'état solide

Bien que moins importante que le comportement à l'état liquide au cours du procédé de soudage bout à bout, la rhéologie à l'état solide donne un certain nombre d'informations importantes pour le soudage. En effet, cette étude va permettre d'une part de savoir si les tubes subissent une déformation à des températures inférieures à la température de fusion, d'autre part de connaître le comportement de la matière à des températures proches des températures de fusion ou de cristallisation. A plus long terme la rhéologie à l'état solide devrait permettre de calculer les contraintes résiduelles induites par le soudage.

3.5.1 Principe des mesures

Afin de déterminer le comportement à l'état solide du polyéthylène utilisé, des mesures de DTMA (Dynamic Thermal Mechanical Analyser) ont été réalisées au CEMEF sur un Tritec 2000 DMA de Bohlin Instrument. Comme pour la rhéométrie à l'état liquide, la méthode consiste à appliquer au matériau une déformation de type sinusoïdale de faible amplitude et à mesurer la contrainte sinusoïdale résultante.

Une lamelle de polymère, dont les dimensions sont 20 x 8 x 2 mm, obtenue à partir de granulés de matière, est fixée sur des mors au niveau de ses extrémités et un déplacement périodique est appliqué au centre de la lamelle comme indiqué sur la figure 3.18. L'échantillon est donc soumis à une déformation en flexion trois points. La déformation, la contrainte résultante ainsi que le déphasage entre ces deux valeurs sont enregistrés lors des essais.

La déformation et la contrainte résultante sont de la même forme que dans le cas des mesures à l'état liquide (équations (3.23) et (3.24)). A partir de ces grandeurs, le module complexe en flexion, M^* , peut alors être déterminé :

$$M^*(\omega) = \frac{\sigma^*(\omega)}{\gamma^*(\omega)} = M'(\omega) + iM''(\omega) \quad (3.39)$$

M' et M'' ont les mêmes définitions que G' et G'' mais pour l'état solide.

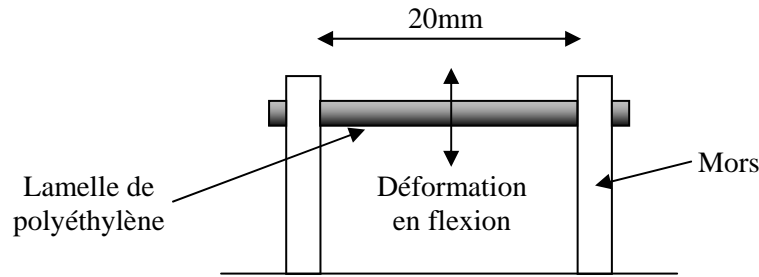


Figure 3.18 – Dispositif expérimental du DTMA

La tangente du déphasage est donnée par la relation suivante :

$$\tan \delta = \frac{M''(\omega)}{M'(\omega)} \quad (3.40)$$

Dans le cas de l'état solide, $\tan \delta$ est inférieur à 1 car la déformation élastique est prépondérante.

Dans les essais qui suivent, l'amplitude de la déformation est de $\pm 0,005$ mm autour de la position de repos ce qui permet de rester dans le domaine purement élastique et des petites déformations. Les mesures ont été faites entre 30 et 140°C. La température de fusion est donc atteinte. Ainsi, au-dessus de 130°C la matière commence à fondre et l'échantillon se déforme rendant les résultats moins précis. Pour chaque température un balayage en fréquence est réalisé. La fréquence des oscillations, f , varie de 0,316 à 31,6 Hz pour chaque température de mesure, ce qui correspond à une gamme de pulsation comprise entre 2 et 200 rad/s.

3.5.2 Détermination de la loi de comportement à l'état solide du polyéthylène utilisé

Il est important de préciser que dans ce paragraphe nous ne nous intéressons qu'à la partie purement solide, c'est-à-dire la partie située à des températures inférieures à celles de la zone de transition solide/liquide. Cette zone de transition sera traitée dans le paragraphe suivant.

3.5.2.1 Loi de comportement

Les évolutions des modules M' et M'' ont pu être tracées en fonction de la pulsation pour des températures allant de 30 à 130°C. Il apparaît qu'en dessous de 60°C, les mesures sont moins précises, notamment pour le module M'' (voir les croisements de courbes de la figure 3.19). De plus, au-dessus de 110°C, la valeur des modules diminue fortement car c'est le début de la fusion et on n'est plus dans la zone purement solide. Par conséquent, la détermination de la loi de comportement à l'état solide se fera sur la plage de températures allant de 60 à 110°C.

Le modèle rhéologique qui sera utilisé par la suite ne permet de prendre en compte qu'une loi de type visqueux, par conséquent le solide sera considéré comme un fluide très visqueux, donc peu déformable. On introduit ainsi une "viscosité solide" qui est définie de la même façon que la viscosité complexe à l'état liquide, η^* (équation 3.29). L'introduction de cette viscosité à l'état solide permet de simplifier l'intégration du modèle rhéologique en simulation par le calcul d'un paramètre unique dans toutes les phases (liquide, solide, transition), ce qui facilite la gestion de la transition liquide/solide.

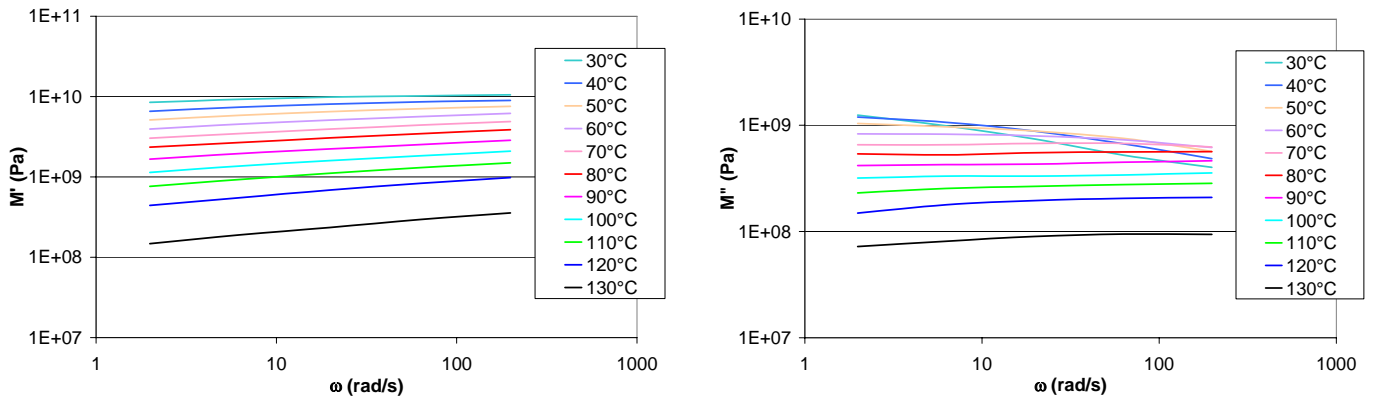


Figure 3.19 – Evolution des modules M' et M'' en fonction de la pulsation pour des températures comprises entre 30 et 130°C

C'est le module de cette viscosité complexe qui est tracé en fonction de la température et de la vitesse de déformation afin d'étudier le comportement à l'état solide. Il s'écrit :

$$|\eta^*| = \frac{1}{\omega} \sqrt{M'^2 + M''^2} \tag{3.41}$$

Dans la suite, la viscosité solide sera appelée viscosité complexe, puisqu'il s'agit de la même grandeur.

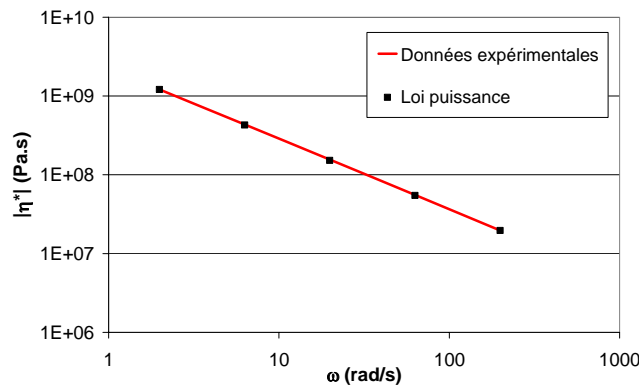


Figure 3.20 – Evolution du module de la viscosité complexe en fonction de la pulsation pour une température de 80°C. Sont représentées : les données expérimentales et la loi puissance (3.42)

A partir de ces résultats, le module de la viscosité complexe, $|\eta^*|$, à la température de référence de 80°C (choisie arbitrairement) a pu être tracé en fonction de la pulsation (figure 3.20). Cette courbe permet de déterminer le modèle de viscosité complexe traduisant le comportement du matériau à l'état solide.

Compte tenu du fait qu'en coordonnées logarithmiques l'évolution du module de la viscosité complexe est une droite, la loi puissance (3.30) s'impose pour représenter cette viscosité.

Comme pour l'état liquide, les paramètres de la loi qui correspondent au mieux à la viscosité complexe mesurée expérimentalement ont été déterminés à partir des données expérimentales. La loi puissance obtenue est :

$$\eta = 2,2 \cdot 10^9 |\dot{\gamma}|^{-0,88} \quad (3.42)$$

La figure 3.20 superpose la loi puissance (3.42) aux valeurs expérimentales pour une température de 80°C. La loi puissance représente bien la courbe de viscosité obtenue expérimentalement.

Cette loi est valable à la température de 80°C. Cependant, comme pour l'état liquide, la viscosité complexe évolue avec la température. Il est donc nécessaire de tenir compte de la dépendance à la température et de l'intégrer à la loi puissance. C'est l'objet du paragraphe suivant.

3.5.2.2 Influence de la température

Dans le paragraphe 3.4.2.3 il a été expliqué qu'à une température de référence, T_{ref} , la détermination de coefficients de glissement, a_T , permet de connaître la relation entre les modules (M' et M'') et la température. Ces coefficients sont obtenus par la méthode de superposition temps-température qui consiste à tracer la courbe maîtresse des modules.

Pour l'état solide, les coefficients de glissement ont été déterminés à partir du module M' car les courbes du module M'' ne sont pas assez propres pour dessiner une courbe maîtresse.

La figure 3.21 représente la courbe maîtresse de M' obtenue pour le polyéthylène étudié et le tableau 3.3 présente les coefficients de glissement permettant d'obtenir ces courbes maîtresses.

Pour l'état liquide, la variation de a_T est bien représentée par la loi d'Arrhénius (3.36), nous avons donc utilisé ce lissage. Dans le cas de l'état solide, une deuxième méthode de variation de a_T , que l'on appellera loi thermique exponentielle " $-\beta T^n$ ", a été testée.

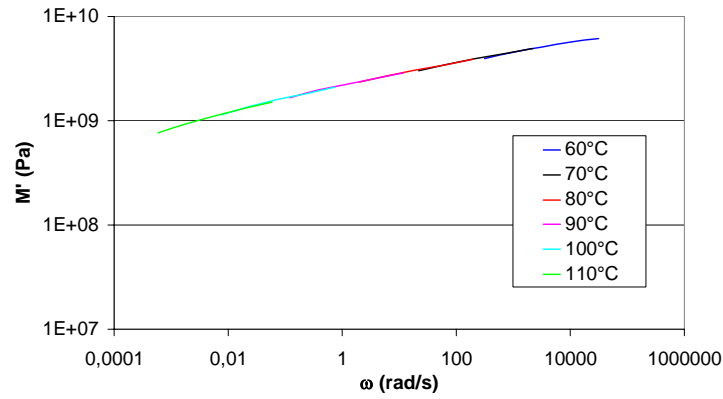


Figure 3.21 – Courbe maîtresse de M' à $T_{ref} = 80^\circ\text{C}$

Température ($^\circ\text{C}$)	60	70	80	90	100	110
a_T	160	11	1	0,06	0,0038	0,0003

Tableau 3.3 – coefficients de glissement en fonction de la température

a) Loi d'Arrhénius

La figure 3.22 représente l'évolution de $\ln(a_T)$ en fonction de $1/T$ tracée à partir des données du tableau 3.3. Le coefficient directeur de la courbe de régression linéaire obtenue donne la valeur de E_a/R . Pour le polyéthylène étudié, l'équation (3.36) devient :

$$a_T = 3,18 \cdot 10^{-42} \exp\left(\frac{33730}{T}\right) \tag{3.43}$$

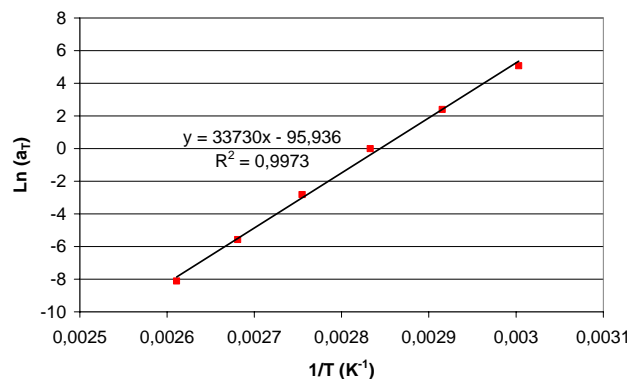


Figure 3.22 – Evolution de $\ln(a_T)$ en fonction de $1/T$. Le coefficient directeur de la courbe de régression linéaire donne la valeur de E_a/R

La relation (3.38) est utilisée pour obtenir la viscosité complexe à d'autres températures à partir de la viscosité complexe à la température de référence. Dans cette équation, a_T est donné par l'équation (3.43) et $\eta^*(\dot{\gamma}, T_{ref})$ est donnée par l'équation (3.42) pour le polyéthylène étudié.

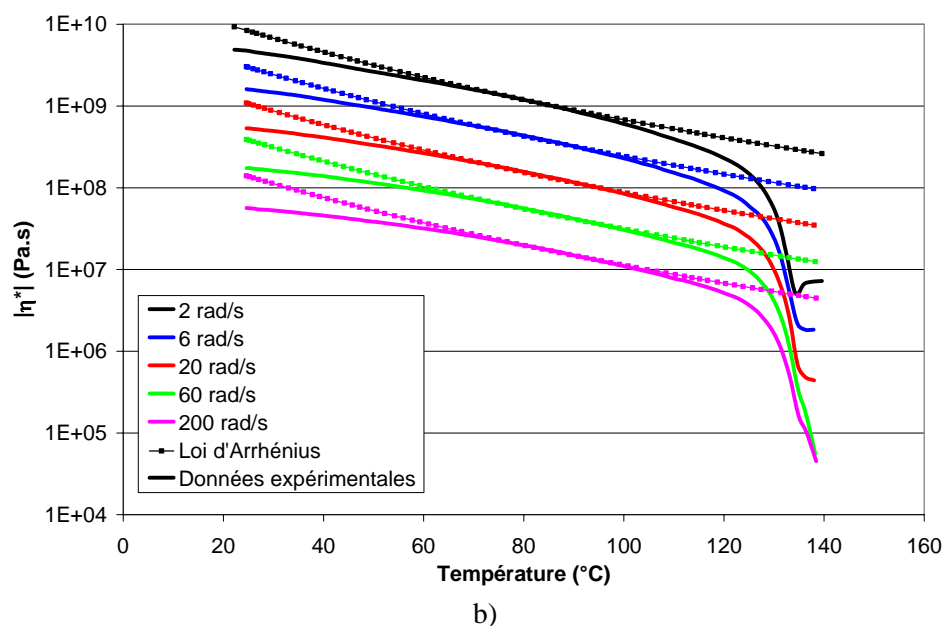
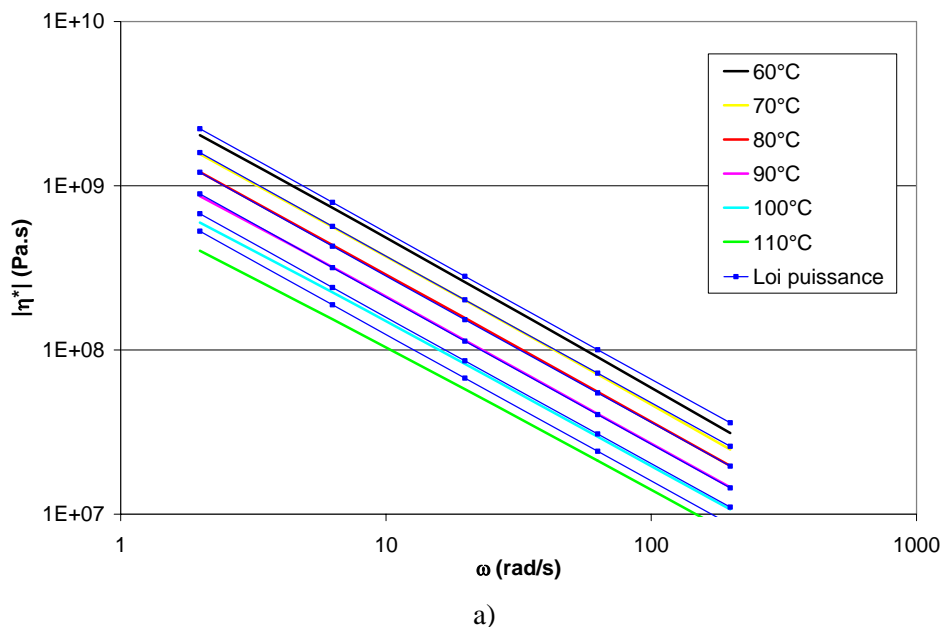


Figure 3.23 – a) Evolution du module de la viscosité complexe en fonction de la pulsation à différentes températures ; b) Evolution du module de la viscosité complexe en fonction de la température à différentes pulsations

La figure 3.23 représente l'évolution de la viscosité du polyéthylène en fonction de la pulsation et de la température. La loi puissance munie d'une loi d'Arrhénius pour la dépendance à la température ne traduit pas bien l'évolution réelle de la viscosité complexe à toutes les pulsations et à toutes les

températures du domaine de mesure. En effet, sur la figure 3.23b la courbure de la loi d'Arrhénius est inverse à celle des données expérimentales. De ce fait, le modèle ne correspond plus aux valeurs réelles pour les basses températures (en dessous de 60°C). Il est donc nécessaire d'utiliser un autre modèle de dépendance à la température : la loi thermique exponentielle " $-\beta T$ ".

b) Loi thermique exponentielle " $-\beta T$ "

La loi thermique exponentielle " $-\beta T$ " se présente sous la forme suivante :

$$a_T = \exp\left[-\beta (T - T_{ref})\right] = K_1 \exp(-\beta T) \quad (3.44)$$

où β est une constante et $K_1 = \exp(\beta T_{ref})$.

La figure 3.24 représente l'évolution de $\text{Ln}(a_T)$ en fonction de la température tracée à partir des données du tableau 3.3. Le coefficient directeur de la courbe de régression linéaire obtenue donne la valeur de $(-\beta)$. Pour le polyéthylène étudié, l'équation (3.44) devient :

$$a_T = 3,8 \cdot 10^{40} \exp(-0,2647T) \quad (3.45)$$

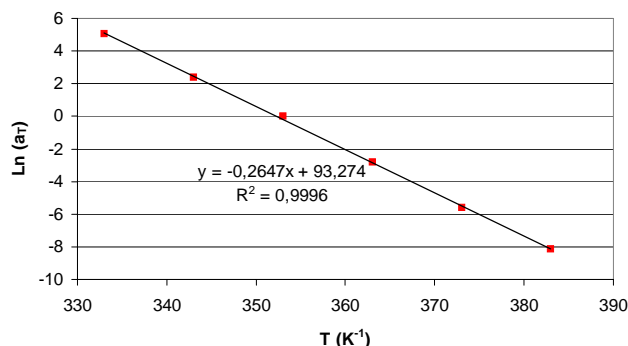


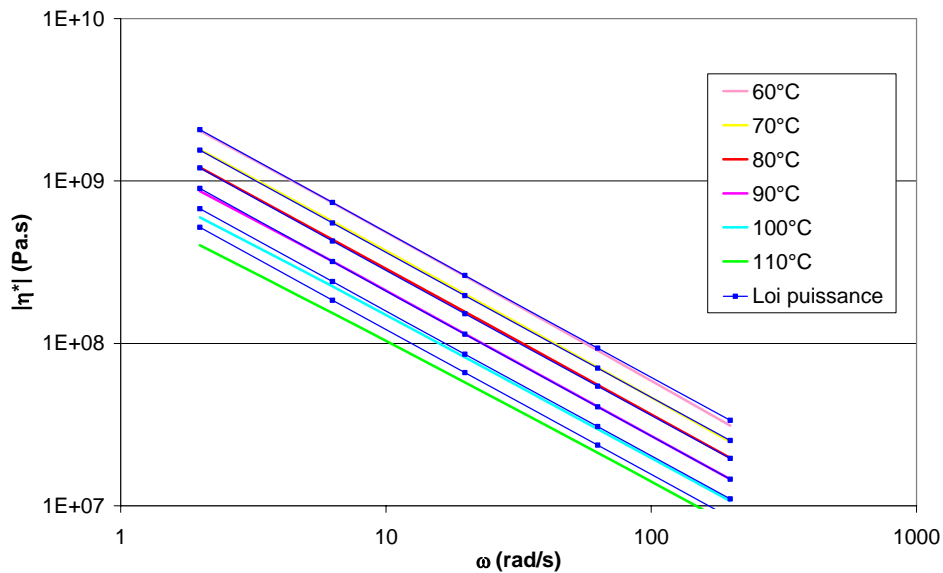
Figure 3.24 – Evolution de $\text{Ln}(a_T)$ en fonction de la température. Le coefficient directeur de la courbe de régression linéaire donne la valeur de $(-\beta)$

La relation (3.38) est utilisée pour obtenir la viscosité complexe à d'autres températures à partir de la viscosité complexe à la température de référence. Dans cette équation, a_T est donné par l'équation (3.45) et $\eta^*(\dot{\gamma}, T_{ref})$ est donnée par l'équation (3.42) pour le polyéthylène étudié.

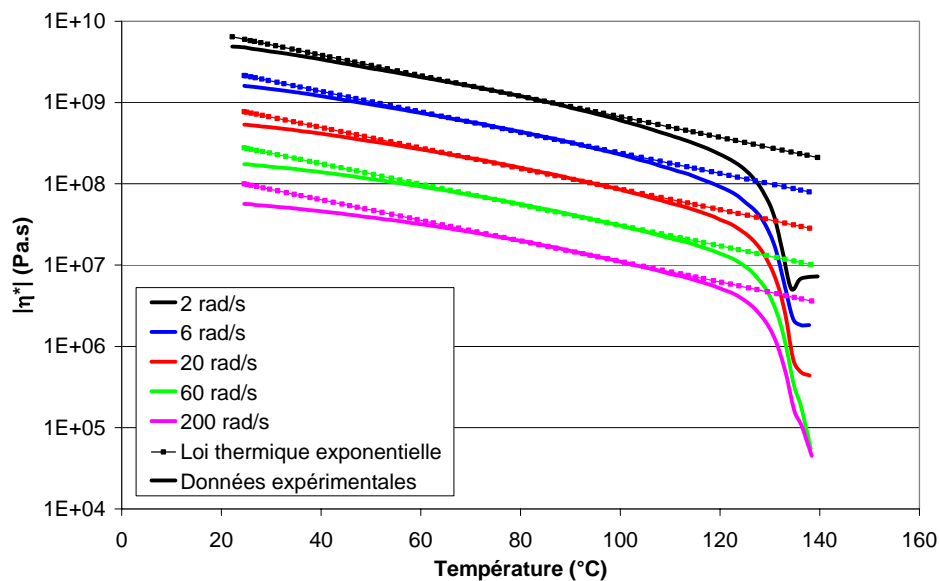
La figure 3.25 représente l'évolution de la viscosité du polyéthylène en fonction de la pulsation et de la température. La loi puissance munie d'une loi thermique exponentielle " $-\beta T$ " pour la dépendance à la température traduit mieux l'évolution réelle de la viscosité complexe que la loi d'Arrhénius. En effet, sur la figure 3.25b les courbes obtenues avec la loi thermique exponentielle " $-\beta T$ " sont des

droites et se superposent bien aux données expérimentales entre 60 et 110°C. En dessous de 60°C, le modèle ne correspond plus bien à la réalité, mais à ces températures et avec les contraintes appliquées au cours du procédé de soudage seule une déformation élastique peut être observée.

Au-dessus de 110°C on entre dans la zone de transition solide/liquide et il est normal que la loi ne suive pas la chute de viscosité complexe puisqu'il s'agit d'une loi de comportement du solide pur.



a)



b)

Figure 3.25 – a) Evolution du module de la viscosité complexe en fonction de la pulsation à différentes températures ; b) Evolution du module de la viscosité complexe en fonction de la température à différentes pulsations

Finalement nous avons défini la loi de comportement du polyéthylène à l'état solide en utilisant une loi puissance munie d'une loi thermique exponentielle " $-\beta T$ " pour représenter la variation de la

viscosité complexe. Précisons que le concept de viscosité à l'état solide n'a pas vraiment de sens physique mais cette hypothèse est nécessaire pour utiliser le modèle numérique qui sera présenté au chapitre 4.

Nous disposons donc d'une loi de comportement pour les états solide et liquide. Nous allons à présent traiter la zone de transition permettant de relier ces deux types de comportement.

3.6 La transition solide/liquide

Nous sommes à présent munis d'une loi de comportement du polyéthylène à l'état liquide et d'une loi pour l'état solide. Il reste une zone entre ces deux états qui est difficile à traiter car les rhéomètres ne sont pas capables de faire des mesures correctes dans la transition. Le modèle de transition doit donc être déterminé à partir des mesures obtenues en début de fusion par DTMA et en début de cristallisation par RMS.

3.6.1 Bibliographie

Malgré son importance, les effets du taux de cristallinité sur la viscosité sont rarement abordés dans la littérature. Ceci est certainement dû aux difficultés rencontrées lors de la mesure simultanée des propriétés rhéologiques et de l'évolution du taux de cristallinité. Ainsi, les recherches de Pantani et al. [24] montrent que très peu de travaux dans lesquels la viscosité est liée à ce taux peuvent être trouvés dans la littérature.

Tous les auteurs ayant travaillé sur le sujet s'accordent à dire que la viscosité à l'état liquide augmente brutalement lorsque le taux de cristallinité atteint une certaine valeur "critique" [25]. Cette valeur critique varie beaucoup d'un auteur à l'autre : de quelques pourcents [25-28] à des valeurs de l'ordre de 20 à 30% [28, 29], voire même supérieures à 40% [30-32].

Le tableau 3.4 regroupe les équations adoptées pour décrire les effets du taux de cristallinité sur la viscosité des polymères dans différents procédés [24]. Toutes ces équations décrivent l'évolution de la viscosité à l'état liquide avec le taux de cristallinité mais ne permettent pas d'avoir une liaison continue avec la viscosité à l'état solide. C'est pourquoi dans la présente étude nous avons choisi d'utiliser une loi des mélanges entre les viscosités liquide et solide ayant pour paramètre le taux de phase liquide.

Equation	Auteur
$\frac{\eta}{\eta_0} = 1 + a_0 X_c$	Katayama [33]
$\frac{\eta}{\eta_0} = 1 + a_1 \exp\left(-\frac{a_2}{X_c^{a_3}}\right)$	Titomanlio [25]
$\frac{\eta}{\eta_0} = \exp(a_1 X_c^{a_2})$	Shimizu [34]
$\frac{\eta}{\eta_0} = \exp(a_1 X_c + a_2 X_c^2)$	Han [35]
$\frac{\eta}{\eta_0} = 1 + a_1 X_c + a_2 X_c^2$	Tanner [36]
$\frac{\eta}{\eta_0} = \left(1 - \frac{X_c}{a_0}\right)^{-2}$	Metzner [37]

η est la viscosité à l'état fondu, η_0 est la viscosité à taux de cisaillement nul, X_c est le taux de cristallinité, a_0 , a_1 et a_2 sont des paramètres des lois.

Tableau 3.4 – Liste des équations les plus utilisées pour décrire les effets de la cristallinité sur la viscosité

3.6.2 Principe des mesures

Pour les mesures, les rhéomètres utilisés sont ceux décrits dans les paragraphes 3.4.2.1 pour le RMS et 3.5.1 pour le DTMA.

Le RMS a été utilisé à vitesse de refroidissement constante. Ainsi, les modules ont été enregistrés sur une partie du domaine fondu et sur la partie de la zone de transition dans laquelle les mesures ont été possibles (avant que la matière ne soit plus assez fluide pour que les plateaux puissent se déplacer).

La vitesse de déformation est gardée constante et égale à 1 rad/s et la vitesse de refroidissement à été choisie égale à 5°C/min. Ces valeurs ont été choisies de façon à pouvoir comparer les résultats obtenus par DSC au paragraphe 3.2 avec les résultats obtenus par RMS.

Pour vérifier la reproductibilité des résultats, trois essais identiques ont été faits.

Le DTMA a été utilisé à vitesse de chauffage constante. Les modules ont, cette fois, été enregistrés sur une partie du domaine solide jusqu'à ce que la matière ne soit trop fluide pour être maintenue par les mors.

Comme pour les mesures de RMS, la vitesse de déformation est gardée constante et égale à 1 rad/s et la vitesse de chauffage à été choisie égale à 5°C/min et pour vérifier la reproductibilité des résultats, trois essais identiques ont été faits.

3.6.3 Analyse du comportement du matériau au cours de la transition solide/liquide

La figure 3.26 représente le module de la viscosité complexe en fonction de la température obtenu avec le RMS pour un refroidissement constant de 5°C/min en partant de 160°C. Ces courbes mettent en évidence une partie linéaire (en ordonnées logarithmiques) pour des températures supérieures à la zone de cristallisation (c'est cette partie qui est représentée par la loi de Carreau du paragraphe 3.4.2) puis une augmentation brutale de la viscosité complexe au passage de la température de cristallisation, qui correspond au pic de C_p mesuré par DSC.

Remarque : Cette augmentation brutale de la viscosité dès le passage du pic de cristallisation montre que la solidification se fait très rapidement, dès la cristallisation primaire. Ceci confirme le choix d'une loi de cristallisation ne tenant compte que de la cristallisation primaire qui concentre la quasi totalité de la solidification de la matière.

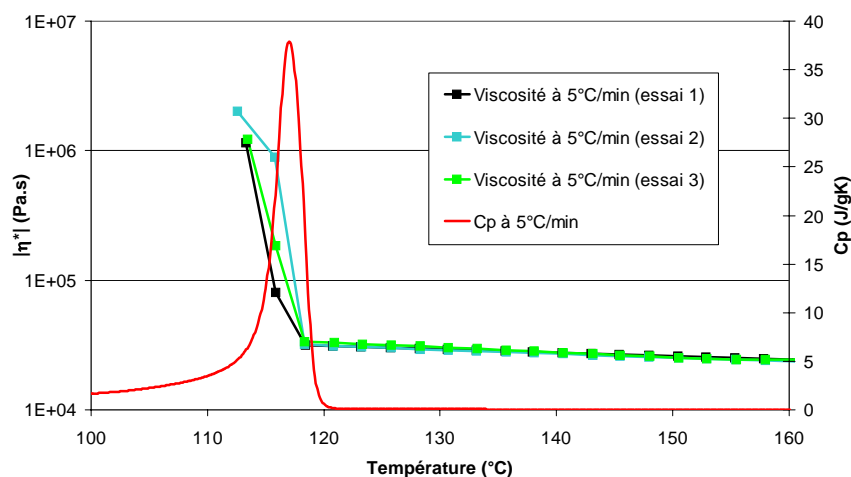


Figure 3.26 – Evolution du module de la viscosité complexe en fonction de la température obtenue avec le RMS (3 essais identiques sont représentés) avec une vitesse constante de refroidissement de 5°C/min et une pulsation de 1 rad/s et courbe de C_p obtenue par DSC avec une vitesse constante de refroidissement de 5°C/min

La reproductibilité est très bonne dans le domaine fluide, au-dessus de 120°C. Lorsque la transition est atteinte, les résultats perdent en précision ce qui explique les différences observées entre les trois courbes de la figure 3.26. Cependant dans tous les cas l'augmentation de la viscosité due au changement d'état se produit autour de 118°C.

La figure 3.27 représente le module de la viscosité complexe en fonction de la température obtenu avec la DTMA pour un chauffage constant de 5°C/min en partant de 20°C. Comme pour les résultats de RMS, ces courbes mettent en évidence une partie quasi linéaire (en ordonnées logarithmiques) pour des températures inférieures à la zone de fusion (c'est cette partie qui est représentée par la loi puissance du paragraphe 3.5.2) puis une diminution brutale de la viscosité complexe au passage de la température de fusion, qui correspond au pic de C_p mesuré par DSC.

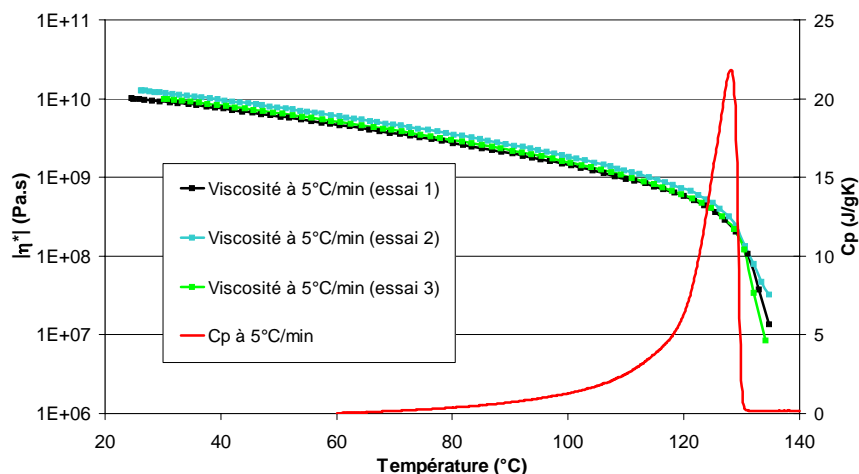


Figure 3.27 – Evolution du module de la viscosité complexe en fonction de la température obtenue avec le DTMA (3 essais identiques sont représentés) avec une vitesse constante de chauffage de 5°C/min et une pulsation de 1 rad/s et courbe de C_p obtenue par DSC avec une vitesse constante de chauffage de 5°C/min

Comme pour la cristallisation, le fait que la chute brutale de viscosité se fait au niveau du pic de fusion renforce le choix d'une loi de fusion ne tenant compte que de cette zone concentrant la majorité de la fluidification.

La reproductibilité des résultats de DTMA est très bonne jusque dans la transition solide/liquide.

Les mesures réalisées en RMS et en DTMA ne se joignent pas pour former une courbe unique car la fusion et la cristallisation n'interviennent pas aux mêmes températures. Il faut donc interpoler les résultats obtenus afin de tracer cette viscosité dans la zone de transition liquide/solide.

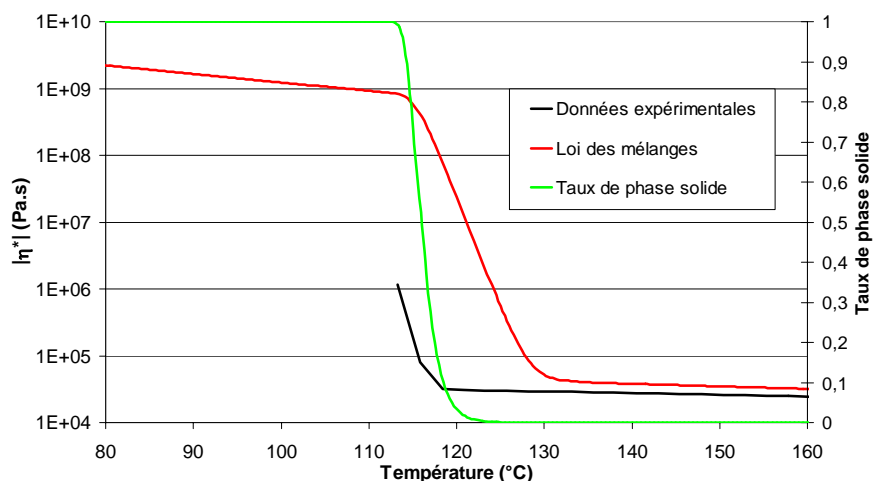


Figure 3.28 – Evolution du module de la viscosité complexe en fonction de la température obtenue avec le RMS et par calcul à partir de la loi des mélanges pour une vitesse de refroidissement de 5°C/min et évolution du taux de phase solide lors de la cristallisation à 5°C/min

Les essais de DSC ont montré que les températures de fusion sont plus élevées que les températures de cristallisation. Il est donc clair que la viscosité ne va pas évoluer de la même façon en chauffage et en refroidissement. La viscosité complexe du polymère est fortement liée à l'évolution du taux de phase solide (α) qui peut servir de facteur pondérateur entre le comportement liquide et le comportement solide. La première loi qui vient à l'esprit est la loi des mélanges qui permet une pondération linéaire de la viscosité par le taux de phase liquide :

$$\eta = \alpha\eta_{solide} + (1 - \alpha)\eta_{liquide} \quad (3.46)$$

où η_{solide} et $\eta_{liquide}$ sont respectivement les viscosités à l'état solide et à l'état liquide.

Le taux de phase solide est calculé en utilisant l'équation (3.5) avec les paramètres de la constante d'Ozawa déterminés dans le paragraphe 3.2.3.2, la viscosité à l'état liquide est calculée avec les équations (3.33) et (3.37), et la viscosité à l'état solide est calculée avec les équations (3.42) et (3.45).

La figure 3.28 retrace l'évolution du module de la viscosité mesurée par rhéométrie avec une vitesse de refroidissement de 5°C/min et l'évolution de la viscosité calculée à partir de l'équation (3.46). Cette figure met en évidence le fait qu'à cause de la valeur importante de la viscosité à l'état solide, une petite valeur du taux de phase solide entraîne une augmentation conséquente de la viscosité totale lors de la transition. Ainsi, la viscosité calculée commence à augmenter à une température trop élevée par rapport à la réalité. Par exemple, à 128°C, la viscosité mesurée est de 29600 Pa.s et la viscosité calculée est déjà montée à 93700 Pa.s alors que le taux de phase solide n'est que de $9,44 \cdot 10^{-5}$. Voici le détail du calcul à partir de l'équation (3.46) :

$$\eta = 9,44 \cdot 10^{-5} \times 5,44 \cdot 10^8 + (1 - 9,44 \cdot 10^{-5}) \times 42350 = 93700 \text{ Pa.s} \quad (3.47)$$

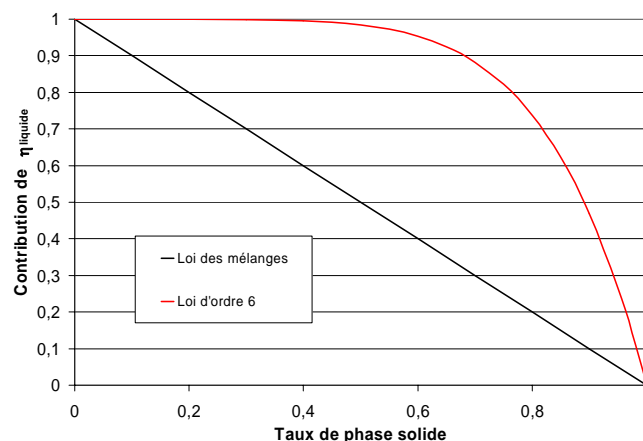


Figure 3.29 – Contribution de la viscosité à l'état liquide en fonction du taux de phase solide en utilisant une loi des mélanges et une loi polynomiale d'ordre 6

Au paragraphe 3.6.1 nous avons vu que l'augmentation de la viscosité ne se fait qu'au-dessus d'une certaine valeur critique du taux de cristallinité (et donc du taux de phase solide), c'est-à-dire que dans les premiers instants de la cristallisation la viscosité du polymère reste celle de l'état liquide pur.

Il est donc nécessaire de trouver une loi qui tienne moins compte de la viscosité à l'état solide dans les premiers instants de la cristallisation (lorsque le taux de phase liquide est proche de 1). Par conséquent, une loi dérivée de la loi des mélanges a été utilisée. Il s'agit d'une loi qui ne traduit plus une pondération linéaire de la viscosité par le taux de phase solide, mais d'une loi qui traduit une pondération par un polynôme d'ordre six comme représentée sur la figure 3.29.

La viscosité au cours de la transition liquide/solide s'écrit alors :

$$\eta = \alpha^6 \eta_{solide} + (1 - \alpha^6) \eta_{liquide} \tag{3.48}$$

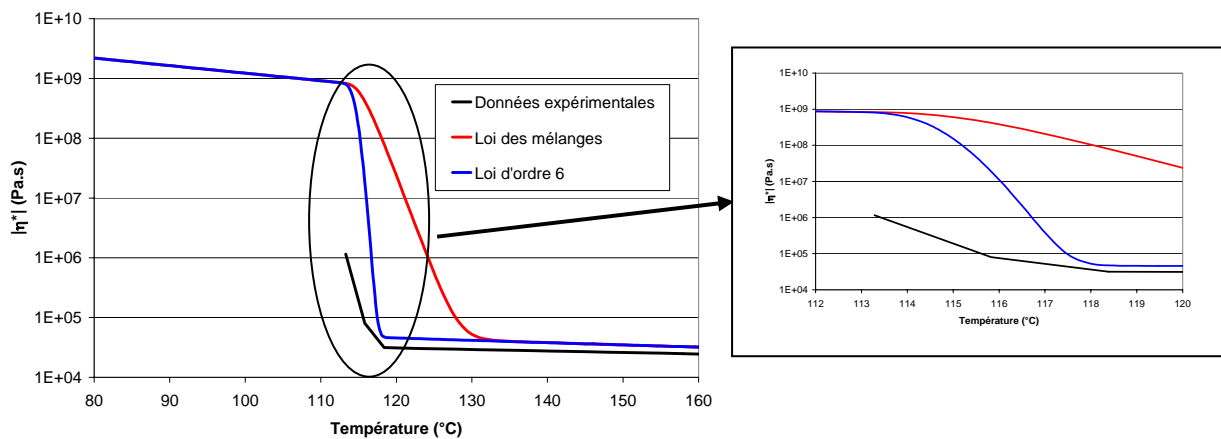


Figure 3.30 – Evolution du module de la viscosité complexe en fonction de la température obtenue avec le rhéomètre oscillatoire et obtenue par calcul à partir de la loi des mélanges et de la loi polynomiale d'ordre 6 pour une vitesse de refroidissement de 5°C/min

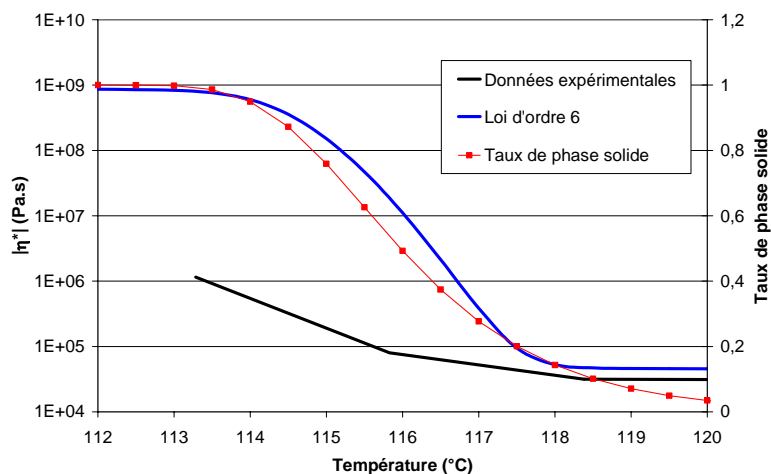


Figure 3.31 – Evolution du module de la viscosité complexe en fonction de la température obtenue avec le rhéomètre oscillatoire et obtenue par calcul à partir de la loi polynomiale d'ordre 6 pour une vitesse de refroidissement de 5°C/min et évolution du taux de phase solide lors de la cristallisation à 5°C/min

L'augmentation de la viscosité démarre alors à la même température qu'au cours des mesures (figure 3.30). De plus, la solidification se fait rapidement (sur environ 5°C) et sur la même gamme de

température que la loi de cristallisation adoptée qui ne tient compte que de la cristallisation primaire qui concentre la quasi totalité de la solidification de la matière (figure 3.31).

L'équation (3.48) est également utilisée pour calculer l'évolution de la viscosité lors du chauffage. Dans ce cas, le taux de phase solide est déterminé à partir de l'équation (3.5) mais avec les paramètres de la constante équivalente d'Ozawa déterminés dans le paragraphe 3.3.3.

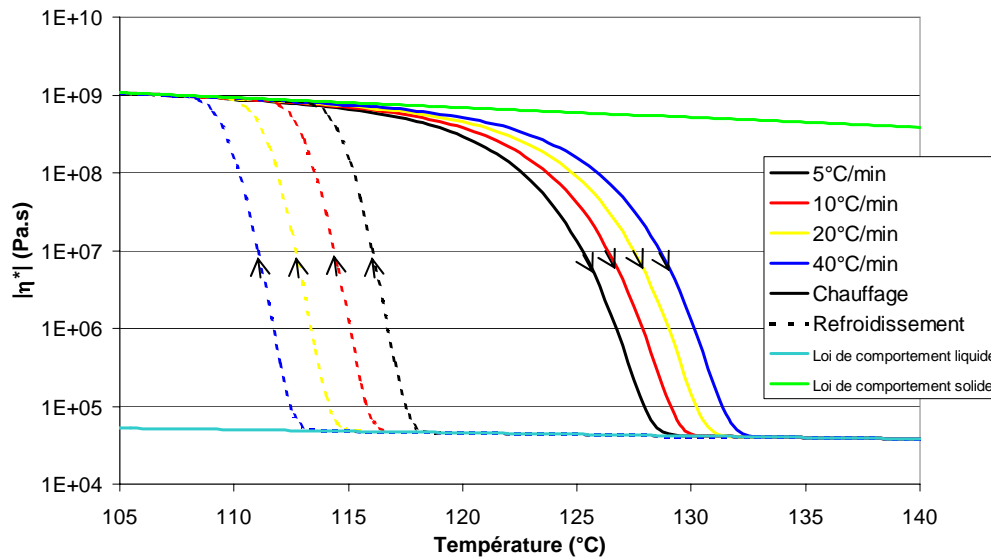


Figure 3.32 – Evolution du module de la viscosité complexe en fonction de la température et des vitesses de chauffage et de refroidissement obtenue avec une loi de pondération polynomiale d'ordre 6. Les évolutions des viscosités obtenues avec les lois de comportement liquide (à 1 rad/s) et solide à partir desquelles la pondération est effectuée sont également tracées

La figure 3.32 représente l'évolution de la viscosité complexe en fonction des vitesses de chauffage et de refroidissement obtenues avec la loi (3.48), ainsi que les lois de comportement liquide (loi de Carreau (3.33) avec une vitesse de déformation de 1 rad/s et la loi d'Arrhénius (3.37) qui traduit la dépendance à la température) et solide (loi puissance (3.42) avec une vitesse de déformation de 1rad/s et la loi thermique exponentielle " $-\beta T$ " (3.45) qui traduit la dépendance à la température). Lors de la cristallisation la viscosité augmente brutalement comme décrit plus haut dans le paragraphe. Par contre, la fusion s'étale sur un plus grand domaine de températures lié aux paramètres de la loi de fusion. La quasi-totalité de la transformation se fait dans les derniers instants de la transition et c'est dans cette zone que les caractéristiques rhéologiques de la matière vont le plus évoluer.

La figure 3.33 montre que l'évolution de la viscosité au cours de la transition se fait bien à la même température que le pic de C_p obtenu par DSC, aussi bien lors de la fusion que de la cristallisation.

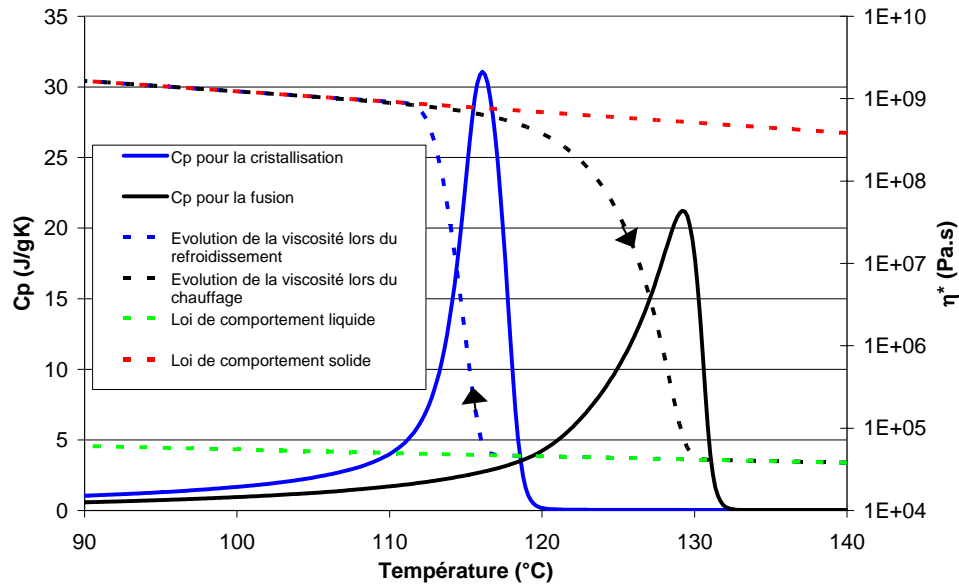


Figure 3.33 – Evolution de la viscosité et du Cp pendant le refroidissement et le chauffage à une vitesse de 10°C/min et une vitesse de déformation de 1s⁻¹. La viscosité du solide pur et du liquide pur sont aussi représentés

3.6.4 Conclusion

A présent, il est possible de décrire de façon réaliste l'évolution de la viscosité complexe à toutes les températures, dans la gamme de vitesses de chauffage et de refroidissement étudiée et quelle que soit la vitesse de déformation de la matière. A cet effet, deux lois sont utilisées : une loi de comportement traduisant la rhéologie à l'état solide du polymère et une loi de comportement pour l'état liquide. La transition entre le liquide et le solide consiste en une pondération par une loi polynomiale d'ordre 6 de ces deux lois dont le facteur de pondération est le taux de phase solide.

Pour compléter la caractérisation de la matière il reste à traiter un phénomène thermo-mécanique important, notamment lors du soudage bout à bout : la dilatation thermique.

3.7 Etude de la dilatation thermique du polyéthylène

Comme tous les matériaux, les polymères subissent des variations de volumes lorsque leur température évolue. Lors du chauffage, la matière augmente de volume et il se produit l'inverse au cours du refroidissement. La dilatation thermique joue un rôle non négligeable pour le polyéthylène car la valeur de son coefficient de dilatation thermique, traduisant la variation de volume par unité de volume et de température, est relativement élevée (environ dix fois plus que celle d'un acier).

Au cours du soudage bout à bout, la température du polyéthylène passe de la température ambiante (environ 25°C) à 220°C, voire même 250°C suivant le type d'essai, pour redescendre à 25°C. La variation de volume qui en découle est nettement visible au cours des essais, notamment durant la phase de chauffage. Durant cette étape une pression très faible est appliquée, entraînant un déplacement des tubes de l'ordre de la centaine de microns (voir chapitre 2), cependant le développement du bourrelet est important et bien visible à l'œil nu. Cette observation met en évidence le fait que la dilatation thermique joue un rôle extrêmement important lors de la formation du bourrelet et donc de la soudure.

Un certain nombre de mesures ont été effectuées afin de déterminer la valeur du coefficient de dilatation thermique en fonction de différents paramètres tels que la température ou la vitesse de chauffage.

3.7.1 Les techniques de mesure

3.7.1.1 Bibliographie

Il existe un grand nombre de techniques de mesures du coefficient de dilatation thermique. Certaines permettent de faire des mesures uniquement à l'état solide, d'autre uniquement à l'état liquide, mais l'étude du coefficient de dilatation au cours de la transition n'est pas facile du fait du changement d'état de la matière.

Ainsi, Parant [18] a utilisé deux techniques bien distinctes pour mesurer la dilatation à l'état liquide et à l'état solide : dans le premier cas l'augmentation de volume avec la température est mesurée à l'aide d'un rhéomètre capillaire permettant de peser un volume connu de matière portée à une certaine température (cet essai est décrit plus bas dans ce paragraphe) ; à l'état solide, la variation avec la température de la taille d'une bande de polymère placée sur une platine pelletier lubrifiée est mesurée.

Dlubek et al. [38] ont mesuré la durée de vie de positons auxquels ont été soumis des échantillons de polyéthylène. Cette durée de vie est liée à la taille des volumes libres dans les cristaux et donc à la masse volumique de la matière. L'augmentation de la taille des volumes libres avec la température est attribuée à la dilatation thermique de la matière. Cependant, les mesures sont réalisables entre 80 et 300K, ce qui est loin des températures atteintes lors du soudage bout à bout.

Slutsker et al. [39] ont utilisé un extensomètre dont la sensibilité est de l'ordre du micron pour mesurer le coefficient de dilatation thermique linéaire d'un polyéthylène orienté entre 20 et 30°C.

Mise à part la méthode du rhéomètre capillaire utilisée par Parant, ces différentes méthodes n'ont pas été utilisées pour plusieurs raisons dont la non concordance des gammes de températures de mesure ou l'impossibilité matérielle de réaliser les essais.

3.7.1.2 Les techniques utilisées

c) Mesures avec la TMA

Dans la présente étude, les mesures de dilatation thermique ont été réalisées au moyen d'un appareil d'Analyse Thermomécanique METTLER TOLEDO TMA40. Les essais consistent à placer un granulé de polyéthylène dans un creuset en quartz (dont le coefficient de dilatation est très petit en regard de celui du matériau testé) contenant de la glycérine (fluide assez visqueux qui ne se dégrade pas en dessous de 250°C). Les dimensions du creuset sont : 16 mm de hauteur, 13,8 mm de diamètre externe et 10 mm de diamètre interne. Le creuset ne peut contenir qu'un seul granulé. Un schéma du creuset est représenté sur la figure 3.34.

La méthode de détermination du coefficient de dilatation thermique consiste à mesurer le déplacement vertical du bouchon du creuset lors du chauffage puisque ce déplacement est directement lié à l'augmentation du volume de la glycérine et du polyéthylène au cours du chauffage.

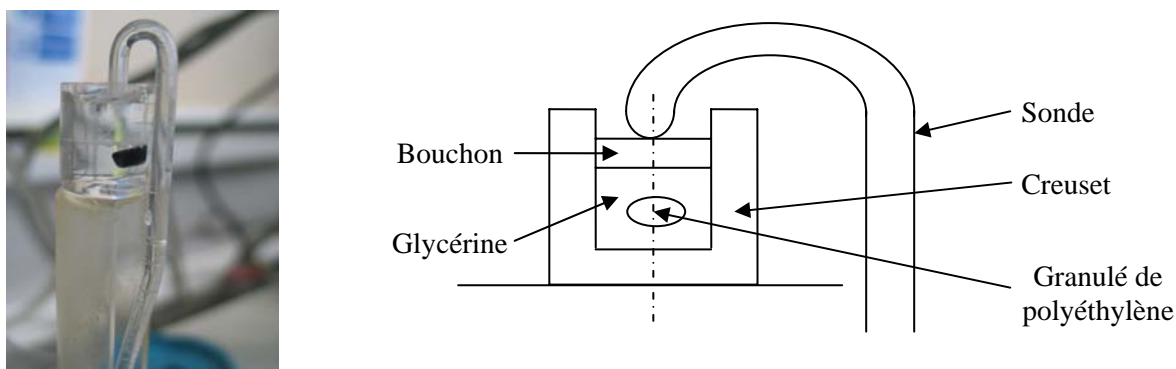


Figure 3.34 – Schéma d'un creuset en quartz contenant du polyéthylène et de la glycérine pour les mesures de dilatation thermique

Le creuset est placé sur le porte-échantillon du TMA40 dont un schéma est représenté sur la figure 3.35. La mesure du déplacement du bouchon du creuset se fait par l'intermédiaire d'une sonde reliée à un transducteur différentiel linéaire (LvdT) constituant le capteur de mesure. La totalité de la gamme de mesure s'élève à ± 5 mm autour de la position zéro et la sensibilité du capteur est de 100 nm.

Le poids du bouchon est négligeable par rapport à la force engendrée par la dilatation thermique. De plus, le bouchon glisse très bien dans le creuset du fait du jeu coulissant qui existe entre les deux parties (bien que celui-ci soit très faible) et de la présence de la glycérine qui joue un rôle de lubrifiant. Ainsi, on peut considérer que les mesures sont réalisées sous une pression proche de la pression atmosphérique.

Une force est exercée sur la sonde de mesure afin de compenser le poids de la tige de mesure. Cette force d'application est légèrement inférieure au poids de la tige.

La TMA est équipé d'un four qui va permettre de chauffer le creuset à la température désirée avec la vitesse de chauffage voulue. La température du four est commandée de façon à ce que la température de l'échantillon suive le cours souhaité. A cet effet, une fonction de compensation de température

entre le four et l'échantillon est utilisée. Cependant, du fait de la taille imposante des creusets (16 mm de haut et 13,8 mm de diamètre), la température du granulé de polyéthylène se situant au centre du creuset n'évolue pas de la même façon que la température imposée autour du creuset. Ainsi, malgré la fonction de compensation de température, il existe un décalage entre la température imposée par la machine et la température réelle du granulé. Les résultats doivent donc être analysés avec précaution.

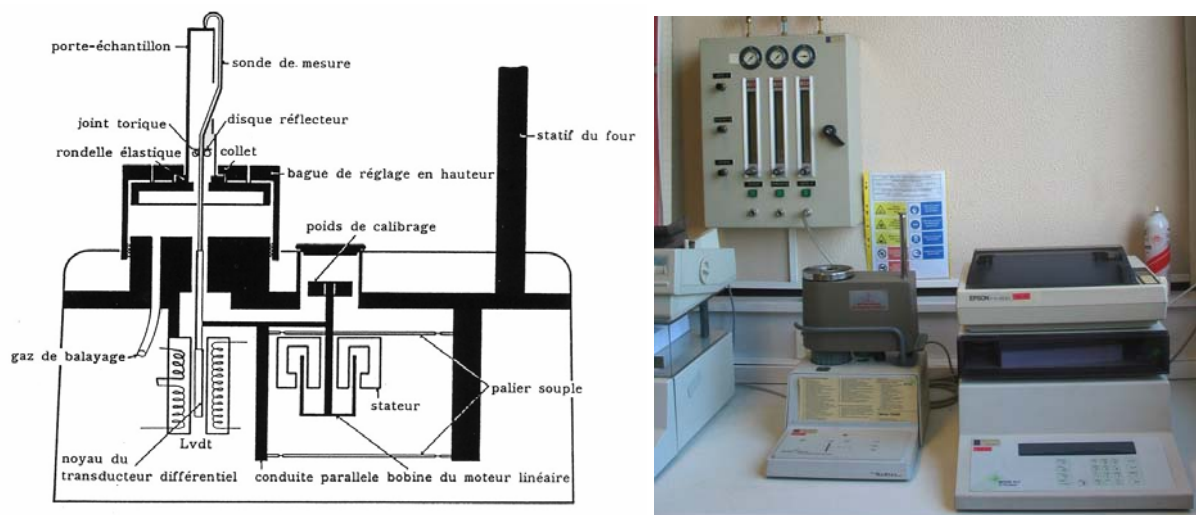


Figure 3.35 – Cellule d'analyse thermomécanique TMA40

Cet essai a pour avantage de permettre de mesurer la variation de volume au passage de la transition solide/liquide. Pour cela, les essais ont été réalisés à vitesse de chauffage constante. Le creuset est chauffé à des vitesses de 10, 20, 30 et 40°C/min et le déplacement du bouchon, correspondant à l'augmentation du volume de la glycérine et du polyéthylène, est enregistré. Une mesure préalable avec un creuset contenant uniquement la glycérine permet d'obtenir l'augmentation du volume du polyéthylène seul par soustraction des deux courbes de déplacement obtenues.

d) Mesures avec le rhéomètre

Pour compléter les mesures de TMA, la dilatation thermique a été mesurée à l'état fondu à l'aide d'un rhéomètre capillaire RHEOPLAST. Les essais consistent à faire chauffer la matière à une température supérieure à la température de fusion. Le réservoir du rhéomètre, de 8 mm de diamètre, est alors rempli par la matière fondue. Un piston de même diamètre que le réservoir pousse la matière de façon à l'éjecter par l'orifice du rhéomètre (figure 3.36). La course du piston au cours de l'essai permet de connaître le volume de polymère évacué. En pesant ce volume nous obtenons la masse volumique en fonction de la température.

L'erreur commise provient du jeu entre le piston et le réservoir et reste très faible. La précision des mesures est augmentée par une course importante du piston (de l'ordre de 50 mm).

Les essais ont été réalisés aux températures suivantes : 160, 190, 220 et 250°C.

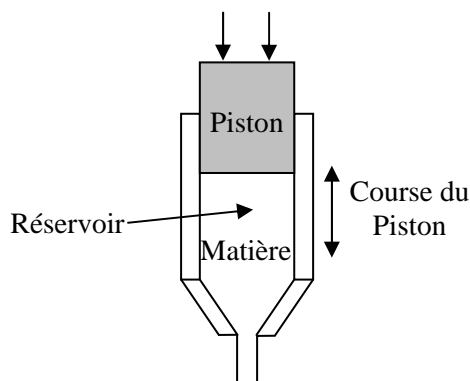


Figure 3.36 – Schéma du rhéomètre capillaire

3.7.2 Résultats et modélisation de la dilatation thermique

3.7.2.1 Mesures des évolutions de volume dans les états solide et liquide

La figure 3.37 représente l'évolution du volume spécifique du polyéthylène seul (après soustraction de la variation de volume de la glycérine) entre 25 et 220°C.

La première remarque à faire est qu'aux basses températures (en dessous de 80°C) les résultats sont imprécis sauf pour l'essai à 10°C/min qui présente une augmentation linéaire du volume. Par contre, entre 80 et 120°C toutes les courbes sont superposées, ce qui paraît logique car à l'état solide la variation de volume est indépendante de la vitesse de chauffage.

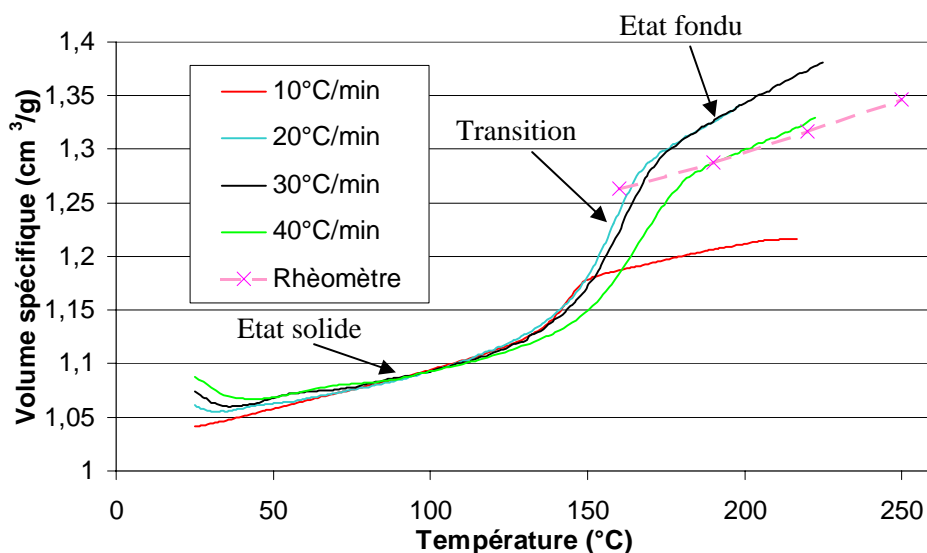


Figure 3.37 – Evolution du volume spécifique du polyéthylène en fonction de la température mesurée avec la TMA avec des vitesses de chauffage de 10, 20, 30 et 40°C/min et mesurée par rhéomètre capillaire entre 160 et 250°C

La courbe obtenue à une vitesse de chauffage de 10°C/min est bien différente des autres au-dessus de 140°C. Ceci est dû à des difficultés lors des essais qui n'ont pas permis d'avoir des résultats fiables à cette vitesse. De plus, des problèmes purement matériels nous ont empêché de reproduire l'essai. Ainsi, au-dessus de 140°C, la courbe à 10°C/min est inutilisable.

En ce qui concerne les essais à 20, 30 et 40°C/min, les allures des trois courbes sont sensiblement identiques. Elles peuvent être divisées en plusieurs parties, représentées sur la figure 3.37 : une première partie à basse température (inférieure à 130°C) où la matière est à l'état solide et durant laquelle le volume augmente quasi linéairement ; une seconde partie où se produit la transition solide/liquide et pendant laquelle le volume augmente plus rapidement du fait de la fusion des cristaux dont la densité est beaucoup plus grande que la phase amorphe ; une troisième partie, correspondant aux températures où la matière a totalement fondu et pendant laquelle le volume augmente de nouveau linéairement (au-dessus de 160°C).

Il est à noter que la transition solide/liquide, correspondant à l'augmentation brutale du volume spécifique, se produit à des températures bien supérieures (aux alentours de 160°C) à celles qui avaient été mesurées par DSC au paragraphe 3.3.3 (aux alentours de 130°C). Ceci est dû à la grande taille du creuset qui induit une différence entre la température du creuset (imposée par la TMA) et la température réelle du granulé qui n'est pas très bien compensée par la fonction du four.

Le domaine de températures correspondant à la transition solide/liquide augmente avec la vitesse de chauffage, conformément aux résultats de DSC du paragraphe 3.3.3.

A des températures élevées (à partir de la transition solide/liquide), la fluidification de la glycérine, qui peut alors passer entre le bouchon et le creuset, fausse les mesures et celles-ci ne sont donc pas fiables. C'est pourquoi la rhéométrie capillaire a été utilisée pour mesurer la dilatation thermique à l'état fondu.

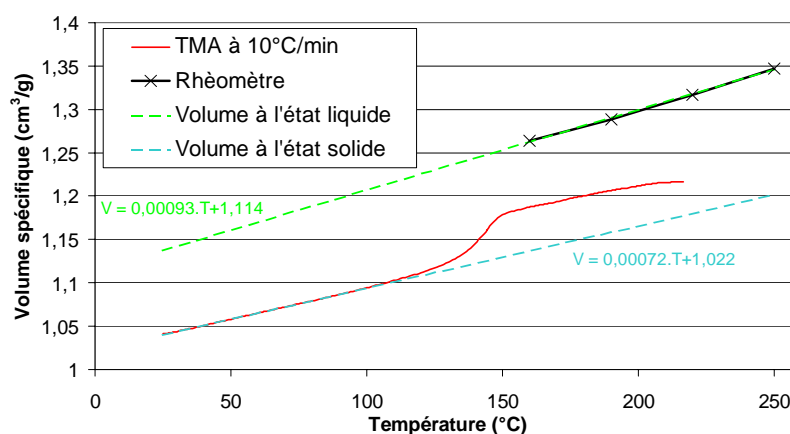


Figure 3.38 – Evolution du volume spécifique du polyéthylène en fonction de la température mesuré avec la TMA à 10°C/min et par rhéomètre entre 160 et 180°C. Les droites représentant les évolutions des volumes à l'état liquide et solide sont dessinées

Les mesures par rhéomètre ont été faites à 160, 190, 220 et 250°C. Le volume spécifique augmente linéairement sur la gamme de température étudiée. La figure 3.37 montre que l'évolution du volume spécifique obtenu avec cette deuxième méthode est sensiblement différente de la première. Compte

tenu du fait que dans la phase liquide les essais de rhéométrie capillaire sont très précis en comparaison des essais de TMA, nous retiendrons cette technique pour décrire l'évolution du volume spécifique à l'état fondu.

L'évolution du volume peut être décrite par les droites de régression obtenues à partir des essais de TMA pour l'état solide et des essais de rhéométrie capillaire pour l'état liquide. La figure 3.38 montre ces droites de régressions ainsi que les données expérimentales ayant servi à les tracer.

Pour l'état solide, le volume spécifique, v_s , est décrit par la relation suivante :

$$v_s = 0,00072.T + 1,022 \quad (T \text{ en } ^\circ\text{C}) \quad (3.49)$$

Pour l'état liquide, le volume spécifique, v_L , est décrit par la relation suivante :

$$v_L = 0,00093.T + 1,114 \quad (T \text{ en } ^\circ\text{C}) \quad (3.50)$$

3.7.2.2 Evolution du volume spécifique au cours de la transition solide/liquide

La dilatation thermique au niveau de la transition solide/liquide étant fortement liée à la fusion ou à la cristallisation de la matière (formation ou fusion des cristaux), l'évolution du coefficient de dilatation est donc fonction du taux de phase liquide. On se propose donc de représenter l'évolution du volume spécifique en utilisant la loi des mélanges :

$$v = \alpha_L \cdot v_L + (1 - \alpha_L) \cdot v_s \quad (3.51)$$

où v , v_L et v_s sont respectivement les volumes spécifiques de l'échantillon, de la phase liquide et de la phase solide.

Le volume spécifique de la phase solide est donné par l'équation de la droite obtenue avec les résultats des essais de TMA à basse température (équation 3.49) et le volume spécifique de la phase liquide est donné par l'équation de la droite obtenue avec les résultats des essais de rhéométrie capillaire à haute température (équation 3.50).

L'évolution du volume spécifique est alors connue quelle que soit la vitesse de chauffage ou de refroidissement puisque le taux de cristallinité est déterminé à partir des lois de fusion et de cristallisation des paragraphes 3.2 et 3.3. La figure 3.39 retrace l'évolution du volume spécifique en fonction de la température et de la vitesse de chauffage ou de refroidissement calculée à l'aide des équations (3.49), (3.50) et (3.51). Les données expérimentales y sont également représentées. Il apparaît qu'au cours de la transition solide/liquide le volume évolue différemment suivant la vitesse de chauffage et de refroidissement. Les différences observées entre la théorie et les mesures sont dues à l'imprécision des résultats obtenus par TMA (température de l'échantillon mal connue et fuite de

glycérine à haute température) et, dans une moindre mesure, au fait que les lois de cristallisation et de fusion ne prédisent qu'une partie de la transformation (cristallisation primaire).

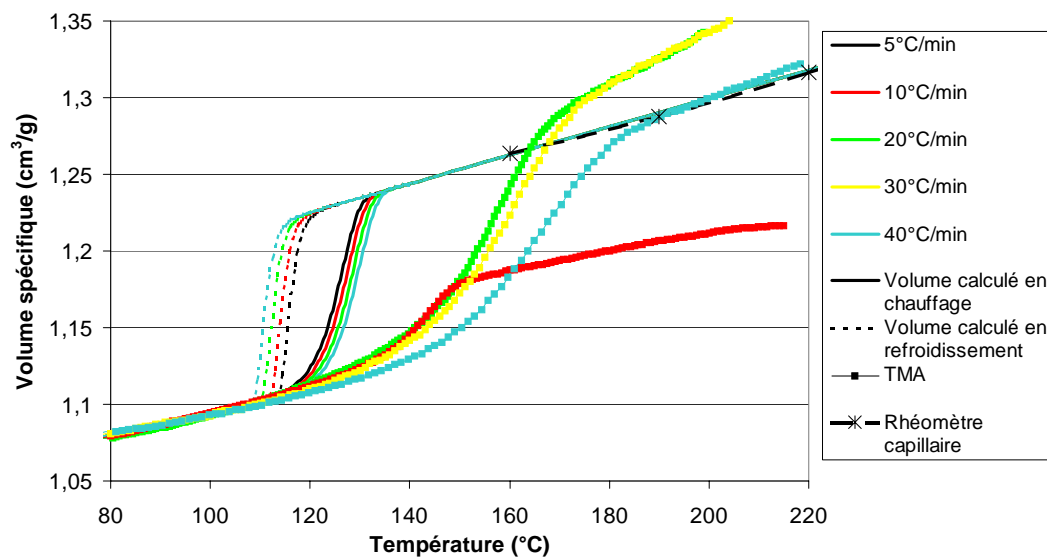


Figure 3.39 – Evolution du volume spécifique en fonction de la température et des vitesses de chauffage et de refroidissement obtenue avec une loi des mélanges. Les évolutions des volumes spécifiques obtenues avec essais à basse et haute température à partir desquelles la pondération est effectuée sont également tracées

A partir des évolutions du volume spécifique il est possible de déterminer un coefficient de dilatation thermique volumique, α_v , en utilisant l'équation suivante :

$$\alpha_v = \frac{1}{V(T)} \frac{\Delta V}{\Delta T} \quad (3.52)$$

où V est le volume, ΔV est la variation de volume et ΔT est la variation de température.

3.8 Conclusion

Ce chapitre nous a permis de mieux connaître le comportement du polyéthylène utilisé au cours du soudage bout à bout. En effet, des lois de cristallisation et de fusion ont été déterminées, des lois rhéologiques à l'état solide, à l'état liquide et dans la transition liquide/solide ont été obtenues, et finalement l'évolution du volume spécifique a été tracée en fonction des cinétiques de chauffage et de refroidissement.

La loi de cristallisation permet de connaître le taux de phase liquide en fonction du temps et de la température. Elle a été déterminée à partir des lois d'Avrami et d'Ozawa et permet donc de représenter la cristallisation primaire, c'est-à-dire la cristallisation qui a lieu dans les premiers instants de la

transformation. Il a donc été supposé que la quasi-totalité de la solidification se fait dans cette partie de la transition. L'étude de la rhéologie a ensuite démontré que cette hypothèse était justifiée.

La cristallisation se fait sur une plage de températures d'environ 10°C et la transition se fait aux alentours de 115°C en fonction de la vitesse de refroidissement.

La loi de fusion permet également de connaître le taux de phase liquide en fonction du temps et de la température. Sa forme est similaire à celle de la loi de cristallisation mais les paramètres ont été ajustés de façon à décrire les courbes d'évolution du taux de phase liquide au cours de la fusion. A l'inverse de la loi de cristallisation, cette loi ne tient compte que de la dernière partie de la fusion dans laquelle on suppose que la majorité de la fluidification du matériau se produit.

La fusion se fait sur une plage de température d'environ 20°C et la transition se fait autour de 130°C suivant la vitesse de chauffage.

L'étude du comportement rhéologique du polyéthylène à l'état fondu a été réalisée par rhéométrie oscillatoire. Une loi de comportement de Carreau – Yasuda permet de bien représenter l'évolution de la viscosité au-dessus de la température de fusion. A 130°C et à une vitesse de déformation de 1 rad/s, la viscosité du polyéthylène étudié est de 42600 Pa.s.

Afin de tenir compte de la dépendance de la viscosité à la température, une loi d'Arrhénius a été utilisée. L'énergie d'activation servant à déterminer les paramètres de la loi d'Arrhénius a été obtenue en traçant les courbes maîtresses des modules G' et G'' . Cette énergie d'activation vaut 24030 J/mol.

Ainsi, la rhéologie à l'état liquide du polyéthylène est à présent connue en fonction de la vitesse de déformation et de la température.

L'étude du comportement rhéologique du polyéthylène à l'état solide a été réalisée par DTMA. Le modèle numérique n'intègre qu'un seul type de loi de comportement pour les états solide et liquide. Ainsi, le polymère à l'état solide a été considéré comme étant un fluide très visqueux.

Une loi puissance permet de représenter l'évolution de la viscosité à l'état solide à des températures proches de la transition solide/liquide. A des températures inférieures 60°C, les courbes théoriques ne se superposent pas bien aux valeurs expérimentales, mais cela n'est pas un problème car au cours du soudage et à cette température, la pression appliquée sur les tubes ne permet qu'une déformation élastique de la matière. A 80°C et à une vitesse de déformation de 2rad/s, la viscosité du polyéthylène étudié est de $1,2 \cdot 10^9$ Pa.s.

Afin de tenir compte de la dépendance de la viscosité à la température, une loi thermique exponentielle " $-\beta T$ " a été utilisée. Les paramètres de cette loi ont été obtenus en traçant les courbes maîtresses des modules M' et M'' . Le paramètre β vaut $0,2647 \text{ K}^{-1}$.

Ainsi, la rhéologie à l'état solide du polyéthylène est à présent connue en fonction de la vitesse de déformation et de la température.

La transition liquide/solide a été traitée comme étant un mélange de matière à l'état solide et à l'état liquide. La viscosité au cours de la transition est fonction du taux de phase solide (déterminé par les lois de fusion ou de cristallisation) et suit une loi basée sur la loi des mélanges avec un poids moindre du solide par rapport au liquide dans les premiers instant de la cristallisation et dans les derniers instants de la fusion.

L'évolution de la viscosité entre les deux états se fait alors à des températures différentes en fonction des vitesses de chauffage ou de refroidissement. Au cours du refroidissement, la température de début de transition obtenue à l'aide des lois théoriques est en accord avec les résultats du RMS.

L'évolution du volume spécifique du polyéthylène en fonction de la température a été déterminée. Deux techniques de mesures ont été utilisées : la TMA pour la phase solide et le rhéomètre capillaire pour la phase liquide.

Les résultats de TMA sont très imprécis, notamment à haute température, mais permettent tout de même de décrire l'évolution de volume avec la température du polymère à l'état solide. Les résultats de rhéométrie capillaire sont plus précis et donnent l'évolution du volume à l'état fluide.

Ces évolutions sont linéaires dans les deux phases mais les coefficients directeurs sont légèrement différents (0,00072 pour la phase solide et 0,00093 pour la phase liquide).

Au moment de la transition solide/liquide, la variation de volume est très importante, de l'ordre de 25% entre 20 et 200°C. Cette variation est fonction du taux de phase liquide et suit une loi des mélanges entre les évolutions mesurées dans les états liquide et solide. Ainsi, l'évolution brutale du volume se fait à des températures différentes en fonction des vitesses de chauffage ou de refroidissement.

Bibliographie

- [1] Avrami M. “Kinetics of phase change. I. General theory”. *Journal of Chemical Physics*. 7:1103 ; 1939
- [2] Avrami M. “Kinetics of phase change. II. Transformation-time relations for random distribution of nuclei”. *Journal of Chemical Physics*. 8:212 ; 1940
- [3] Avrami M. “Kinetics of phase change. III. Granulation, phase change, and microstructure”. *Journal of Chemical Physics*. 9:177 ; 1941
- [4] Evans UR. “The laws of expanding circles and spheres in relation to the lateral growth of surface films and the grain-size of metals”. *Transfert Faraday Society*. 41:365; 1945
- [5] Ozawa T. “Kinetics of non-isothermal crystallization”. *Polymer*. 12:150 ; 1971
- [6] Nakamura K., Watanabe K., Katayama K., Amano T. “Some aspects of nonisothermal crystallization of polymers. I. Relationship between crystallization temperature, crystallinity, and cooling conditions”. *Journal of Applied Polymer Science*. 16:1077 ; 1972
- [7] Nakamura K., Katayama K., Amano T. “Some aspects of nonisothermal crystallization of polymers. II. Consideration of the isokinetic condition”. *Journal of Applied Polymer Science*. 17:1031 ; 1973
- [8] Hieber CA. “Correlation for the quiescent crystallization kinetics of isotactic polypropylene and poly(ethylene terephthalate)”. *Polymer*. 36(7):1455 ; 1995
- [9] Leblond JB., Devaux J. “A new kinetic model for anisothermal metallurgical transformations in steels including effect of austenite grain size”. *Acta Metallurgica*. 32(1):137 ; 1984
- [10] Fernandes F. “Modélisation et calcul de l'évolution de la température et de la microstructure au cours du refroidissement des aciers”. Thèse de doctorat à l'INPL, Nancy. 1985
- [11] Nicodeau C. “Modélisation du soudage en continu de composites à matrice thermoplastique”. Thèse de doctorat, ENSAM. 2005
- [12] Velisaris CN., Seferis JC. “Crystallization kinetics of polyetheretherketone (PEEK) matrices”. *Polymer Engineering and Science*. 26(22):1574 ; 1986
- [13] Hillier IH. “Modified Avrami equation for the bulk crystallization kinetics of spherulitic polymers”. *Journal of Polymer Science*. A3:3067 ; 1965

-
- [14] Tobin MC. “Theory of phase transition kinetics with growth site impingement. I. Homogeneous nucleation”. *Journal of Polymer Science, Polymer Physics Edition*. 12:399 ; 1974
- [15] Tobin MC. “Theory of phase transition kinetics with growth site impingement. II. Heterogeneous nucleation”. *Journal of Polymer Science, Polymer Physics Edition*. 14:2253 ; 1976
- [16] Tobin MC. “Theory of phase transition kinetics with growth site impingement. III. Mixed heterogeneous-homogeneous nucleation and nonintegral exponents of the time”. *Journal of Polymer Science, Polymer Physics Edition*. 15:2269 ; 1977
- [17] Hinrichs V., Kalinka G., Hinrichsen G. “An Avrami-based model for the description of the secondary crystallization of polymers”. *Journal of Macromolecular Science, Physics*. B35(3&4):295 ; 1996
- [18] Parant O. “Etude expérimentale et calcul des contraintes résiduelles dans les tubes extrudés en polyéthylène”. Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris. 2002
- [19] Billon N., Barq P., Haudin JM. “Modelling of the cooling of semi-crystalline polymers during their processing”. *International Polymer Processing VI*. 4:348 ; 1991
- [20] Czornyj G., Wunderlich B. “Preparation and study of separated single crystals of extended-chain polyethylene”. *Journal Polymer Science Part B : Polymer Physics*. 15:1905 ; 1977
- [21] Maffezzoli AM., Kenny JM., Nicolais L. “Welding of PEEK/carbon fiber composite laminates”. *SAMPE Journal*. 25(1):35 ; 1989
- [22] Ageorges A., Ye L., Mai YW. “Characteristics of resistance welding of lap-shear coupons. Part III. Crystallinity”. *Composites Part A*. 29:921 ; 1998
- [23] Agassant JF., Avenas P., Sergent JP., Vergnes B., Vincent M. “La mise en forme des matières plastiques”. 3^e édition. Tec et Doc Lavoisier, 1996
- [24] Pantani R., Coccorullo I., Speranza V., Titomanlio G. “Modeling of morphology evolution in the injection molding process of thermoplastic polymers”. *Progress in Polymer Science*. 30:1185 ; 2005
- [25] Titomanlio G., Speranza V., Brucato V. “On the simulation of thermoplastic injection molding process. Part 2. Relevance of interaction between flow and crystallisation”. *International Polymer Processing*. 12:45 ; 1997
- [26] Pantani R., Speranza V., Titomanlio G. “Relevance of crystallisation kinetics in the simulation of the injection molding process”. *International Polymer Processing*. 16:61 ; 2001
-

-
- [27] Acierno S., Grizzuti N. “Measurements of the rheological behavior of a crystallizing polymer by an ‘inverse quenching’ technique”. *Journal of Rheology*. 47:563 ; 2003
- [28] Floudas G., Hilliou L., Lellinger D., Alig I. “Shear-induced crystallization of poly(ϵ -caprolactone). 2. Evolution of birefringence and dichroism”. *Macromolecules*. 33: 6466 ; 2000
- [29] Pogodina NV., Lavrenko VP., Srinivas S., Winter HH. “Rheology and structure of isotactic polypropylene near the gel point : quiescent and shear-induced crystallization”. *Polymer*. 42:9031 ; 2001
- [30] Wassner E., Maier RD. “Shear-induced crystallization of polypropylene melts”. *Proceedings of the international congress on rheology, 13th*, Cambridge, UK, 2000
- [31] Pogodina NV., Winter HH. “Polypropylene crystallization as a physical gelation process”. *Macromolecules*. 31:8164 ; 1998
- [32] Boutahar K., Carrot C., Guillet J. “Polypropylene during crystallization From the melt as a model for the rheology of molten-filled polymers”. *Journal of Applied Polymer Science*. 60:103 ; 1996
- [33] Katayama K., Yoon MG. “Polymer crystallization in melt spinning : mathematical simulation”. In : Ziabicki A., Kawai H., editors. *High-speed fiber spinning*. New-York : Wiley ; p. 207 ; 1985
- [34] Shimizu J. Okui N, Nikutani T, et al. “Simulation of dynamics and structure formation in high-speed melt spinning”. In : Ziabicki A., Kawai H., editors. *High-speed fiber spinning*. New-York : Wiley ; p. 173 ; 1985
- [35] Han S, Wang KK. “Shrinkage prediction for slowly crystallizing thermoplastic polymers in injection molding”. *International Polymer Processing*. 12:228 ; 1997
- [36] Tanner R. “On the flow of crystallizing polymers. I. Linear regime”. *Journal of Non-Newton Fluid Mechanical*. 112:251 ; 2003
- [37] Metzner AB. “Rheology of suspensions in polymeric liquids”. *Journal of Rheology*. 29:739 ; 1985
- [38] Dlubek G., Saarinen K., Fretwell HM. “The temperature dependence of the local free volume in polyethylene and polytetrafluoroethylene : a positron lifetime study”. *Journal of Polymer Science, Part A, Polymer Physics*. 36(9):1513 ; 1998
- [39] Slutsker AI., Hilyarov VL., Layus LA., Gofman IV. “The conformational mechanism of thermoelasticity of oriented polyethylene”. *International Journal of Polymeric Materials*. 53(2):173 ; 2004
-

Chapitre 4

Modélisation et simulation numérique des phénomènes thermo-mécaniques du procédé de soudage bout à bout

4.1 Introduction

L'intérêt de la simulation numérique pour le soudage bout à bout est multiple. Elle permet, en effet, de pouvoir s'assurer que la physique du procédé a bien été comprise, puis d'améliorer la compréhension du soudage en comparant les résultats expérimentaux à ceux de la simulation.

La simulation des déformations et de la thermique lors du soudage bout à bout a été réalisée à l'aide du logiciel Forge2®, qui est un logiciel initialement destiné au forgeage des métaux.

Ce chapitre a pour but de présenter la simulation du soudage bout à bout avec le logiciel Forge2®. Il est organisé de la façon suivante :

- bibliographie concernant les principaux travaux de simulation du soudage bout à bout,
- description du fonctionnement et des équations résolues par le logiciel Forge2® utilisé pour simuler le soudage bout à bout,
- présentation de la géométrie utilisée et du maillage,
- modifications apportées à Forge2® afin de pouvoir modéliser le procédé de soudage bout à bout :
 - évolution du taux de phase liquide lors de la fusion et de la cristallisation de la matière,
 - évolution du comportement rhéologique de la matière en fonction du taux de phase liquide,
 - intégration de l'enthalpie de cristallisation.

4.2 Bibliographie concernant la simulation du soudage bout à bout

Le soudage bout à bout met en jeu des phénomènes thermiques et mécaniques qui interviennent de différentes façons dans chaque phase du procédé. Ainsi beaucoup d'auteurs ne s'intéressent qu'à un seul phénomène ou qu'à une seule phase.

Pimputkar [1, 2] a modélisé le soudage bout à bout. Les étapes de son procédé se réduisent à la phase de chauffage (sans pression imposée) et à la phase de soudage (plaquage des tubes l'un sur l'autre avec une pression). Le modèle permet de calculer la température et le déplacement de matière au cours du temps lors du procédé. Les paramètres d'entrée du modèle sont : les propriétés du matériau, la géométrie du tube, la température de la plaque chauffante et la température initiale du tube, les temps de chauffage et de soudage et la pression appliquée.

La viscosité de la matière à l'état fondu est représentée par une loi puissance associée à une fonction de dépendance à la température :

$$\eta = K \exp(-\beta T) |\dot{\gamma}|^{m-1} \quad (4.1)$$

où K et β sont des constantes déterminées expérimentalement, m est l'indice de pseudoplasticité.

Un certain nombre d'hypothèses ont été faites pour calculer la température et le déplacement de matière en fonction du temps. Les hypothèses les plus fortes sont les suivantes :

- la température est considérée comme étant fonction uniquement de la distance au plan de soudage. Ceci signifie que le rayonnement (lorsque le miroir est plus grand que le tube) et la convection en surface du tube sont négligés rendant le problème 1D, ce qui n'est pas le cas en réalité (voir chapitre 2),
- la limite entre le polymère solide et le polymère fondu est considérée comme étant un plan permettant de considérer la phase de soudage comme une compression d'un fluide non Newtonien entre deux plans rigides. Or, en réalité la transition liquide/solide se fait progressivement (voir chapitre 3) et le passage d'une phase à l'autre se fait sur une zone relativement large ne permettant pas de limiter la transition à un plan,
- la viscosité est calculée à partir de la température moyenne de la zone fondue. Ainsi, toute la partie fondue a la même viscosité à un instant t , ce qui n'est pas le cas en réalité.

Les calculs de température dans le tube correspondent assez bien aux mesures effectuées, cependant les valeurs de déplacement des tubes calculés sont plus ou moins éloignées des valeurs mesurées expérimentalement en fonction des propriétés des matériaux testés. Ceci est dû aux hypothèses, notamment au niveau de la viscosité de la matière qui est identique en chaque point d'une phase donnée (liquide ou solide) à un instant t .

Shillitoe et al. [3] ont utilisé le logiciel commercial ABAQUS (adapté aux transferts de chaleur et au calcul de structure) pour simuler le procédé de soudage bout à bout. La simulation est basée sur la méthode des éléments finis bien adaptée aux problèmes non linéaires et thermo dépendants. L'analyse est découplée puisque, à chaque incrément de temps, est effectué successivement une analyse thermique et une analyse de la déformation.

Les calculs sont faits en 2D axisymétrique et les mailles sont de forme rectangulaire ne permettant pas la représentation de formes complexes possible avec des mailles triangulaires (utilisées par Forge2).

Seules les trois premières secondes de la phase d'égalisation ont été simulées par Shillitoe et al. Le calcul est fait sur un maillage comprenant seulement 2 mm du tube à partir du miroir chauffant, celui-ci étant affiné au niveau du contact avec le miroir et en surface du tube. Ils prennent en compte la thermo dépendance des propriétés thermiques et rhéologiques de la matière mais utilisent un coefficient de dilatation thermique constant.

L'écoulement de la matière n'est pas réaliste puisque la partie fluide est considérée comme un solide "mou". En effet, un module élastique en compression est utilisé pour la partie solide et un module "équivalent" est utilisé pour la partie fondue.

Le pas de temps, Δt , a été optimisé afin d'éviter les oscillations dans la solution et de ne pas avoir un pas de temps trop petit afin de limiter le temps de calcul. La relation utilisée est la suivante [4] :

$$\Delta t = \frac{L^2}{6\alpha} \quad (4.2)$$

où L est la taille de maille et α est la diffusivité thermique.

Les conditions aux limites et initiales utilisées pour le calcul thermique sont les suivantes :

- la température initiale du tube,
- la température de l'air,
- la température du miroir, c'est-à-dire la température aux nœuds en contact avec le miroir,
- le coefficient d'échange entre le tube et l'air, constant sur toutes les surfaces.

En ce qui concerne le calcul de la déformation au contact entre le tube et le miroir, les nœuds ne peuvent pas se déplacer dans la direction perpendiculaire au miroir. Par ailleurs, ce n'est pas une force qui est imposée sur la surface opposée au miroir mais un déplacement constant, ce qui n'est pas le cas en réalité (voir chapitre 2).

Les isovaleurs de température obtenues en fin de simulation correspondent assez bien à la réalité et la déformation de la matière fait apparaître la formation du bourrelet (figure 4.1). Cependant le calcul ne comprend que les trois premières secondes de l'égalisation et ne permet donc pas de savoir s'il est possible de simuler la suite du procédé, notamment lorsque des grandes déformations apparaissent en début de phase de soudage.

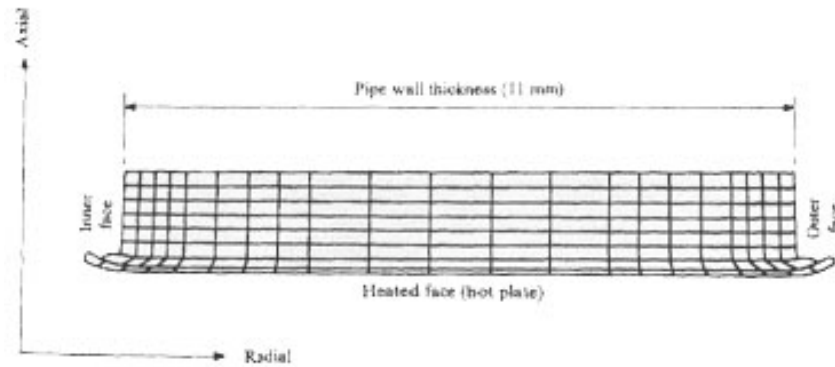


Figure 4.1 – Allure du maillage du tube après 3s dans la phase d'égalisation obtenu par Shillitoe et al. [3]

Benkreira et al. [5, 6] ont également modélisé la phase d'égalisation. Le modèle permet de déterminer la vitesse d'avancée du tube ainsi que la taille de la couche de polymère fondu durant cette phase, mais aussi la position du plan de cisaillement nul et la position du plan où s'effectue le changement de signe de l'écoulement suivant le rayon (figure 4.2).

L'épaisseur de la couche de polymère fondu étant petite devant l'épaisseur du tube, celle-ci a été traitée comme un film comprimé entre deux plans parallèles, permettant ainsi d'utiliser l'approximation de la lubrification hydrodynamique pour simplifier les solutions des équations qui gouvernent le procédé (équations de continuité, de quantité de mouvement et de la chaleur). La partie fondue a été traitée comme un fluide non isotherme obéissant à une loi de comportement du type loi puissance. Par contre, les propriétés thermiques sont constantes dans chaque phase (liquide ou solide), l'enthalpie de fusion apparaît à une seule température fixe et la dilatation thermique n'est pas prise en compte.

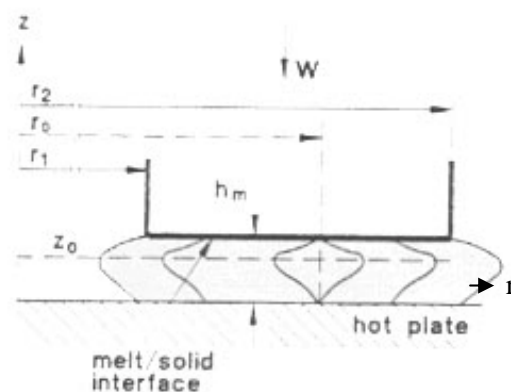


Figure 4.2. Allure simplifiée de l'écoulement au niveau de la soudure dessiné par Benkreira et al. [5]. z_0 est la position du plan de cisaillement nul et r_0 est la position du plan où s'effectue le changement de signe de l'écoulement suivant le rayon

Les épaisseurs de la couche fondue calculée à partir de ce modèle dans la phase d'égalisation ont été comparées aux épaisseurs mesurées expérimentalement pour plusieurs températures de miroir. Les

valeurs des deux méthodes semblent se superposer. Cependant, ce modèle est limité du fait des différentes hypothèses réalisées. Encore une fois, les auteurs se limitent à la phase d'égalisation.

Wood [7] présente une méthode pour décrire et simuler les transferts thermiques dans les tubes thermoplastiques durant toutes les étapes du soudage bout à bout. Pour cela il utilise la méthode des différences finies dans la région proche du plan de soudage. La géométrie est 2D axisymétrique et le maillage est formé de rectangles dont la taille est réduite près du plan de soudage. Les propriétés thermiques sont thermo dépendantes mais la température de fusion est fixée à une valeur constante.

Le modèle tient compte de l'avancée des tubes durant les phases sous pression. Il s'agit d'utiliser les valeurs de la vitesse d'avancée des tubes en fonction de la température du miroir et de la pression appliquée sur les tubes (données par Benkreira et al. [5]) pour ajuster le champ de température. Seule la thermique étant traitée dans cette étude, la quantité de matière éjectée dans le bourrelet n'est pas calculée.

Les conditions aux limites et initiales utilisées pour le calcul thermique sont les suivantes :

- la température initiale du tube,
- la température de l'air,
- le coefficient d'échange entre le tube et l'air, constant sur toutes les surfaces,
- la pression appliquée sur les tubes qui permet de connaître l'avancée des tubes et d'ajuster le champ de température en conséquence.

Suivant les différentes étapes, la condition au niveau du plan de soudage varie :

- température du miroir pour les phases d'égalisation et de chauffage,
- échange convectif entre le tube et l'air pour la phase de retrait du miroir,
- flux de chaleur nul traduisant le contact avec l'autre tube durant la phase de soudage.

Wood met en évidence l'importance de la thermo dépendance des propriétés thermiques (k , ρ , C_p) en comparant des calculs réalisés avec des variables constantes et dépendant de la température.

Des prédictions correctes de l'évolution de la température en fonction du temps et de la distance au plan de soudage ont été faites. A partir de l'avancée des tubes et de mesures de la zone affectée thermiquement, l'évolution de la couche de polymère fondu a été calculée mais les résultats obtenus ne concordent avec les valeurs expérimentales que dans les premières secondes de la phase d'égalisation.

Dans cette étude, seule la thermique du procédé est traitée et la formation du bourrelet n'a donc pas été décrite.

En conclusion, plusieurs méthodes pour modéliser le procédé de soudage bout à bout ont été analysées. Beaucoup se limitent à des calculs de la première phase, voire des quelques premières secondes, du procédé. De plus, de nombreuses hypothèses ont été faites et dans certains cas seule la thermique est traitée sans tenir compte de la déformation. Il est donc indispensable d'apporter de nombreuses améliorations si l'on veut proposer une modélisation correcte du procédé dans son ensemble.

Dans la présente étude on se propose donc de simuler les phénomènes thermo-mécaniques du procédé dans son intégralité, de la phase d'égalisation à la phase de soudage en passant par le chauffage, en utilisant des conditions aux limites et des paramètres de soudage se rapprochant au maximum des valeurs réelles. Un certain nombre de phénomènes tels que l'évolution du taux de phase liquide et la transition liquide/solide sont également pris en compte.

4.3 Description du logiciel Forge2®

Forge2® est un code de simulation en deux dimensions basé sur la méthode des éléments finis développé pour modéliser les procédés de mise en forme des métaux (forgeage, laminage,...). Dans la présente étude, ce code a été utilisé et adapté à la simulation du procédé de soudage bout à bout de tubes de polyéthylène.

Le choix de Forge2® est basé sur le fait que ce logiciel résout très bien les problèmes thermiques et mécaniques responsables de la formation des soudures. D'autre part, si on ne tient pas compte de la gravité, la géométrie utilisée pour la simulation est axi-symétrique. Le logiciel Forge2® permet de traiter ce type de problème 2D axi-symétrique. Ainsi, l'utilisation d'un logiciel de calcul en 3D (comme Forge3® par exemple), dont les temps de calculs sont longs par rapport à un logiciel 2D, n'est pas nécessaire, sauf pour voir la dissymétrie due à la gravité.

Une description des problèmes de mécanique et de thermique est présentée dans ce paragraphe. Pour plus de détails sur les méthodes de résolution des différents problèmes, le lecteur pourra se référer à Aliaga [8].

4.3.1 Les équations de la mécanique

La partie mécanique est résolue par l'intégration numérique de deux équations provenant de deux principes généraux détaillés ci-dessous.

4.3.1.1 Equation de continuité

L'équation de continuité s'écrit de la façon suivante :

$$\frac{\partial \rho}{\partial t} + \text{div}(\rho.v) = 0 \quad (4.3)$$

4.3.1.2 Equation de la quantité de mouvement

L'équation de la quantité de mouvement s'écrit de la façon suivante :

$$\rho \cdot \gamma = \text{div}(\sigma) + \rho \cdot g \quad (4.4)$$

où γ est l'accélération, g est l'accélération due à la gravité et σ est le tenseur des contraintes de Cauchy.

Les effets de la gravité et de l'inertie sont négligés lors des simulations réalisées. Finalement, l'équation (4.4) est simplifiée et devient :

$$\text{div}(\sigma) = 0 \quad (4.5)$$

Les conditions aux limites sont exprimées de la façon suivante :

- en contrainte :

$$\tau = \sigma \cdot n = P \quad \text{sur } \partial\Omega_L \quad (4.6)$$

où $\partial\Omega_L$ est la surface sur laquelle on applique une pression P lors du procédé de soudage. Sur les surfaces libres, la condition devient : $\sigma \cdot n = 0$.

- en frottement :

$$\tau = \tau_f \quad \text{sur } \partial\Omega_C \quad (4.7)$$

où τ_f est la contrainte de cisaillement et $\partial\Omega_C$ est la surface en contact avec l'outil.

4.3.1.3 Formulation faible du problème mécanique

Soit Ω un domaine borné dans \mathbb{R}^3 de frontière $\partial\Omega$ régulière. L'équilibre du domaine Ω s'écrit :

$$\begin{cases} \text{div}(\sigma) = 0 \\ \text{div}(\rho \cdot v) = -\frac{\partial \rho}{\partial t} \end{cases} \quad (4.8)$$

En considérant un champ de vitesse virtuel v^* avec les bonnes propriétés d'intégrabilité et de dérivabilité, et en réalisant une intégration sur le domaine Ω , on obtient la forme faible de l'équation d'équilibre, appelée "principe des travaux virtuels" :

$$v \in V, \forall v^* \in V,$$

$$\int_{\Omega} \sigma : \dot{\varepsilon}^* dV - \int_{\partial\Omega_L} P \cdot v^* dS + \int_{\partial\Omega_C} \tau_f \cdot \Delta v^* dS = 0 \quad (4.9)$$

où $\dot{\varepsilon}$ est le tenseur des vitesses de déformation, $\dot{\varepsilon}^*$ est le tenseur des vitesses de déformation associé à la vitesse virtuelle v^* , P est la pression appliquée sur Ω par l'intermédiaire de la surface $\partial\Omega_L$, Δv^* est la vitesse de glissement pour le frottement agissant sur la surface $\partial\Omega_C$ (équation 4.7) et V est l'ensemble des champs de vitesse admissibles défini par (4.3) tel que :

$$V = \left\{ v, \operatorname{div}(\rho \cdot v) = -\frac{\partial \rho}{\partial t} \right\} \quad (4.10)$$

Dans l'équation (4.9), le tenseur des contraintes de Cauchy (σ) est exprimé à l'aide d'une loi de comportement.

4.3.1.4 La compressibilité

Le volume du matériau varie avec la température. Cette variation est reliée au coefficient de dilatation thermique, α_v , par la relation suivante :

$$\alpha_v = \frac{1}{V(T)} \frac{\Delta V}{\Delta T} \quad (4.11)$$

où V est le volume, ΔV est la variation de volume et ΔT est la variation de température.

La vitesse de déformation thermique $\dot{\varepsilon}_{th}$ est reliée à ce coefficient de dilatation et à la vitesse de refroidissement \dot{T} par la relation suivante :

$$\dot{\varepsilon}_{th} = \alpha_v \dot{T} \mathbf{1} \quad , \quad \operatorname{tr}(\dot{\varepsilon}_{th}) = 3\alpha_v \dot{T} \quad (4.12)$$

où $\operatorname{tr}(\dot{\varepsilon}_{th})$ est la partie sphérique de $\dot{\varepsilon}_{th}$.

4.3.1.5 La loi de comportement

Une loi de comportement de type élasto-viscoplastique est utilisée pour la modélisation du soudage. Le tenseur des vitesses de déformation est décomposé en deux termes :

$$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_{el} + \dot{\varepsilon}_{vp} \quad (4.13)$$

où $\dot{\varepsilon}_{el}$ et $\dot{\varepsilon}_{vp}$ sont respectivement les tenseurs des vitesses de déformation élastique et viscoplastique.

Ceci est valable pour des petites déformations. Au cours du soudage bout à bout les déformations peuvent être importantes, mais dans un pas de temps la condition est bien respectée.

La partie élastique de $\dot{\varepsilon}$ est liée à la dérivée par rapport au temps de la contrainte par la loi de Hooke :

$$\dot{\sigma} = D \cdot \dot{\varepsilon}_{el} = \frac{E}{1+\nu} \dot{\varepsilon}_{el} + \frac{E\nu}{(1+\nu)(1-2\nu)} Tr(\dot{\varepsilon}_{el}) I \quad (4.14)$$

où D est le tenseur d'élasticité, E est le module d'Young, ν est le coefficient de Poisson et $Tr(\dot{\varepsilon}_{el})$ est la trace du tenseur $\dot{\varepsilon}_{el}$.

La partie viscoplastique de $\dot{\varepsilon}$ s'écrit :

$$\dot{\varepsilon}_{vp} = \frac{1}{2|\eta^*|(\dot{\varepsilon}, T)} \cdot s \quad (4.15)$$

où s est le déviateur des contraintes, $|\eta^*|(\dot{\varepsilon}, T)$ est donnée par l'équation (3.39) du chapitre 3 et $\dot{\varepsilon}$ est défini comme suit :

$$\dot{\varepsilon} = \sqrt{\frac{2}{3} \dot{\varepsilon}_{vp} : \dot{\varepsilon}_{vp}} \quad (4.16)$$

4.3.1.6 Discrétisation spatiale par la méthode des éléments finis

La discrétisation par éléments finis consiste à calculer la solution du problème (4.8) non pas sur l'ensemble du domaine Ω de calcul mais sur des partitions du domaine (Ω_e). La géométrie est donc découpée en un nombre fini de petits éléments qui, dans Forge2®, sont de forme triangulaire. L'ensemble de ces éléments forme un maillage du domaine Ω :

$$\Omega = \cup_e \Omega_e, \quad e \in \mathcal{E} \quad (4.17)$$

où \mathcal{E} désigne le maillage.

A chaque élément Ω_e du maillage, on associe des fonctions d'interpolation pour approcher les inconnues du problème v et p . Le choix de cette fonction est très important car elle définit la précision des résultats. Dans le solveur de Forge2®, l'élément implémenté est le P1+/P1 qui présente le meilleur compromis entre le coût de calcul et la précision des résultats [9].

4.3.1.7 L'élément P1+/P1

C'est l'élément mixte compatible de plus petit degré d'interpolation (représenté sur la figure 4.3). Il a été présenté par Arnold, Brezzi et Fortin [10, 11] pour modéliser un écoulement de Stokes à deux dimensions. C'est un élément triangulaire linéaire où les champs de vitesse et de pression sont les suivants :

- la pression est linéaire et continue
- la vitesse v se décompose en une partie linéaire v_l et une partie b correspondant à l'ajout d'un degré de liberté interne :

$$v = v_l + b$$

La composante b est une correction de vitesse qui permet d'enrichir l'élément et ainsi de satisfaire les conditions de compatibilité. Généralement la fonction d'interpolation *bulle* associée au champ b est un polynôme de degré 3 s'annulant sur la frontière de l'élément. La gestion d'un polynôme de degré supérieur peut poser quelques problèmes au cours de l'intégration numérique. Ainsi, une gestion particulière de cette fonction a été proposée par Coupez [12] qui consiste à subdiviser l'élément en trois sous-triangles internes à l'élément (voir figure 4.4).

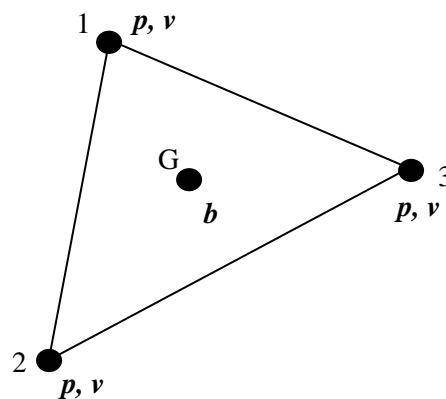


Figure 4.3 – L'élément P1+/P1

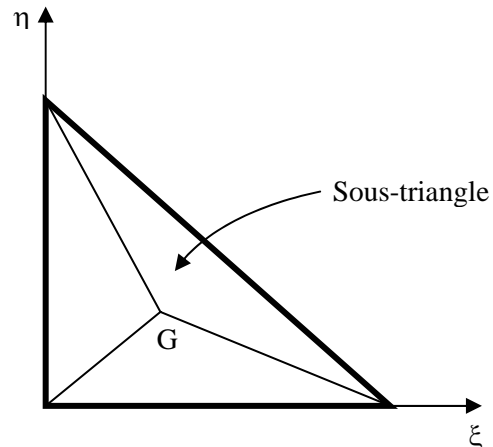


Figure 4.4 – Décomposition de l'élément en trois sous-triangles

4.3.2 Les équations de la thermique

4.3.2.1 L'équation de la chaleur

L'équation de la chaleur s'écrit :

$$\rho \cdot C_p \cdot \frac{dT}{dt} = -\text{div}(\vec{q}) + \dot{W} + H \quad \text{dans } \Omega \quad (4.18)$$

où ρ est la masse volumique

C_p est la capacité calorifique

T est la température

\dot{W} est la source interne de chaleur

H est l'énergie due à la cristallisation

Ω est le domaine

Le flux de chaleur existant dans le matériau obéit à la loi de Fourier :

$$\vec{q} = -k \cdot \nabla T \quad (4.19)$$

où k est la conductivité thermique.

La source de chaleur \dot{W} peut être exprimée comme étant la somme de deux types de contribution :

$$\dot{W} = \sigma : \dot{\epsilon} + Q \quad (4.20)$$

où σ est le tenseur des contraintes

$\dot{\epsilon}$ est le tenseur des vitesses de déformation

Q est une source de chaleur interne tenant compte de l'enthalpie de cristallisation et de fusion

4.3.2.2 Les conditions aux limites

L'équation (4.18) est résolue en considérant quatre types de conditions limites :

- La *conduction* qui consiste en un échange thermique entre deux solides (entre la pièce et l'outil ou entre deux pièces par exemple). Elle s'exprime de cette façon :

$$-k \cdot \text{grad}(T) \cdot \vec{n} = h_c \cdot (T - T_T) \quad \text{sur } \partial\Omega_1 \quad (4.21)$$

où T_T est la température de l'outil ou de l'autre pièce en contact

h_c est le coefficient de transfert entre la pièce et l'outil ou l'autre pièce.

- La *convection* qui consiste en un échange thermique entre la pièce et l'atmosphère environnante. Elle s'exprime de cette façon :

$$-k \cdot \text{grad}(T) \cdot \vec{n} = h_a \cdot (T - T_A) \quad \text{sur } \partial\Omega_2 \quad (4.22)$$

où T_A est la température ambiante

h_a est le coefficient de transfert entre la pièce et l'atmosphère extérieure.

- Le *rayonnement* vers l'atmosphère environnante. Il s'exprime de cette façon :

$$-k \cdot \text{grad}(T) \cdot \vec{n} = \epsilon_r \sigma_r \cdot (T^4 - T_A^4) \quad \text{sur } \partial\Omega_3 \quad (4.23)$$

où T_A est la température ambiante

ϵ_r est l'émissivité (≤ 1)

σ_r est la constante de Stefan-Boltzmann

- La condition de Neumann qui consiste à imposer un flux de chaleur sur la surface. Elle s'exprime de cette façon :

$$-k \cdot \text{grad}(T) \cdot \vec{n} = \Phi \quad \text{sur } \partial\Omega_4 \quad (4.24)$$

où Φ est le flux imposé.

Remarque : Dans Forge2® la condition de Dirichlet qui consiste à imposer une température constante comme condition limite est impossible. Pour obtenir des conditions se rapprochant de la température

imposée il faut donner une température de l'atmosphère environnante ainsi qu'un coefficient d'échange important qui permet aux nœuds situés sur les bords d'atteindre rapidement la température voulue.

4.3.2.3 La méthode Galerkin

Le problème thermique est résolu par la méthode des éléments finis. Pour cela, l'équation de la chaleur (4.18) a été mise sous forme variationnelle en utilisant la méthode Galerkin mise en œuvre par Soyris [13] dans Forge2®. La formulation faible du problème thermique consiste à trouver le champ de température T tel que :

$$\begin{aligned} \forall T^*, \\ \int_{\Omega} \rho C \frac{dT}{dt} T^* d\Omega + \int_{\Omega} k \nabla T \cdot \nabla T^* d\Omega - \int_{\Omega} \dot{W} T^* d\Omega + \int_{\partial\Omega_1} h_c \cdot (T - T_T) \cdot T^* dS_1 \\ + \int_{\partial\Omega_2} h_a \cdot (T - T_A) \cdot T^* dS_2 + \int_{\partial\Omega_3} \varepsilon_r \sigma_r \cdot (T^4 - T_A^4) \cdot T^* dS_3 + \int_{\partial\Omega_4} \Phi \cdot T^* dS_4 = 0 \end{aligned} \quad (4.25)$$

4.3.2.4 Discrétisation spatiale par la méthode des éléments finis

La formulation par éléments finis permet d'écrire à l'instant t la température T en un point quelconque de la matière (x) en fonction des valeurs connues aux nœuds du domaine Ω discrétisé :

$$T(x) = \sum_{k=1}^{N_o} N_k(x) \cdot T_k \quad (4.26)$$

où N_o est le nombre de nœuds total sur le domaine Ω et $N(x) \in P^l$ est la fonction d'interpolation linéaire sur l'élément. Le problème se met sous la forme d'un système algébrique dont les inconnues sont les températures aux nœuds où celle-ci n'est pas imposée :

$$[C] \frac{d(T)}{dt} + [K](T) = (Q) \quad (4.27)$$

où (T) est le vecteur inconnu composé des valeurs nodales, $[C]$ est la matrice de capacité thermique, $[K]$ est la matrice de conductivité thermique et (Q) est le vecteur chargement.

4.3.2.5 Le choc thermique

Au début du procédé de soudage bout à bout, un fort gradient thermique apparaît au niveau du contact entre le tube et le miroir chauffant. Ceci entraîne des difficultés de résolution du problème thermique. Le choc thermique doit donc être contrôlé au cours de la simulation.

La méthode Galerkin décrite précédemment fonctionne bien pour des problèmes présentant des gradients thermiques "raisonnables". Cependant Aliaga [8] a montré que des oscillations spatio-temporelles du champ de température apparaissent lors de chocs thermiques. La température atteint rapidement une valeur négative ou diminue au lieu d'augmenter.

Ce phénomène est lié à la profondeur de pénétration y_p , nécessaire pour absorber le choc thermique, et au temps de pénétration de la chaleur t_p . Ces deux paramètres sont liés par la relation suivante :

$$t_p = \frac{y_p^2}{a} \quad (4.28)$$

où a est la diffusivité thermique du matériau.

D'après Aliaga [8] la solution du choc thermique ne peut être représentée correctement que lorsque le gradient thermique peut être décrit sur l'élément frontière de longueur caractéristique h , c'est-à-dire lorsque la profondeur de pénétration dépasse $h/2$. Le choc thermique est ressenti sur un élément à partir d'un temps caractéristique Δt_c tel que :

$$\Delta t_c = \frac{h^2}{4a} \quad (4.29)$$

Cette équation est dérivée de [14] qui montre que les oscillations sont uniquement liées à la discrétisation spatiale. Ceci signifie que pour un maillage donné, l'incrément de temps doit être choisi plus grand que le temps caractéristique :

$$\Delta t \geq \Delta t_c \quad (4.30)$$

4.3.3 Calcul de thermique asynchrone

En général, le pas de temps est imposé par l'utilisateur ou déterminé automatiquement par le logiciel à partir du calcul mécanique. Or, dans beaucoup de cas, notamment lorsque la déformation est importante, le pas de temps est très petit. Le critère (4.30) n'est alors pas vérifié au cours du calcul thermique.

Aliaga [8] a proposé la méthode appelée "thermique asynchrone" qui consiste à comparer le pas de temps optimal pour le calcul thermique donné par l'équation (4.29) et le pas de temps du calcul mécanique. Si le critère (4.30) n'est pas vérifié, la température T_{n+1} est calculée pour un pas de temps Δt à l'aide d'une interpolation linéaire :

$$T_{n+1} = T_n + (T_{n+1}^{asyn} - T_n) \frac{\Delta t}{\Delta t_c} \quad (4.31)$$

où T_{n+1}^{asyn} est la solution du problème thermique en utilisant le pas de temps optimal Δt_c .

En résumé, les calculs thermique et mécanique sont faits avec des pas de temps différents et la température est recalculée sur le pas de temps du calcul mécanique par l'intermédiaire d'une interpolation linéaire. Les difficultés liées aux chocs thermiques sont ainsi évitées et la précision des calculs thermiques est d'autant plus grande que le maillage est fin.

4.4 Géométrie et types de conditions aux limites utilisés pour la simulation

4.4.1 La géométrie

S'agissant d'une géométrie 2D axi-symétrique, celle-ci est dessinée sur un plan de coupe passant par l'axe de symétrie de la géométrie qui correspond à l'axe du tube. Ainsi, le tube est représenté par un rectangle dont la largeur est l'épaisseur de la paroi du tube et dont la longueur correspond à la partie du tube étudiée. Le miroir est représenté dans ce même plan par une droite perpendiculaire à l'axe de symétrie. La figure 4.5 représente ce plan de coupe vu en perspective (seul mode de visualisation du logiciel Forge2®).

La géométrie complète du tube s'obtient par révolution autour de l'axe de symétrie (figure 4.6). La géométrie étudiée est un tube de 160 mm de diamètre et de 14,6 mm d'épaisseur correspondant aux tubes étudiés expérimentalement. La longueur du tube est de 50 mm ce qui correspond à la dimension de la partie du tube comprise entre le miroir chauffant et le premier mors qui maintient le tube. On estime que le tube est fixe par rapport au mors et que tous les phénomènes thermiques induits par le soudage sont localisés dans cette partie du tube.

Le miroir, dans sa forme 3D, est un disque de diamètre 180 mm. Cette dimension ne correspond pas à son diamètre réel (350 mm) mais ceci n'est pas très important car le rayonnement du tube est pris en compte de façon détournée dans Forge2® et n'est pas calculé à partir de la surface qui rayonne. Ce qui est important, c'est que le miroir soit assez large pour que la totalité de la section du tube puisse être en contact avec lui à tout instant du procédé de soudage.

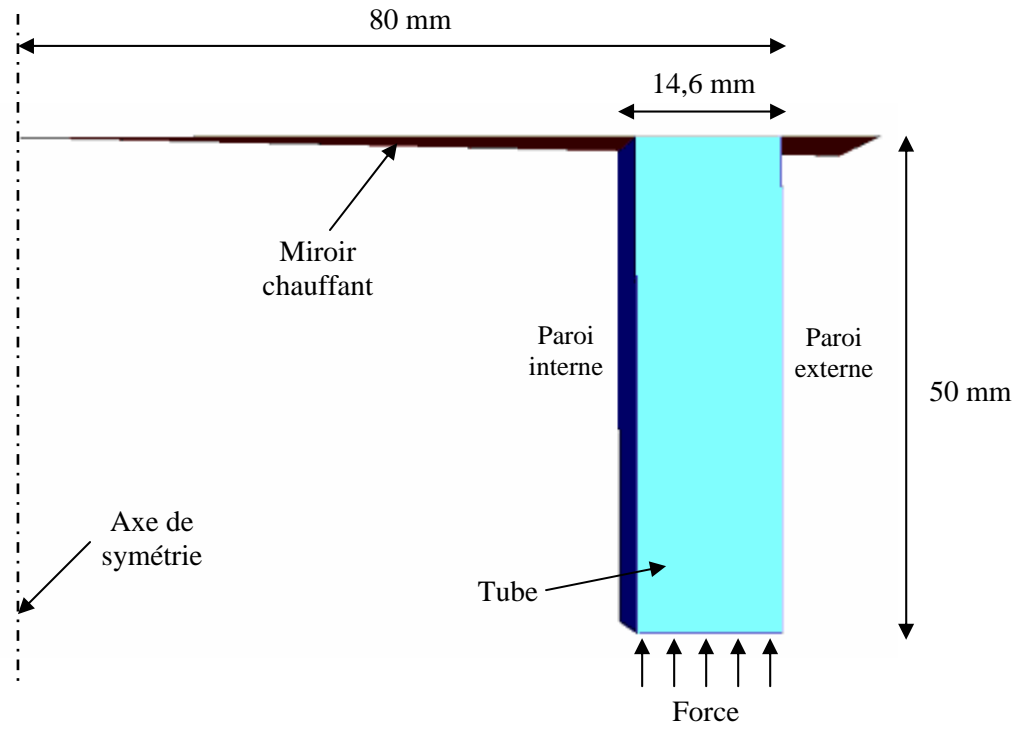


Figure 4.5 – Géométrie utilisée pour la simulation (vue en perspective d'une partie du tube)

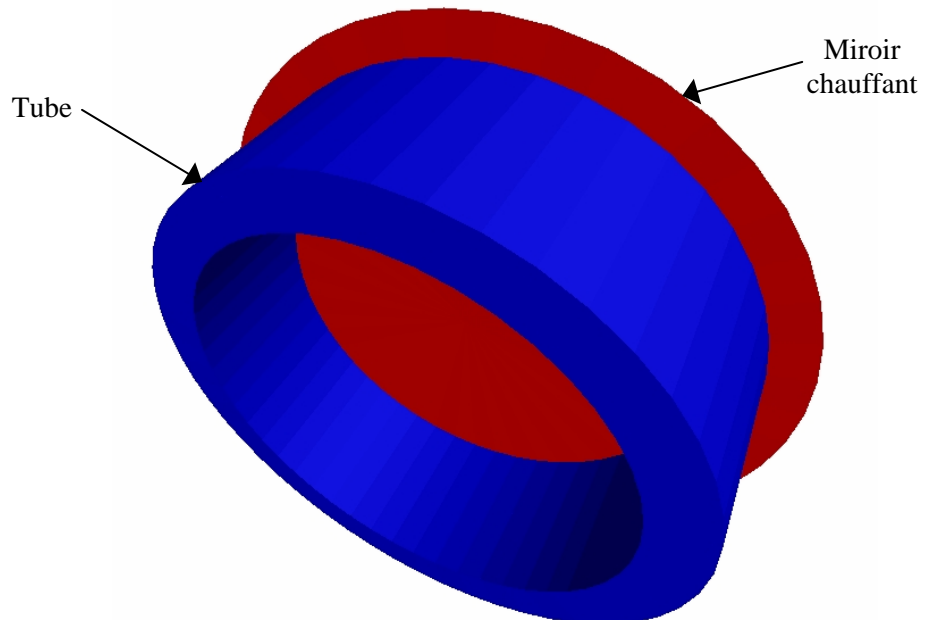


Figure 4.6 – Géométrie utilisée pour la simulation (vue en 3D)

4.4.2 Le maillage

Le maillage utilisé pour discrétiser le tube est de type lagrangien avec remaillage automatique en fonction de la déformation. Les mailles sont de forme triangulaire (voir figure 4.7) et les nœuds se déplacent en fonction de la déformation de la matière. Lorsque la déformation de la maille dépasse 100%, un remaillage automatique de la pièce est réalisé. Ceci a pour but d'améliorer la précision des calculs et d'éviter le chevauchement de certaines mailles qui peut se produire lorsque la matière s'enroule sur elle-même comme lors de la formation du bourrelet par exemple.

Une boîte de maillage a été créée dans la zone du tube proche du miroir chauffant (sur les cinq premiers millimètres à partir du contact tube/miroir) afin d'affiner les mailles dans la partie du tube qui subit la majorité des déformations et des phénomènes thermiques lors du soudage.

De plus, le maillage a été affiné sur l'ensemble du contour du tube de façon à pouvoir faire face aux gradients thermiques et notamment aux chocs thermiques se produisant au contact tube/miroir (voir figure 4.7).

Ainsi, dans la partie du tube éloignée du miroir, les mailles ont une taille moyenne de 1,3 mm au centre de la paroi du tube et de 0,5 à 0,7 mm à l'interface tube/air. Dans la boîte de maillage, la taille moyenne des mailles est de 0,2 mm au centre de la paroi et de 0,1 à 0,15 mm aux interfaces tube/air et tube/miroir.

Ces dimensions ont été choisies à partir de tests réalisés avec des tailles de mailles différentes et correspondent au meilleur compromis entre un coût de calcul relativement faible et une bonne précision des résultats.

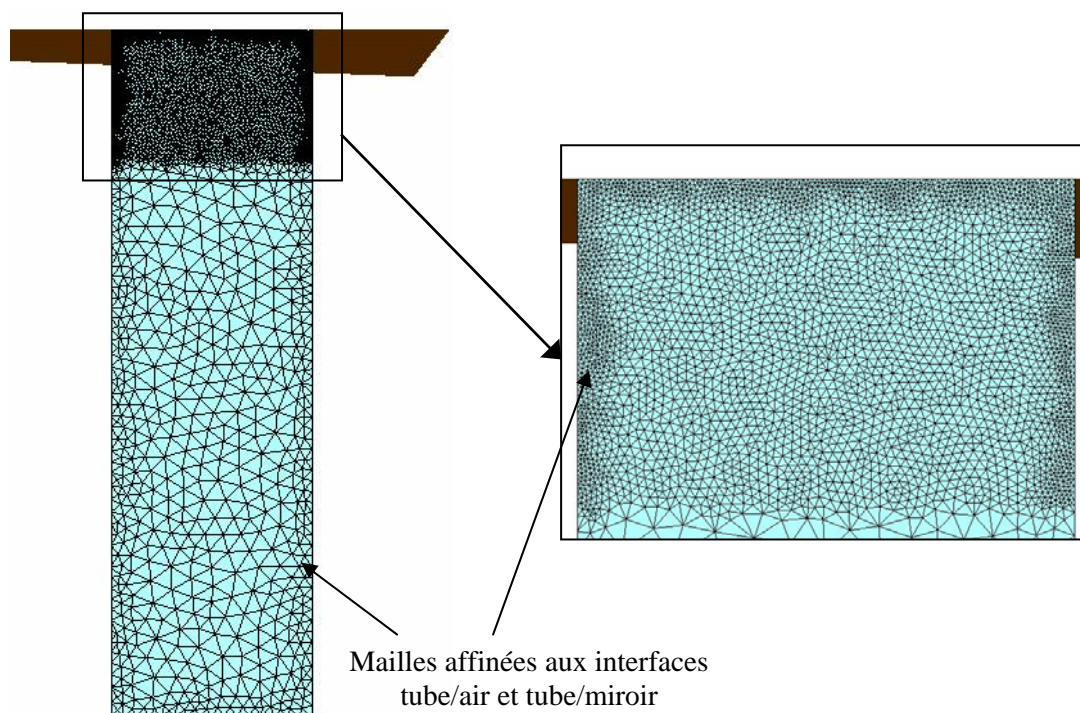


Figure 4.7 – Maillage du tube. Celui-ci est affiné dans la zone proche du miroir chauffant ainsi que sur les contours du tube

Par ailleurs, lorsque le bourrelet se forme, il arrive que celui-ci entre en contact avec le tube lorsqu'il s'enroule sur lui-même. Ainsi, un algorithme appelé "self contact" a été utilisé afin d'empêcher la pénétration du bourrelet dans le tube. Lorsque qu'il y a contact, les nœuds du bourrelet sont forcés à glisser le long du tube ce qui permet d'éviter quelques problèmes d'ordre numérique en plus d'avoir une meilleure représentation de la réalité.

4.5 Modifications apportées à Forge2® pour simuler le soudage bout à bout

Forge2® est un logiciel qui a été développé dans le but de mettre en forme les métaux. Or, les polymères et les métaux ont des caractéristiques, des comportements et des changements de phase bien différents. En effet, les polymères ont un comportement très viscoélastique contrairement aux métaux qui sont plutôt élastoplastiques. De plus, la dilatation thermique est beaucoup plus importante pour les polymères, notamment au moment de la transition liquide/solide. Cette dernière ne se fait pas de la même façon pour un métal et pour un polymère puisqu'un métal peut former plusieurs phases de caractéristiques différentes alors que les polymères ne forment qu'une seule phase cristalline englobant plus ou moins de phase amorphe en fonction des conditions de refroidissement.

Ainsi, il a été nécessaire d'intégrer un certain nombre de paramètres, telles que des lois de fusion et de cristallisation, afin de pouvoir simuler le procédé de soudage bout à bout en utilisant des conditions, des caractéristiques et des comportements se rapprochant le plus possible de la réalité.

4.5.1 Evolution du taux de phase liquide

Dans le chapitre 3, des lois de fusion et de cristallisation ont été développées de façon à pouvoir rendre compte de la quantité de phase solide et de phase liquide au cours de la transition liquide/solide lors du chauffage et du refroidissement du polyéthylène. Ces lois ont été intégrées dans Forge2®.

4.5.1.1 Méthode de résolution des lois de transformation de phase

Le taux de phase liquide, $\alpha_{L(i)}$, est calculé sur chaque pas de temps i en fonction de la température sur ce pas de temps, T_i , et du taux de phase liquide du pas de temps précédent, $\alpha_{L(i-1)}$:

$$\alpha_{L(i)} = \alpha_{L(i-1)} + \frac{\partial \alpha_{L(i)}}{\partial t} . dt_{(i)} \quad (4.32)$$

où $dt_{(i)}$ est la durée du pas de temps i .

Les variations du taux de phase liquide lors de la fusion et du taux de cristallinité lors de la cristallisation sont déterminées par la méthode des itérations de Newton-Raphson en utilisant les formulations suivantes :

$$\text{Fusion : } \frac{\partial \alpha_{L(i)}}{\partial t} = n \cdot \frac{\partial K_{O}^{\frac{1}{n}} \text{fusion}(T_{(i)})}{\partial T} (1 - \alpha_{L(i)}) \left(\ln \left(\frac{1}{1 - \alpha_{L(i)}} \right) \right)^{\frac{n-1}{n}} \quad (4.33)$$

$$\text{Cristallisation : } \frac{\partial X_{C(i)}}{\partial t} = -n \cdot \frac{\partial K_{Ozawa}^{\frac{1}{n}}(T_{(i)})}{\partial T} (X_{C\infty} - X_{C(i)}) \left(\ln \left(\frac{X_{C\infty}}{X_{C\infty} - X_{C(i)}} \right) \right)^{\frac{n-1}{n}} \quad (4.34)$$

$$\text{Et } \alpha_L = 1 - \frac{X_C}{X_{C\infty}} \quad (4.35)$$

La variation du taux de phase liquide sur un pas de temps donné dépend du taux de phase liquide sur ce même pas de temps. Une méthode semi-implicite à été utilisée. La valeur du taux de phase est donc approchée de la façon suivante :

$$\alpha_{L(i)} = \alpha_{L(i-1)} + \frac{1}{2} \frac{\partial \alpha_{L(i-1)}}{\partial t} dt_{(i)} \quad (4.36)$$

Le taux de phase liquide $\alpha_{L(i-1)}$ correspond à la valeur de cette variable à la fin du pas de temps $(i-1)$, c'est-à-dire au début du pas de temps (i) . Ainsi, pour faire les calculs sur le pas de temps (i) , la valeur de $\alpha_{L(i)}$ est choisie comme étant la valeur au milieu du pas de temps (i) (après une durée égale à $\frac{dt_{(i)}}{2}$) et non pas à la fin du pas de temps (après une durée égale à $dt_{(i)}$).

Compte tenu du fait que la transition peut se produire sur des périodes très courtes (lorsque la vitesse de chauffage ou de refroidissement est élevée), le pas de temps utilisé pour déterminer le taux de phase liquide doit être petit. Ainsi, pour avoir une bonne précision sans augmenter de façon excessive le temps de calcul, le pas de temps a été choisi de l'ordre de 10^{-4} s. Dans la quasi-totalité des cas la durée des transformations est supérieure à 10^{-4} s. Dans le cas de transformations plus rapides, le taux de phase liquide passe de 0 à 1 (ou de 1 à 0 lors d'un refroidissement) au cours d'un seul pas de temps.

Par ailleurs, pour ne pas augmenter le temps de calcul inutilement, seul le taux de phase liquide est déterminé avec un pas de temps aussi petit. Les pas de temps pour les calculs thermique et mécanique ne sont pas modifiés. Sur chaque incrément, le pas de temps pour le calcul du taux de phase est déterminé comme suit :

$$dt_{phase} = \frac{dt_{méca}}{\text{ent}\left(\frac{dt_{méca}}{10^{-4}}\right) + 1} \quad (4.37)$$

où dt_{phase} est le pas de temps du calcul du taux de phase, $dt_{méca}$ est le pas de temps du calcul mécanique et $\text{ent}(\)$ signifie "valeur entière de".

Le pas de temps du calcul mécanique est déterminé à partir de la déformation de la matière. L'équation (4.37) permet d'ajuster le pas de temps du calcul du taux de phase liquide de la façon suivante : si ce pas de temps mécanique est inférieur à 10^{-4} s, le pas de temps du taux de phase liquide est égal au pas de temps mécanique ; dans le cas contraire, le calcul du taux de phase liquide se fait sur plusieurs pas de temps de valeurs égales et inférieures à 10^{-4} s constituant une division du pas de temps mécanique.

4.5.1.2 Validation des lois de changement de phase

Pour s'assurer que le calcul du taux de phase liquide est correct, son évolution calculée par le logiciel Forge2® a été comparée aux évolutions théoriques déterminées par les lois de fusion et de cristallisation.

Deux types d'essais comparatifs ont été réalisés. Dans un cas, une température constante est imposée en surface dans l'échantillon, ce qui permet d'enregistrer l'évolution du taux de phase liquide en fonction du temps. Les résultats sont comparés à l'évolution du taux de phase liquide calculée avec les mêmes paramètres de loi et en utilisant la loi d'Avrami qui peut s'écrire sous la forme suivante (voir chapitre 3) :

$$\alpha(t) = 1 - \exp\left[-\left(\frac{\frac{\partial K_{Ozawa}^{\frac{1}{n}}(T)}{\partial T} \cdot t}{\partial T}\right)^n\right] \quad (4.38)$$

avec

$$\frac{\partial K_{Ozawa}^{\frac{1}{n}}(T)}{\partial T} = \frac{A}{n} [\exp(AT + B)]^{\frac{1}{n}} \quad (4.39)$$

Où A et B et n sont des constantes.

Le second type d'essai consiste à faire varier la température à vitesse constante dans la zone de surface, ce qui permet d'enregistrer l'évolution du taux de phase liquide en fonction de la température. Les résultats sont comparés à l'évolution du taux de phase liquide calculée avec les mêmes paramètres de loi et en utilisant la loi d'Ozawa qui s'écrit sous la forme suivante (voir chapitre 3) :

$$\alpha(t) = 1 - \exp\left[-\frac{K_{Ozawa}(T)}{\dot{T}^n}\right] \quad (4.40)$$

avec
$$K_{Ozawa} = \exp(AT + B) \quad (4.41)$$

Pour la cristallisation, les valeurs des paramètres de la constante d'Ozawa, K_{Ozawa} , sont les suivants (voir chapitre 3) : $A = -0,74$; $B = 283$ et $n = 1,8$.

Pour la fusion, ces paramètres valent : $A = 0,3$; $B = -121,1$ et $n = 0,5$.

Les résultats obtenus pour la fusion et pour la cristallisation sont présentés ci-dessous.

a) Evolution à température constante

La cristallisation de la matière se fait principalement entre 120 et 90°C. Les évolutions du taux de phase liquide ont été calculées à l'aide de l'équation (4.38) avec les paramètres présentés ci-dessus dans le cas de la cristallisation et pour des températures constantes de 100 et 110°C.

Ces évolutions ont également été calculées en utilisant le logiciel Forge2® dans des conditions similaires et en utilisant un pas de temps déterminé par l'équation (4.37).

Les résultats des deux méthodes sont comparés sur la figure 4.8.

A 110°C, la cristallisation, correspondant à la solidification de la matière, se fait en une dizaine de secondes alors qu'à 100°C, la transformation se produit en environ 0,2s. Dans les deux cas les courbes théoriques et obtenues par simulation concordent parfaitement, bien qu'à 100°C la durée de la cristallisation soit très courte.

La loi de cristallisation implémentée permet donc de bien calculer l'évolution du taux de phase liquide à température constante. De plus, grâce à l'utilisation d'un pas de temps très petit (de l'ordre de 10^{-4} s) les transformations rapides sont également calculées avec précision.

La fusion de la matière se fait principalement entre 120 et 150°C. Les évolutions du taux de phase liquide ont été calculées à l'aide de l'équation (4.38) avec les paramètres présentés au paragraphe précédent dans le cas de la fusion et pour des températures constantes de 130 et 140°C.

Ces évolutions ont également été calculées en utilisant le logiciel Forge2® dans des conditions similaires et en utilisant un pas de temps déterminé par l'équation (4.37).

Les résultats des deux méthodes sont comparés sur la figure 4.9.

Comme pour la cristallisation, les courbes théoriques et obtenues par simulation concordent parfaitement même si la durée de transformation est très courte (0,5s).

Le refroidissement et le chauffage à vitesse constante sont bien calculés. Cependant, au cours du procédé de soudage, la température évolue dans le temps. Il est donc nécessaire de vérifier que le taux de phase liquide est également bien représenté dans de telles conditions.

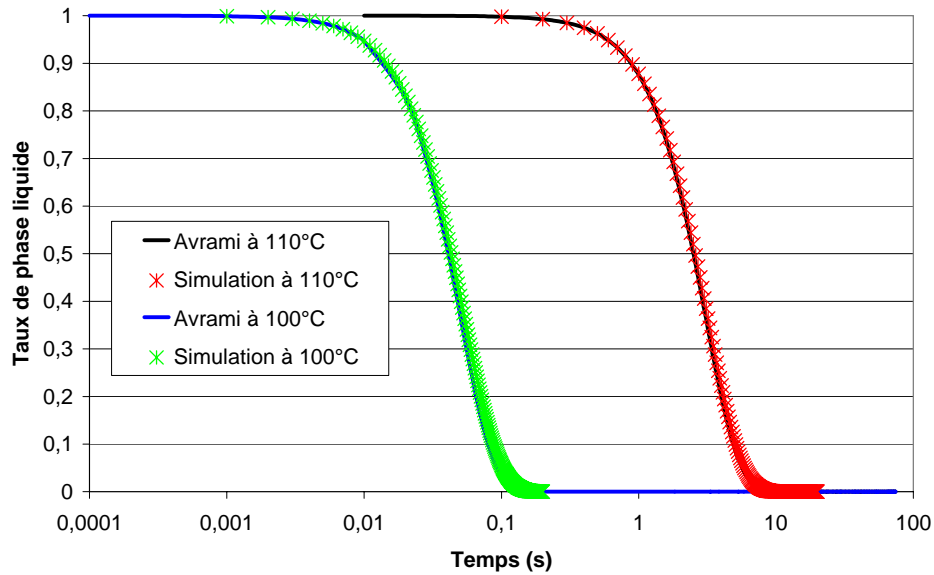


Figure 4.8 – Evolution du taux de phase liquide au cours de la cristallisation de la matière à température constante (100 et 110°C) calculé par le modèle d'Avrami et simulé par Forge2®

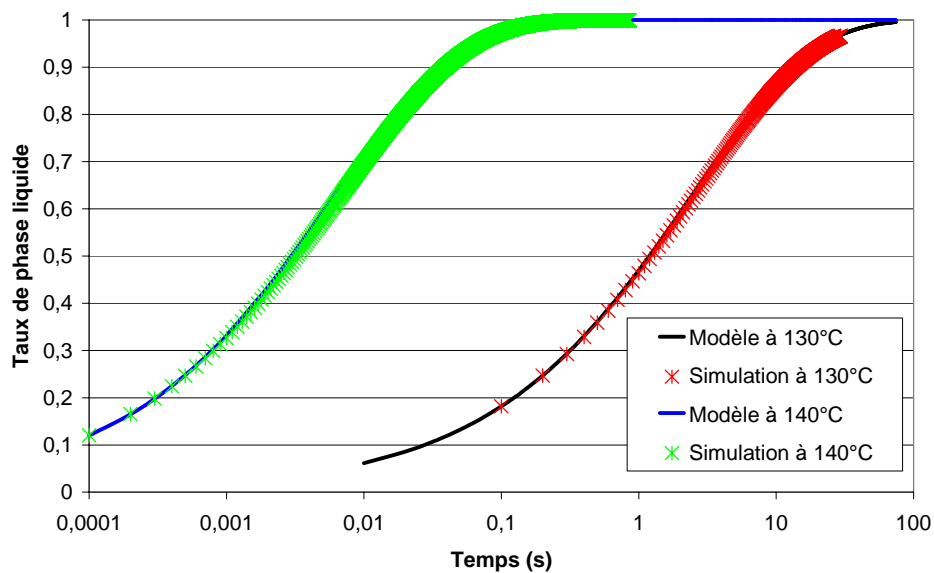


Figure 4.9 – Evolution du taux de phase liquide au cours de la fusion de la matière à température constante (130 et 140°C) calculé par le modèle de fusion à température constante et simulé par Forge2®

b) Evolution à vitesse de chauffage ou de refroidissement constante

Les évolutions du taux de phase liquide ont été calculées à l'aide de l'équation (4.40) avec les paramètres présentés en début de paragraphe 4.5.1.2 et avec des vitesses de chauffage et de refroidissement constantes de 5, 10, 20 et 40°C/min.

Ces évolutions ont également été calculées en utilisant le logiciel Forge2® dans des conditions similaires et en utilisant un pas de temps déterminé par l'équation (4.37).

Les résultats des deux méthodes sont comparés sur les figures 4.10 et 4.11.

Les taux de phase liquide théoriques et obtenus par simulation concordent parfaitement quelle que soit la vitesse de chauffage ou de refroidissement. Les lois de cristallisation et de fusion implémentées permettent donc de bien calculer l'évolution du taux de phase liquide à vitesses de chauffage et de refroidissement constantes.

Finalement, les lois implémentées permettent de déterminer le taux de phase liquide quelles que soient les évolutions de température subies par la matière. Les valeurs du taux de phase liquide permettent alors de déterminer la rhéologie de la matière au cours de la transition.

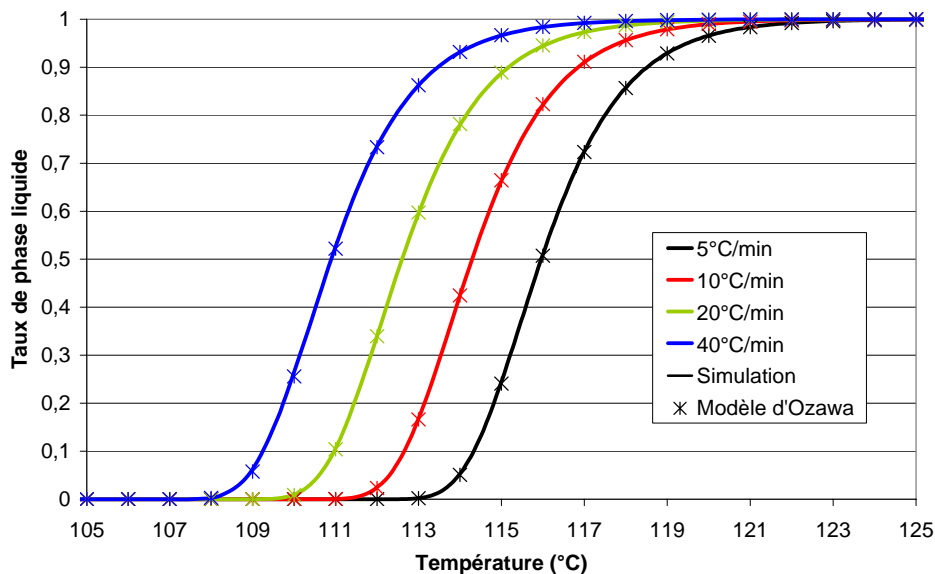


Figure 4.10 – Evolution du taux de phase liquide au cours de la cristallisation de la matière à vitesse de refroidissement constante (5, 10, 20, et 40°C/min) calculé par le modèle d'Ozawa et simulé par Forge2®

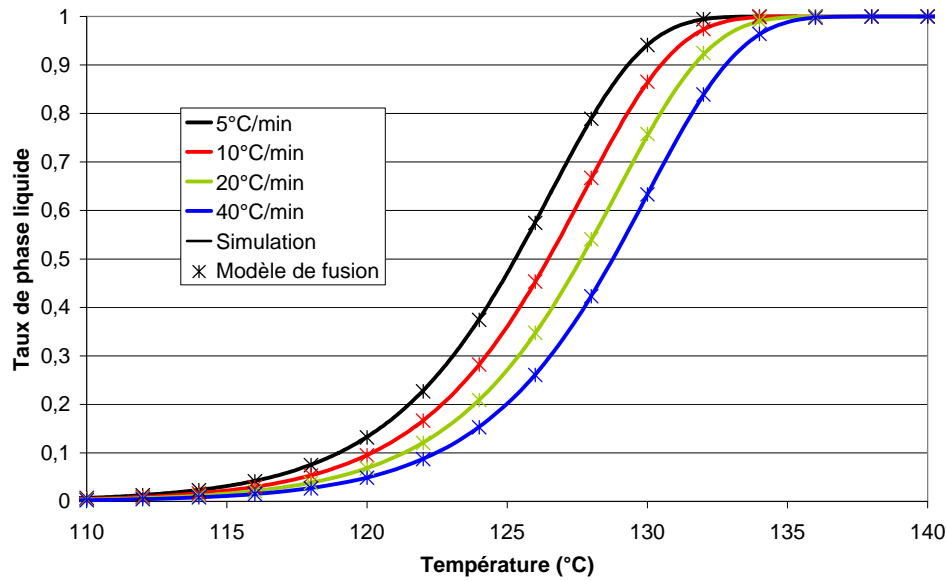


Figure 4.11 – Evolution du taux de phase liquide au cours de la fusion de la matière à vitesse de chauffage constante (5, 10, 20, et 40°C/min) calculé par le modèle de fusion à vitesse de chauffage constante et simulé par Forge2®

4.5.2 Rhéologie de la matière au cours de la transition liquide/solide

Dans le chapitre 3, des lois de comportement à l'état solide et à l'état liquide ont été déterminées expérimentalement. De plus, une loi permettant de modéliser l'évolution de la rhéologie entre les états liquide et solide en fonction du taux de phase solide a été établie. Cette relation permet de joindre la viscosité de la matière à l'état fondu et une viscosité équivalente représentant le comportement à l'état solide. La loi de transition est la suivante :

$$\eta = \alpha^6 \eta_{solide} + (1 - \alpha^6) \eta_{liquide} \quad (4.42)$$

Ce modèle a été intégré à Forge2® afin de connaître la consistance de la matière à chaque instant et en chaque point du tube.

De façon à s'assurer que la rhéologie calculée par le logiciel Forge2® à partir de cette loi de transition a bien été prise en compte, la viscosité a été enregistrée à différentes vitesses de refroidissement et de chauffage.

Les figures 4.12 et 4.13 illustrent l'évolution de la viscosité calculée à différentes vitesses de chauffage ou de refroidissement (5, 10, 20 et 40°C/min) avec Forge2®.

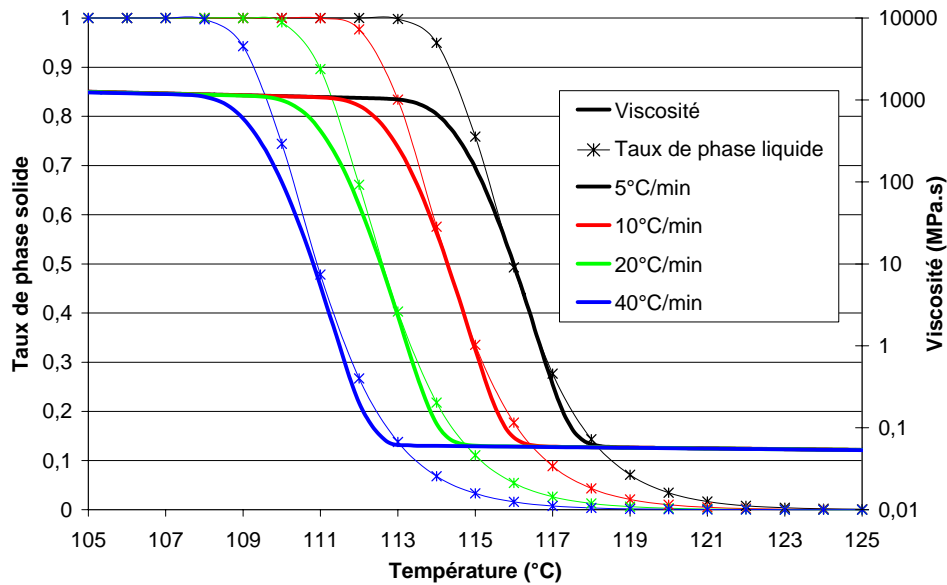


Figure 4.12 – Evolution du taux de phase solide calculée avec la loi de cristallisation à vitesse de refroidissement constante et évolution de la viscosité déterminée avec Forge2® au cours de la cristallisation de la matière à vitesse de refroidissement constante (5, 10, 20, et 40°C/min)

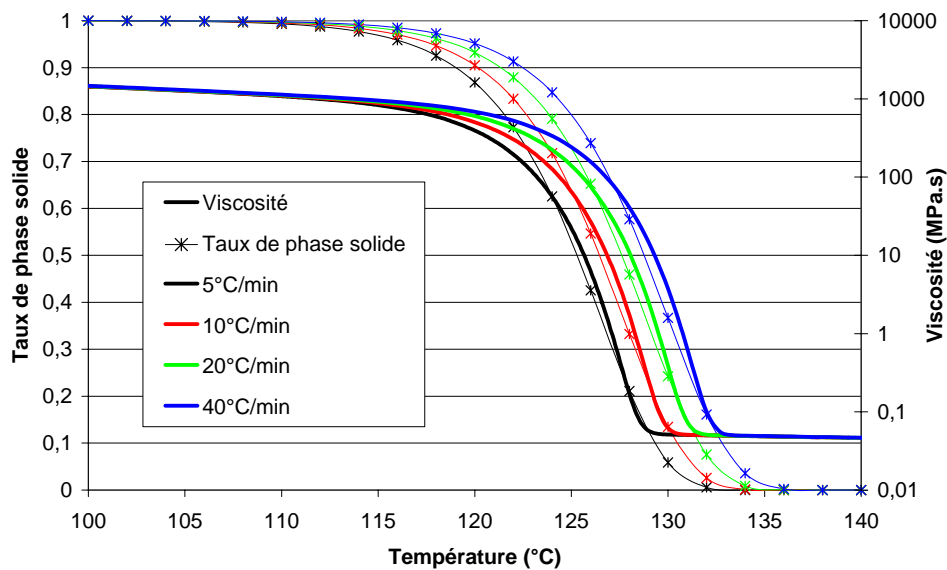


Figure 4.13 – Evolution du taux de phase solide calculée avec la loi de fusion à vitesse de chauffage constante et évolution de la viscosité déterminée avec Forge2® au cours de la fusion de la matière à vitesse de chauffage constante (5, 10, 20, et 40°C/min)

L'évolution de la viscosité de l'état liquide à l'état solide se fait à différentes températures en fonction de la vitesse de refroidissement. Ces températures de cristallisation varient entre 118°C (pour 5°C/min) et 110°C (pour 40°C/min) conformément aux résultats de DSC obtenus au chapitre 3. De plus, au cours de la transition, les valeurs de la viscosité passent d'environ 60000 Pa.s (ordre de grandeur de la viscosité à l'état liquide mesurée par RMS) à environ $1,2 \cdot 10^9$ Pa.s (ordre de grandeur de la viscosité à l'état solide mesurée par DTMA).

De la même façon, au cours du chauffage, l'évolution de la viscosité de l'état solide à l'état liquide se fait à différentes températures en fonction de la vitesse de chauffage. Ces températures de fusion varient entre 125 et 135°C conformément aux résultats de DSC obtenus au chapitre 3. A l'inverse de la cristallisation, les valeurs de la viscosité passent de l'ordre de grandeur de la viscosité à l'état solide à l'ordre de grandeur de la viscosité à l'état liquide.

L'évolution du taux de phase solide théorique calculée avec les lois de fusion et de cristallisation est également représentée sur les figures 4.12 et 4.13.

La loi de cristallisation permet de calculer l'évolution du taux de phase solide au cours de la cristallisation primaire (voir chapitre 3). On considère que la totalité de la solidification se fait au cours de cette cristallisation primaire, c'est-à-dire que lorsque le taux de phase solide vaut 1, la viscosité doit être celle du solide. C'est effectivement le cas sur la figure 4.12.

Au début de la cristallisation, l'augmentation du taux de phase solide n'entraîne pas immédiatement une variation de la viscosité. Ceci est dû à la relation (4.42) qui ne tient pratiquement pas compte de la viscosité à l'état solide dans les premiers instants de la transformation (lorsque le taux de phase liquide est grand), évitant ainsi que la solidification ne se fasse à une température trop élevée par rapport aux mesures de rhéologie (voir chapitre 3).

Il se passe exactement les mêmes phénomènes au cours du chauffage. La seule différence provient de l'utilisation de la loi de fusion à la place de la loi de cristallisation.

Finalement, le changement de comportement entre l'état solide et l'état liquide est bien pris en compte par Forge2®. L'évolution de la viscosité au cours de la transition se fait bien en fonction du taux de phase liquide (ou solide), conformément à la loi de transition (4.42).

4.5.3 L'enthalpie de cristallisation

La cristallisation est une transformation exothermique. L'énergie dégagée est appelée enthalpie de cristallisation et joue un rôle important puisqu'elle influe sur la thermique du système. En effet, la chaleur évacuée modifie les évolutions de température en diminuant la vitesse de refroidissement au cours de la transformation. Ceci se traduit par l'observation d'un épaulement sur les courbes de température.

L'enthalpie de cristallisation est intégrée à l'équation de la chaleur (4.18) en ajoutant un terme supplémentaire qui dépend du taux de cristallinité X_C et de l'enthalpie totale de cristallisation pour un cristal pur $\Delta H_C^{100\%}$:

$$\rho \left(C_p \frac{dT}{dt} - \Delta H \frac{dX_C}{dt} \right) = \text{div}(\vec{q}) + \dot{W} \quad (4.43)$$

Avec :
$$\Delta H = \Delta H_C^{100\%} \cdot X_C \quad (4.44)$$

Ainsi, l'enthalpie n'intervient que lorsque le taux de phase liquide varie, c'est-à-dire au cours du changement de phase.

La figure 4.14 présente les courbes de température obtenues lors du refroidissement du polyéthylène calculées par Forge2®. Il s'agit de l'évolution de la température au centre d'un tube initialement à 220°C refroidit par de l'air à 25°C et en utilisant un coefficient d'échange de 10 W/m²K entre le tube et l'air. L'une des courbes est obtenue sans tenir compte de l'enthalpie de cristallisation alors que l'autre courbe tient compte de l'enthalpie en utilisant l'équation de la chaleur modifiée (4.43) avec $\Delta H_C^{100\%} = 290$ J/g.

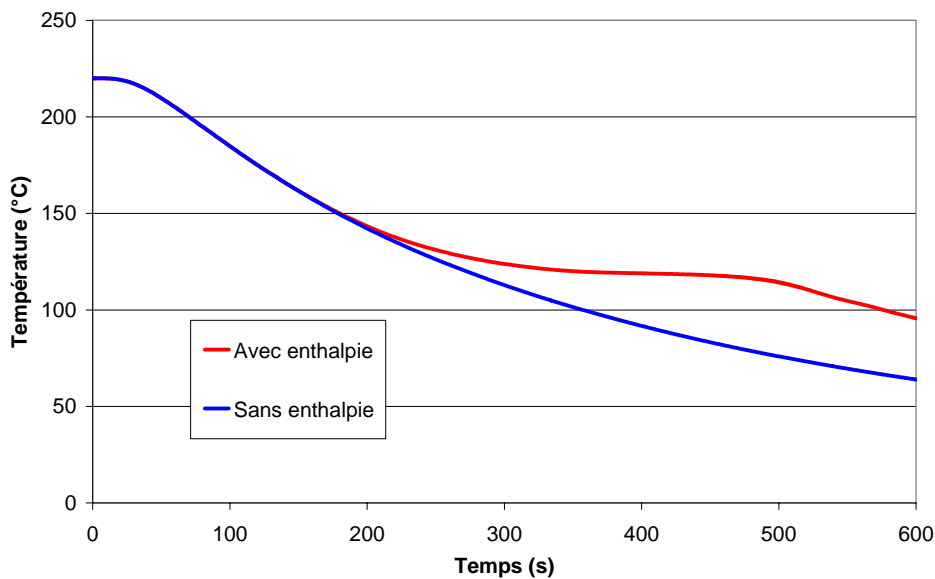


Figure 4.14 – Evolution de la température en fonction du temps au cours d'un refroidissement. Comparaison entre un calcul prenant en compte l'enthalpie de cristallisation $\Delta H_C^{100\%} = 290$ J/g) et un calcul sans enthalpie.

Les courbes de température obtenues avec et sans enthalpie de cristallisation sont sensiblement différentes. En effet, la prise en compte de l'enthalpie fait bien apparaître l'épaulement au moment du changement de phase, diminuant ainsi la vitesse de refroidissement au cours de la transition. Les courbes de température obtenues avec et sans enthalpie ne se superposent plus une fois que la cristallisation démarre, avec pour conséquence une sous-estimation de la température lors du refroidissement et une sur-estimation du "durcissement" du matériau (sur la figure entre 300s et 600s) lorsque l'enthalpie n'est pas prise en compte.

L'enthalpie de cristallisation influe sur la température, de ce fait elle influe également sur la rhéologie de la matière et sur la valeur du coefficient de dilatation, mais surtout sur le taux de phase liquide. La vitesse de refroidissement étant altérée au cours de la transition, l'évolution du taux de phase liquide

ne se fait pas de la même façon que l'on tienne compte ou non de l'enthalpie de cristallisation. D'où l'importance de son intégration dans l'équation de la chaleur.

4.6 Conclusion

A la différence de ce qui a déjà été fait en terme de simulation numérique du soudage bout à bout, l'utilisation du logiciel Forge2® permet de tenir compte de beaucoup de paramètres importants pour bien reproduire le procédé. Ce code de calcul, basé sur la méthode des éléments finis, résout les problèmes thermiques (équation de la chaleur) ainsi que les problèmes mécaniques à partir des conditions aux limites et initiales imposées et des caractéristiques thermiques et mécaniques.

La géométrie étudiée au cours de la simulation est un tube mis en contact soit avec une plaque chauffante soit avec un plan adiabatique représentant le deuxième tube, symétrique du premier, lorsqu'ils sont mis en contact au cours de la phase de soudage. Le tube étudié est maillé sur son intégralité et le maillage est affiné dans la zone affectée thermiquement et mécaniquement au niveau du contact avec l'outil.

Le calcul du taux de phase liquide ainsi que les lois de comportement dans tous les états de la matière (du solide au liquide en passant par la transition) ont été intégrés au logiciel et validés par comparaison des résultats des simulations avec les évolutions théoriques. La prise en compte du taux de phase liquide et de la transition liquide/solide est indispensable pour la simulation du soudage car, au cours de ce procédé, la matière est fondue puis recristallisée.

L'enthalpie de cristallisation, responsable d'une modification du champ de température, est également prise en compte lors de la simulation de façon à ce que la thermique du procédé soit en concordance avec la réalité et permette ainsi de mieux modéliser le passage d'un état à l'autre.

Bibliographie

- [1] Pimputkar SM. "The effect of joining conditions in the butt fusion of polyethylene pipes". *Proceedings of the Tenth Plastic Fuel Gas Pipe Symposium*. 0:38 ; 1987
- [2] Pimputkar SM. "The dependence of butt fusion bond strength on joining conditions for polyethylene pipe". *Polymer Engineering and Science*. 29:1387 ; 1989
- [3] Shillitoe S., Day AJ., Benkreira H. "A finite element approach to butt fusion welding analysis". *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers*. 204:95 ; 1990
- [4] *ABAQUS user manuals*, Hibbitt, Karlsson and Sorenson Inc., USA
- [5] Benkreira H., Shillitoe S., Day AJ. "Modelling of the butt fusion welding process". *Chemical Engineering Science*. 46:135 ; 1991
- [6] Benkreira H., Day AJ., Shillitoe S., Stafford TG. "Butt fusion joining of polyethylene pipes : a theoretical approach". *Advances in Joining Plastics and Composites*. 28:188 ; 1991
- [7] Wood AS. "The butt-fusion welding of polymers". *Chemical Engineering Science*. 48:3071 ; 1993
- [8] Aliaga C. "Simulation numérique par éléments finis en 3D du comportement thermomécanique au cours du traitement d'aciers : application à la trempe de pièces forgées ou coulées". Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris. 2000
- [9] Gay C. "Contribution à la simulation numérique tridimensionnelle du forgeage à froid". Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris. 1995
- [10] Arnold DN., Brezzi F., Fortin M. "A stable finite element for stokes equations". *Calcolo*. 21:337 ; 1984
- [11] Fortin M., Fortin A. "Newer end newer elements for incompressible flows". *Finite Element in Fluids*. 6:171 ; 1985
- [12] Coupez T. "Stable stabilized finite element for 3d forming calculation". CEMEF, ENSMP, Rapport interne. 1996
- [13] Soyris N. "Modélisation tridimensionnelle du couplage thermique en forgeage". Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris. 1990
- [14] Tronel Y. "Contribution à la modélisation thermo-mécanique et physique du forgeage à chaud". Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris. 1993

Chapitre 5

Résultats et validation de la simulation numérique

5.1 Introduction

Maintenant que le procédé de soudage bout à bout a été étudié (chapitres 2 et 3) et que les phénomènes décrits dans le chapitre 4 ont été implémentés, des simulations numériques du soudage sont réalisées de façon à s'assurer que le modèle correspond bien à la réalité.

Ainsi, chaque étape du soudage a été simulée et analysée séparément et globalement à l'aide de trois observables caractéristiques du procédé : l'évolution de la température est comparée aux mesures effectuées avec les thermocouples ; le déplacement des tubes est mise en relation avec les mesures obtenues avec le capteur de déplacement ; la forme et le volume du bourrelet sont confrontés à la taille réelle des bourrelets.

Ces comparaisons vont permettre de savoir dans quelles mesures on se rapproche de la réalité et de déterminer les causes des différences observées le cas échéant. La première partie de ce chapitre traite des observables servant de comparaison entre la simulation et la réalité, les deux autres parties sont dédiées à la simulation des différentes étapes du soudage.

5.2 Les observables au cours des simulations

5.2.1 Les capteurs "virtuels" de température

Afin de pouvoir enregistrer les valeurs de la température à chaque instant en des emplacements précis du tube, des capteurs "virtuels" ont été fixés sur la géométrie en début de simulation. Ceux-ci sont censés représenter les thermocouples utilisés lors des mesures expérimentales et sont donc placés à des endroits similaires.

Les thermocouples sont placés soit au centre du tube, soit près de la surface du tube à différentes distances du plan de soudage (voir chapitre 2). L'emplacement initial des thermocouples est donc connu. Cependant, au cours du soudage, la matière chauffe et fond dans une partie de la zone de mesure. De ce fait, la dilatation thermique résultante et l'écoulement de matière fondue qui se produit durant les différentes phases du procédé entraînent un déplacement des thermocouples. Il est donc

nécessaire de tenir compte de ce déplacement au cours de la simulation afin de disposer de données comparables.

Les capteurs utilisés en simulation sont donc de type Lagrangien, c'est-à-dire qu'ils sont fixés sur le maillage du tube qui se déforme au cours du procédé. Les capteurs se déplacent ainsi en fonction de la déformation du tube. Dans la mesure où les déformations de matière sont cohérentes avec la réalité, les mesures de températures de la simulation sont comparables aux mesures expérimentales données par les thermocouples.

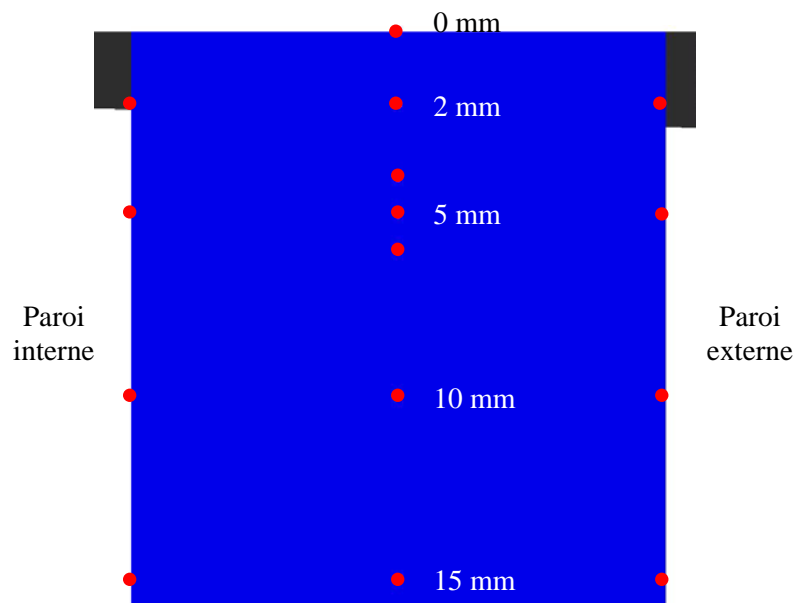


Figure 5.1 – Positionnement des capteurs "virtuels" de température (points rouges) par rapport au plan de soudage (surface supérieure)

L'emplacement initial des capteurs au cours de la simulation est représenté sur la figure 5.1. Ceux-ci sont placés à 2, 4, 5, 6, 10 et 15 mm du plan de soudage conformément à l'emplacement des thermocouples lors des mesures expérimentales. Trois séries de capteurs ont été définies : sur les parois interne et externe du tube et au centre du tube. De plus, un capteur a été placé au niveau de l'interface de soudage au centre de la paroi du tube.

5.2.2 Le capteur "virtuel" de déplacement

Pour mesurer le déplacement des tubes, un capteur "virtuel" est placé au centre de la paroi du tube sur la surface opposée au plan de soudage (voir figure 5.2). On enregistre donc le déplacement d'un mors, représenté par la surface sur laquelle est placé le capteur, par rapport au plan de soudage. Expérimentalement, c'est le déplacement entre les deux mors qui maintiennent les deux tubes qui est mesuré. Le déplacement enregistré en simulation correspond à la moitié du déplacement mesuré expérimentalement et devra donc être multiplié par deux pour que les évolutions de ces déplacements soient comparables.

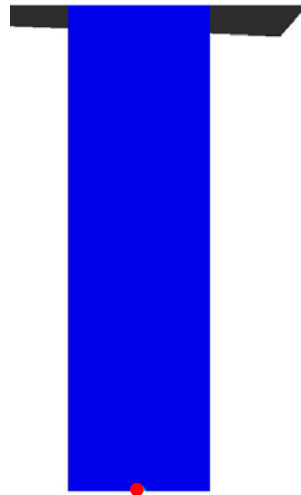


Figure 5.2 – Positionnement du capteur "virtuel" de déplacement (point rouge) sur la surface opposée au plan de soudage (surface supérieure)

5.2.3 Les mesures de la forme et du volume des bourrelets

La hauteur (h) et de la largeur (l) des cordons de soudure obtenus par simulation (voir figure 5.3) sont mesurées à la fin des étapes de chauffage et de soudage dans le but de les comparer avec les tailles des bourrelets réels (voir chapitre 2).

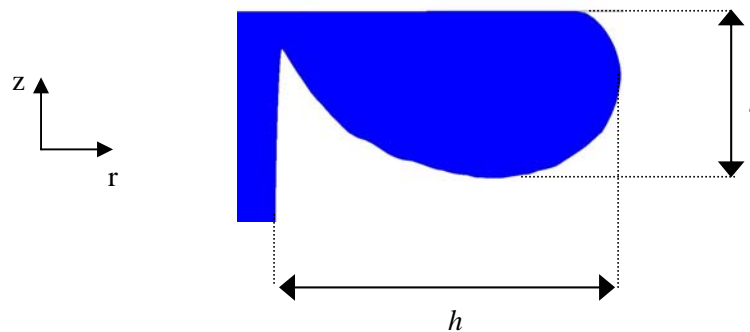


Figure 5.3 – hauteur h et largeur l de bourrelet

Le volume est estimé pour connaître la quantité de matière expulsée dans le bourrelet. Pour ce faire, la section du bourrelet est évaluée en la divisant en un certain nombre de surfaces élémentaires et en additionnant leurs superficies. Ceci permet d'avoir un ordre de grandeur de la section suffisant pour pouvoir comparer les bourrelets réels et ceux obtenus par simulation. Le volume est alors calculé à l'aide de la distance entre l'axe du tube et le centre de gravité du bourrelet, ce dernier étant déterminé approximativement à partir de la géométrie du bourrelet.

5.3 Simulation du procédé de soudage bout à bout

La simulation des différentes étapes du procédé présentée dans ce paragraphe a été réalisée en utilisant les caractéristiques et les conditions aux limites thermiques et mécaniques se rapprochant au mieux des conditions réelles du procédé, compte tenu des résultats des chapitres précédents.

5.3.1 Les données matériau

Le module d'Young du polyéthylène utilisé est de 1100 MPa et le coefficient de Poisson est de 0,46.

La conductivité thermique et la chaleur massique sont considérées comme étant constantes et valent respectivement 0,33 W/mK et 2600 J/kgK.

L'enthalpie de cristallisation est prise en compte dans l'équation de la chaleur. La valeur de l'enthalpie pour un cristal pur vaut 290 J/g.

Evolution du volume avec la température

Dans le logiciel Forge2®, le coefficient de dilatation thermique linéaire, $\alpha_{Linéaire}$, traduit la variation du volume de la matière :

$$\alpha_{Linéaire} = \frac{1}{L_0} \frac{\Delta L}{\Delta T} \quad (5.1)$$

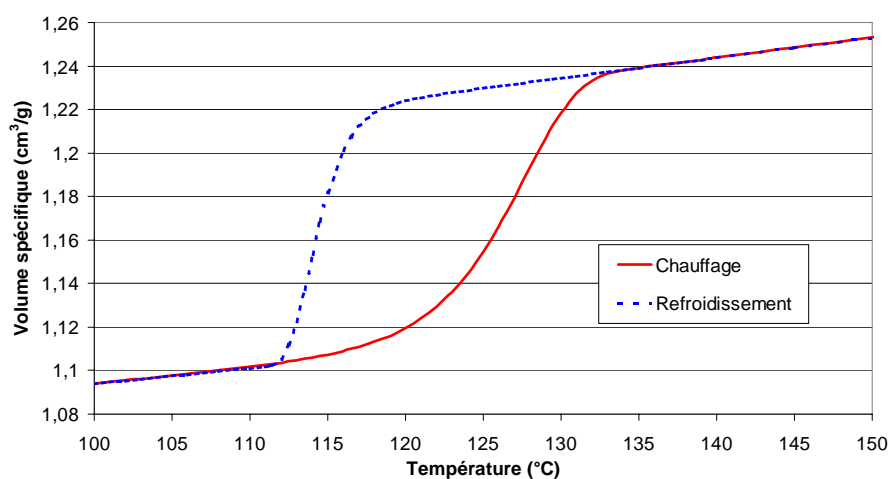


Figure 5.4 – Evolution du volume spécifique utilisé en simulation. La variation brutale du volume spécifique due au passage de la transition liquide/solide se fait à des températures différentes en fonction du chauffage ou du refroidissement de la matière

Dans Forge2®, le coefficient $\alpha_{Linéaire}$ n'est fonction que de la température (et non pas du taux de phase liquide). C'est pourquoi deux variations différentes du volume spécifique sont utilisées (voir figure 5.4) : une pour la fusion (utilisée lors des phases d'égalisation et de chauffage) et une pour la cristallisation (utilisée lors de la phase de soudage). La différence majeure entre ces deux évolutions se situe au niveau de la température à laquelle se produit le passage d'un état à l'autre, synonyme de forte variation du volume. Les températures de fusion et de cristallisation utilisées pour ces deux évolutions sont des valeurs moyennes obtenues expérimentalement pour plusieurs vitesses de chauffage et de refroidissement (voir chapitre 2). Ainsi, les températures de fusion et de cristallisation choisies sont respectivement 127°C et 114°C.

Les valeurs de la masse volumique du polyéthylène en fonction de la température pour le chauffage et le refroidissement sont inscrites dans les tableaux 5.1 et 5.2.

Température (°C)	0	25	100	110	115	117	119	121	123	125	127	129	131	133	135	140	250
Masse volumique (kg/m ³)	978	960	914	908	903	900	896	890	880	866	848	829	815	809	807	804	743

Tableau 5.1 – Masse volumique du polyéthylène en fonction de la température lors du chauffage

Température (°C)	0	25	100	105	110	112	114	116	118	120	125	140	250
Masse volumique (kg/m ³)	978	960	914	911	908	905	867	833	821	817	813	804	743

Tableau 5.2 – Masse volumique du polyéthylène en fonction de la température lors du refroidissement

Les valeurs du tableau 5.1 seront utilisées pour les phases d'égalisation et de chauffage. Celles du tableau 5.2 seront utilisées lors de l'étape de soudage.

Les lois de comportement, de fusion et de cristallisation

Nous rappelons les équations du chapitre 3 permettant de calculer les déformations de la matière à l'état liquide, solide et lors de la transition solide/liquide.

Deux lois de comportement distinctes ont été utilisées pour les phases liquide et solide. Pour la partie liquide, la loi de Carreau – Yasuda suivante a été utilisée (équation 3.35) :

$$\eta = 4,29 \cdot 10^5 \left[1 + (1,8632 \dot{\gamma})^{0,31} \right]^{-2,94} \quad (5.2)$$

Munie d'une loi d'Arrhénius pour la dépendance à la température (équation 3.39) :

$$a_{T_L} = 7,68.10^{-4} \exp\left(\frac{2890,4}{T}\right) \quad (5.3)$$

Pour la partie solide, la loi puissance suivante a été utilisée (équation 3.44) :

$$\eta = 2,2.10^9 |\dot{\gamma}|^{-0,88} \quad (5.4)$$

Munie d'une loi thermique exponentielle "-βT" pour la dépendance à la température (équation 3.47) :

$$a_{T_s} = 3,8.10^{40} \exp(-0,2647T) \quad (5.5)$$

Ces deux lois sont liées l'une à l'autre par une loi dérivée de la loi des mélanges permettant de faire évoluer la viscosité au cours de la transition liquide/solide (équation 3.49) :

$$\eta = \alpha^6 \eta_{solide} + (1 - \alpha^6) \eta_{liquide} \quad (5.6)$$

Les lois de cristallisation et de fusion, qui permettent de calculer le taux de phase solide, s'écrivent sous la forme variationnelle suivante :

Pour la cristallisation (équations 3.12 et 3.16):

$$\frac{\partial X_C}{\partial t} = n.C_C (X_{C_\infty} - X_C) \left(\ln \left(\frac{X_{C_\infty}}{X_{C_\infty} - X_C} \right) \right)^{\frac{n-1}{n}} \quad (5.7)$$

avec $X_{C_\infty} = 1$; $n = 1,8$ et $C_C = 0,411 [\exp(-0,74T + 283)]^{\frac{1}{1,8}}$

Pour la fusion (équation 3.21 et 3.23) :

$$\frac{\partial \alpha_L}{\partial t} = n.C_F (1 - \alpha_L) \left(\ln \left(\frac{1}{1 - \alpha_L} \right) \right)^{\frac{n-1}{n}} \quad (5.8)$$

avec $n = 0,5$ et $C_F = 0,6 [\exp(0,3T - 121,1)]^{\frac{1}{0,5}}$

5.3.2 Les conditions aux limites mécaniques

5.3.2.1 Spécificités des phases d'égalisation et de chauffage

Trois types de contacts ont été testés au niveau de l'interface tube/miroir : le contact glissant qui permet aux nœuds du maillage du tube en contact avec le miroir de se déplacer dans toutes les directions sans être soumis à une force de frottement ; le contact collant qui empêche le mouvement des nœuds le long du miroir mais permet le décollement dans la direction perpendiculaire au miroir ; le contact bilatéral collant qui empêche tout mouvement des nœuds en contact avec le miroir.

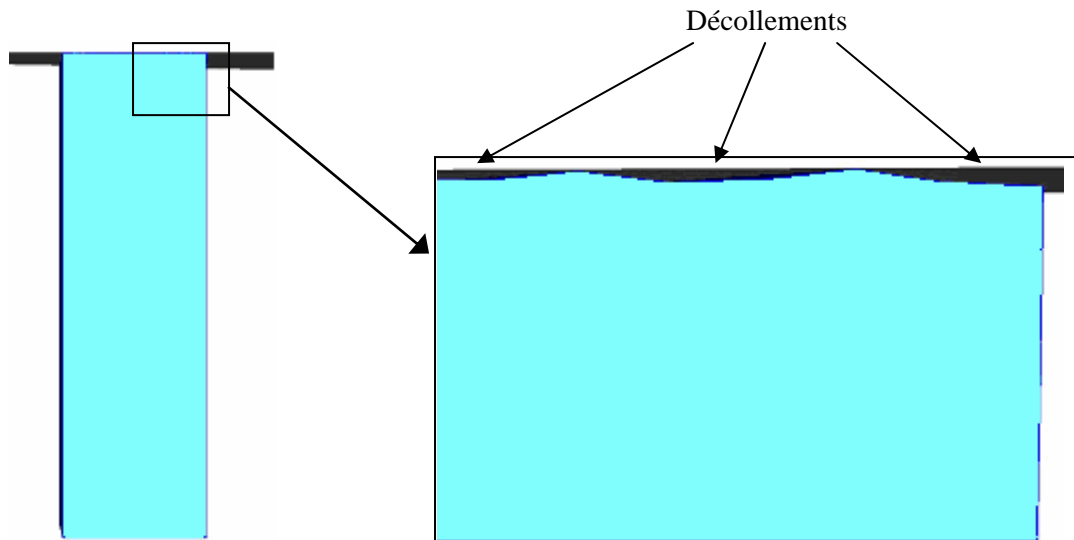


Figure 5.5 – Géométrie du tube plaqué contre le miroir chauffant au début de la phase d'égalisation en imposant un contact de type glissant au niveau de l'interface miroir/tube. Un certain nombre de nœuds initialement en contact avec le miroir se décolle de la surface en plusieurs endroits, ce qui crée une surface irrégulière entraînant la non convergence du calcul itératif

Le contact entre le miroir chauffant et le tube est défini comme étant bilatéral collant car ce contact semble être une bonne approximation du contact entre le polymère à l'état fondu et le miroir par référence au contact observé lors d'écoulements de polymère en filière et moules.

Les deux autres types de contact ont tout de même été testés. Il s'avère que dans les deux cas (contact collant et glissant) un certain nombre de nœuds en contact avec le miroir se décolle (figure 5.5) et entraînent une dégénérescence du maillage au bout d'un nombre restreint d'incrément. Ainsi, le contact bilatéral collant a été retenu dans l'ensemble des cas étudiés dans le chapitre 5.

Afin de reproduire la force servant à déplacer les tubes, une pression constante orientée dans le sens de l'axe du tube est appliquée sur la section du tube opposée à la surface de contact du miroir. Au cours de l'égalisation, cette pression est de 0,18 MPa pendant 22s et durant le chauffage elle est de 0,01 MPa pendant 175s.

Les conditions initiales mécaniques de la phase de chauffage sont les conditions obtenues en fin d'égalisation (viscosité, taux de phase liquide, ...).

5.3.2.2 Spécificités de la phase de soudage

Au cours de la phase de soudage, les deux tubes à souder sont plaqués l'un contre l'autre. Le miroir chauffant utilisé dans les deux premières étapes est remplacé par une plaque plane adiabatique traduisant le contact avec le deuxième tube. Nous n'avons pas utilisé de plan de symétrie à la place de la plaque plane car, d'une part le logiciel a du mal à gérer deux axes de symétrie différents (axisymétrique et plan), et d'autre part il est impossible de modifier le type de contact entre les deux tubes lorsqu'un plan de symétrie est utilisé.

Le contact entre le tube et cette plaque est défini comme étant bilatéral collant. Un contact glissant aurait été plus naturel dans ce cas, mais pour les raisons évoquées dans le paragraphe précédent (dégénérescence du maillage) ce type de contact n'a pas été conservé.

Une pression de 0,18 MPa est appliquée sur la surface du tube opposée au plan de symétrie pendant 17,5 min.

Les conditions initiales mécaniques de la phase de soudage sont les conditions obtenues en fin de chauffage (viscosité, taux de phase liquide, ...).

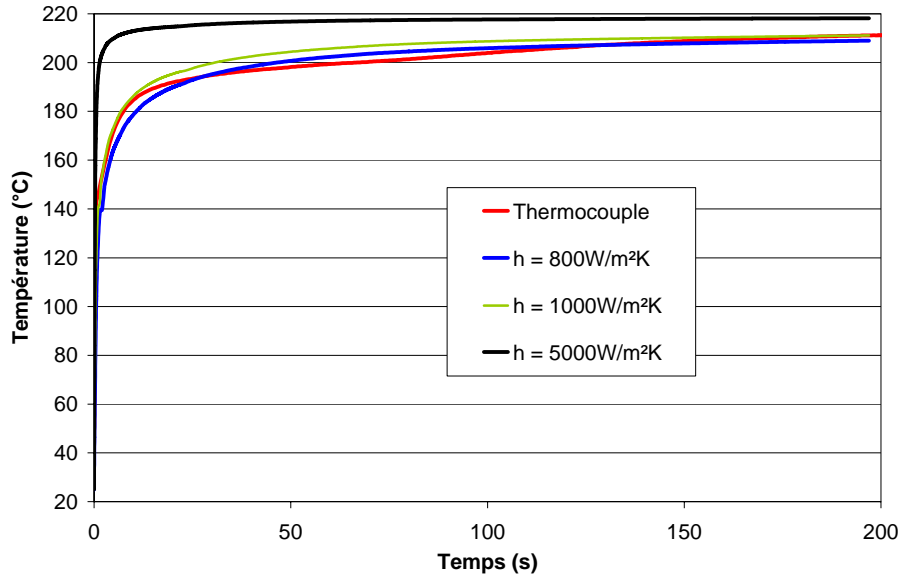
5.3.3 Les conditions aux limites thermiques

5.3.3.1 Spécificités des phases d'égalisation et de chauffage

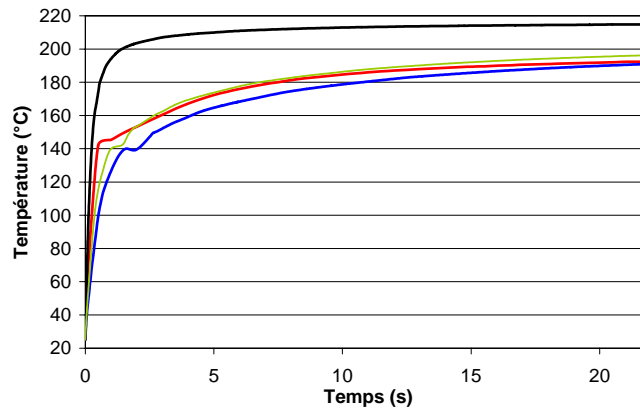
a) Interface tube/miroir

La température du miroir est fixée à une valeur constante égale à 220°C.

Les échanges de chaleur entre le miroir et la matière sont contrôlés par la température du miroir et le coefficient d'échange entre les deux parties. Le coefficient d'échange entre la matière et le miroir a été déterminé de façon à ce que l'évolution de la température calculée à l'interface reproduise au mieux la variation de température mesurée par les thermocouples.



a)



b)

Figure 5.6 – Evolution de la température à l'interface miroir/tube mesuré et calculé avec une température de miroir de 220°C et des coefficients d'échange de 800, 1000 et 5000 W/m²K.
a) phases d'égalisation et de chauffage ; b) phase d'égalisation seule

La figure 5.6 représente l'évolution de la température du polymère à l'interface tube/miroir donnée par le thermocouple et lors de simulations réalisées avec des coefficients d'échange de 800, 1000 et 5000 W/m²K. Cette dernière valeur est de l'ordre de grandeur d'un coefficient d'échange pour un contact métal/métal. La température obtenue avec 5000 W/m²K est bien supérieure à la température réelle. Le coefficient d'échange a donc été ajusté jusqu'à obtenir une évolution plus représentative de la réalité.

La courbe obtenue avec un coefficient de 1000 W/m²K se superpose plutôt bien à la courbe expérimentale, bien que la température à l'interface soit légèrement surestimée au début de la phase de chauffage (6°C de différence au maximum). La courbe à 800 W/m²K est légèrement en-dessous de la courbe expérimentale au cours de l'égalisation (22 premières secondes) et en fin de chauffage.

Finalement, le coefficient d'échange choisi pour le contact miroir/tube est de $1000 \text{ W/m}^2\text{K}$ car la température à l'interface obtenue avec ce coefficient est celle qui se rapproche le plus de l'évolution de température donnée par les thermocouples.

Il est vrai qu'une telle mesure de température n'est pas des plus précises car le thermocouple étant placé entre le tube et le miroir au moment où ils sont mis en contact l'un contre l'autre, il est difficile de savoir si c'est la température d'interface, la température du miroir ou la température du polyéthylène qui est mesurée. Cependant, le polyéthylène fond au contact du miroir, recouvrant ainsi le thermocouple, et il est très probable que la température mesurée soit celle du polymère près de l'interface.

b) Parois du tube

Dans le chapitre 2, il a été démontré que le rayonnement du miroir vers la matière et la convection libre autour du tube jouent un rôle non négligeable. Leur contribution est variable en fonction du temps et de l'espace. Forge2® ne permettant pas de calculer le rayonnement émis par le miroir, celui-ci a été pris en compte de façon détournée. Ainsi, dans ce travail nous avons pris comme condition aux limites la température mesurée près de la surface du tube.

Pour tenir compte de ces évolutions de température en fonction du temps et de l'espace, des zones sur les surfaces du tube ont été créées à différentes distances du miroir sur lesquelles on peut fixer une température extérieure et un coefficient de transfert propres à chaque zone. Ces différentes zones sont représentées sur la figure 5.7.

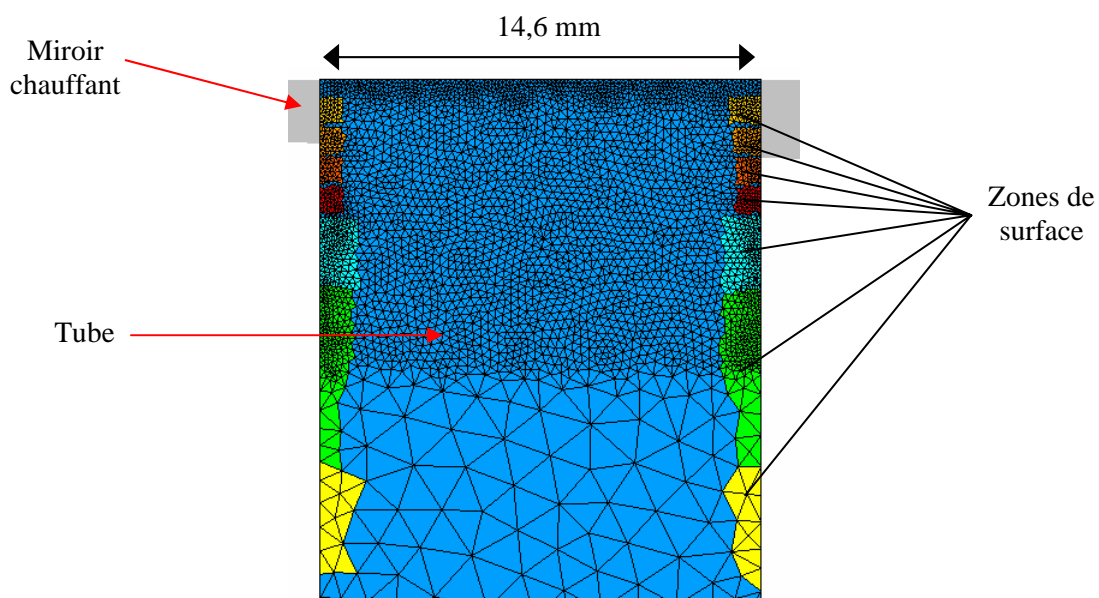


Figure 5.7 – Représentation des zones de surface définies sur les parois du tube permettant de fixer les conditions thermiques sur le tube

Dans le chapitre 2, des mesures de températures de la matière ont été faites sur la paroi du tube et à 1 mm sous la surface. Nous avons choisi d'utiliser les températures mesurées à 1 mm sous la surface car elles sont plus précises et on est sûr que, dans ce cas, c'est bien la température du polymère qui a été mesurée. Ces évolutions de température servent de conditions aux limites sur les zones de surface définies plus haut. Elles sont représentées sur la figure 5.8.

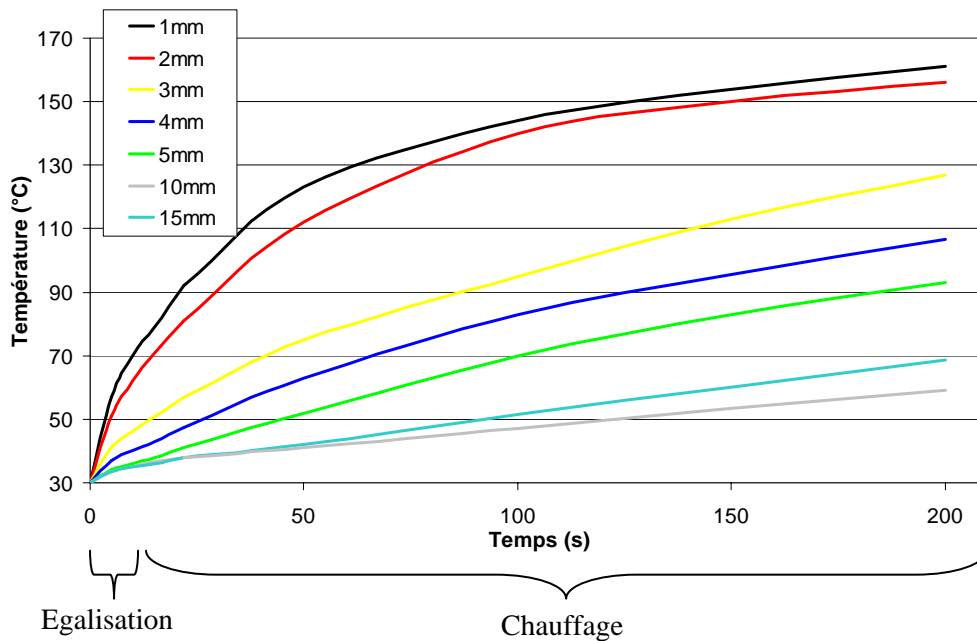


Figure 5.8 – Evolution de la température en surface du tube imposée lors de la simulation des phases d'égalisation et de chauffage en fonction du temps et de la distance au miroir

Dans Forge2® il n'est pas possible d'imposer une température en surface (condition de "Dirichlet"), il faut imposer une température et un coefficient d'échange entre le tube et l'air environnant (condition de "Neuman"). Pour contourner cette difficulté, on fait évoluer la température de l'air conformément aux profils de la figure 5.8 et un coefficient de transfert très élevé (100000 W/m²K) est utilisé de façon à ce que la matière soit instantanément à la température désirée.

L'intérieur du tube constitue un milieu confiné une fois que le miroir est mis en contact avec le tube, par conséquent l'air chauffe plus vite. Logiquement, la température sur la surface interne des tubes est légèrement supérieure à celle de la surface externe. Cependant, compte tenu du fait que les mesures de température n'ont pu être faites que sur la surface externe du tube, les mêmes évolutions ont été imposées sur les surfaces interne et externe.

La température initiale du tube est égale à la température de l'air ambiant, c'est-à-dire 25°C.

La condition initiale thermique de la phase de chauffage est le champ de température obtenu à la fin de la phase d'égalisation.

5.3.3.2 Spécificités de la phase de soudage

Dans l'étape de soudage, le refroidissement des tubes se fait uniquement par contact avec l'air. Les zones de surface sont donc retirées et seule la température de l'air (25°C) et le coefficient de transfert entre l'air et la matière (10 W/m²K) sont imposés en surface du tube.

La condition initiale thermique de la phase de chauffage est le champ de température obtenu à la fin de la phase de chauffage.

5.3.4 Résultats des simulations

La figure 5.9 montre l'évolution du bourrelet et de la température dans le tube au cours de la simulation des étapes du soudage. On peut voir que le bourrelet se développe au cours de toutes les étapes. Cependant, c'est au début de la phase de soudage, après 197s, que le bourrelet prend le plus de volume.

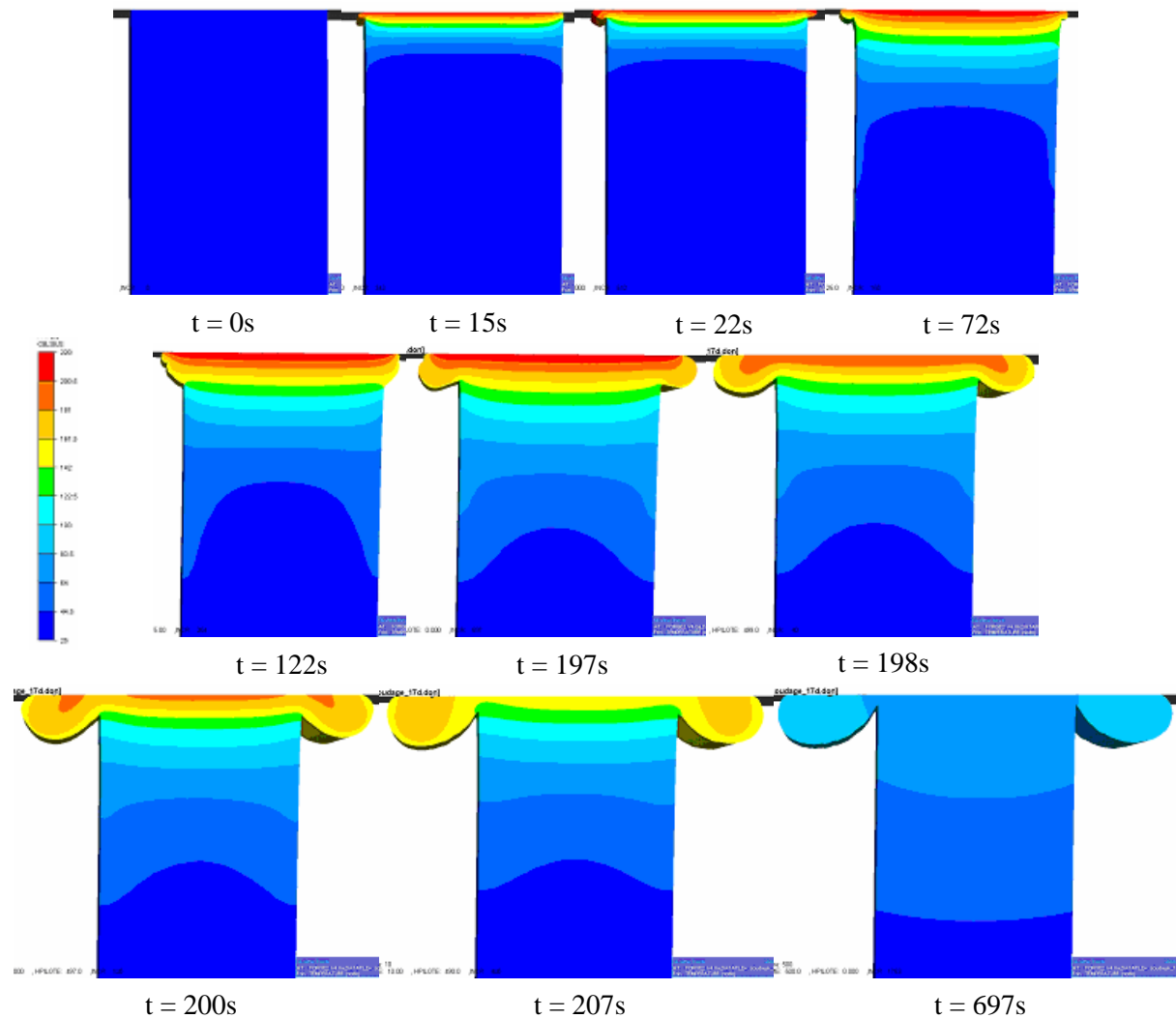


Figure 5.9 – Evolution du bourrelet et du champ de température au cours des différentes étapes du soudage : égalisation (durée = 22s), chauffage (durée = 175s) et soudage (durée = 17,5 min)

La figure 5.10 montre le déplacement des tubes au cours des phases du procédé de soudage. Globalement, les ordres de grandeurs sont cohérents avec les mesures bien que l'on observe des différences, notamment lors du chauffage.

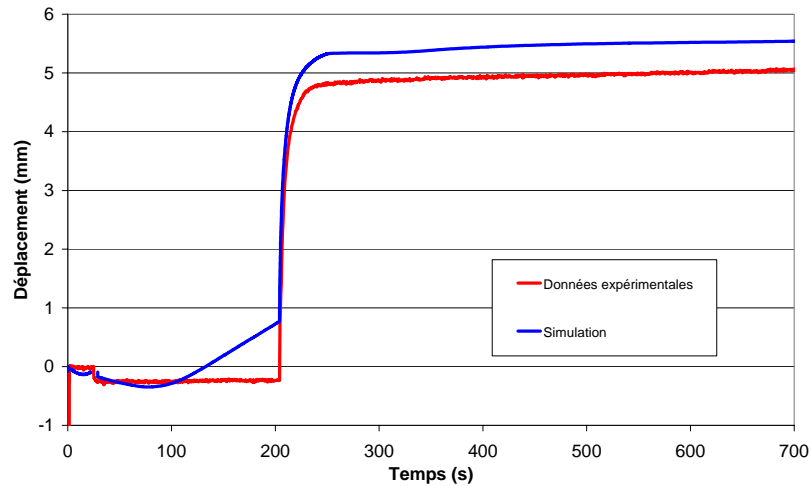


Figure 5.10 – Déplacements des tubes simulé et mesuré au cours du procédé de soudage

Nous allons à présent traiter plus en détail les résultats présentés ci-dessus.

5.3.4.1 Phases d'égalisation et de chauffage

a) Evolution de la température

Les températures calculées au centre de la paroi du tube à différentes distances du plan de soudage au cours de la simulation ont été comparées aux mesures obtenues par thermocouples dans les mêmes conditions.

A une distance de 2 mm du plan de soudage

Dans un premier temps, l'évolution de la température obtenue à une distance initiale de 2 mm du plan de soudage a été étudiée. Bien sûr, en fonction des déformations et des déplacements des tubes au cours du procédé, les capteurs (en simulation) et les thermocouples (au cours des essais expérimentaux) se déplacent avec la matière. Les températures mesurées dépendent donc des déplacements de matière. Ceci est d'autant plus vrai à 2 mm du plan de soudage puisque la couche de polymère fondu, dans laquelle auront lieu les plus grandes déformations, dépasse 2 mm d'épaisseur en fin de chauffage.

La figure 5.11 montre que pendant la majeure partie de la phase d'égalisation, la température enregistrée en simulation est bien inférieure à la température enregistrée expérimentalement ($12,5^{\circ}\text{C}$ de différence après 3s). Ceci est dû au fait que le début de l'égalisation simulée ($t = 0$) correspond à la mise en contact du miroir sur le tube. Or en réalité, avant de plaquer les tubes contre le miroir, celui-ci est positionné entre les tubes à une distance comprise entre 3 et 5 cm des extrémités des tubes. Ainsi, avant le début des enregistrements, les extrémités des tubes commencent à chauffer du fait du rayonnement émis par le miroir. En fonction du temps écoulé entre la mise en place du miroir et le début de la phase d'égalisation, la température au début de cette étape est plus ou moins élevée, mais toujours supérieure à la température initiale du tube.

L'écart de température qui existe au début du procédé est rattrapé avant la fin de la phase d'égalisation. La température enregistrée en simulation dépasse même la température réelle jusqu'à atteindre un écart maximal d'environ 7°C en début de chauffage.

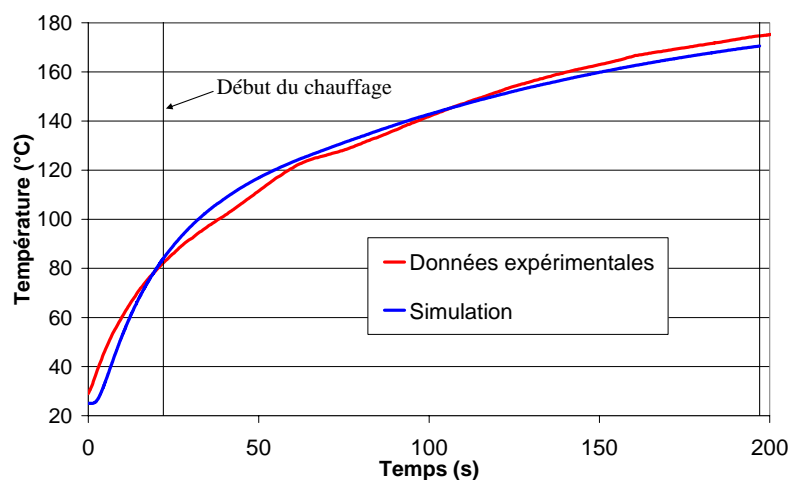


Figure 5.11 – Evolution de la température au cours de l'égalisation (22 premières secondes) et du chauffage (22 à 197s) obtenue par simulation et expérimentalement au centre de la paroi du tube, à une distance initiale de 2 mm par rapport au miroir

Au cours de la phase de chauffage, les évolutions des températures simulées et réelles sont très proches et très similaires. La température atteinte en simulation en fin de chauffage est de $170,5^{\circ}\text{C}$ et l'écart de température par rapport à la valeur expérimentale n'est que de 4°C (2,3% d'erreur).

En résumé, l'évolution de la température à une distance initiale de 2 mm obtenue par simulation correspond bien à la température enregistrée expérimentalement, bien que les capteurs se situent dans une zone enregistrant le plus de déformation du fait de la fusion de la matière et de la formation du bourrelet.

A une distance de 5 mm du plan de soudage

La figure 5.12 présente les évolutions de températures obtenues par simulation et expérimentalement au centre de la paroi du tube et à une distance initiale de 5 mm par rapport au miroir. Au cours de la

phase d'égalisation, les courbes sont proches (3°C d'écart entre les deux températures en fin d'égalisation).

Cette tendance se poursuit dans les premières secondes de la phase de chauffage. Cependant, après environ 20s de chauffage, la température calculée devient supérieure à la température réelle et la différence ne cesse de s'accroître jusqu'à la fin du chauffage. L'écart de température entre les deux courbes atteint 13°C à la fin de l'étape.

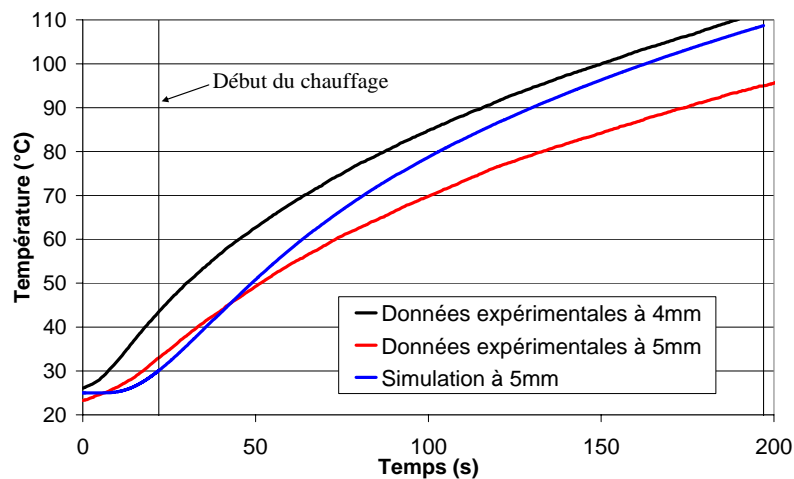


Figure 5.12 – Evolution de la température au cours de l'égalisation (22 premières secondes) et du chauffage (22 à 197s) obtenue par simulation et expérimentalement au centre de la paroi du tube, à une distance initiale de 5 mm par rapport au miroir. Les mesures réalisées à une distance initiale de 4 mm sont également représentées

Cette divergence des courbes de température est essentiellement due au fait que le déplacement des tubes au cours des phases de chauffage et d'égalisation en simulation est différent de la réalité (voir paragraphe 5.3.4.1b). Les capteurs de température en simulation se rapprochent plus du miroir chauffant qu'en réalité, ce qui entraîne un échauffement supplémentaire de la matière située initialement à 5 mm du miroir.

L'imprécision des conditions aux limites peut aussi jouer un rôle. En effet, les zones de surfaces sur lesquelles on applique les conditions aux limites sur le tube sont relativement larges (plus de 2 mm de large aux alentours de la partie du tube située à une distance de 5 mm du plan de soudage). Compte tenu du fait que les mesures de température ont été réalisées tous les millimètres sur les 5 premiers millimètres puis tous les 5 mm jusqu'à une distance de 15 mm du miroir, les mesures manquent de précision pour pouvoir affiner les zones de surface en simulation.

Malgré tout le soin apporté au positionnement des thermocouples au début de l'essai de soudage, il se peut qu'il y ait des imprécisions. Ainsi, il est possible que le thermocouple qui devait être à 5 mm du plan de soudage, se situe en fait entre 5 et 5,5 mm et que celui qui devait être à 4 mm du plan de soudage, se situe en fait entre 4 et 4,5 mm. Ceci pourrait expliquer que la température expérimentale est plus basse que la courbe simulée qui, elle, se rapproche de la courbe mesurée à 4 mm du miroir.

En résumé, dans la zone du tube située aux alentours de 5 mm du miroir, l'évolution de température obtenue par simulation diffère de façon significative par rapport aux mesures expérimentales. La

température réelle est bien inférieure à la température de la simulation en fin de chauffage. Cependant, cette dernière ne dépasse pas la température de fusion, qui est de l'ordre de 130°C, ce qui signifie que l'épaisseur de la couche de polymère fondu est inférieure à 5 mm.

A une distance de 10 mm du plan de soudage

La figure 5.13 présente les évolutions de températures obtenues par simulation et expérimentalement au centre de la paroi du tube et à une distance initiale de 10 mm par rapport au miroir.

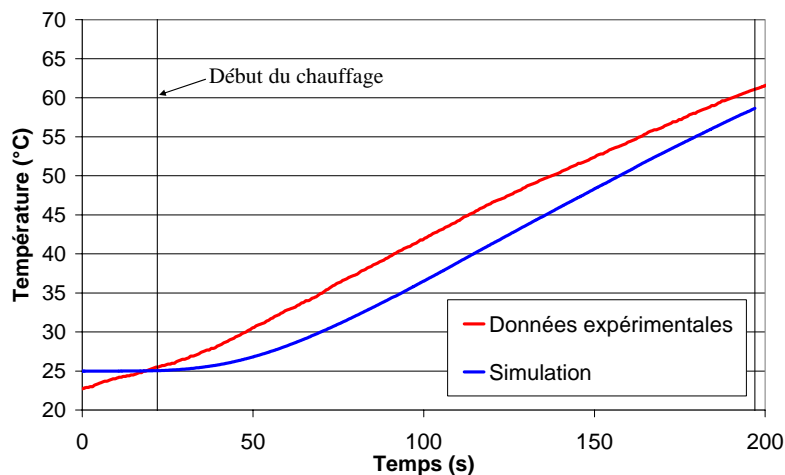


Figure 5.13 – Evolution de la température au cours de l'égalisation (22 premières secondes) et du chauffage (22 à 197s) obtenue par simulation et expérimentalement au centre de la paroi du tube, à une distance initiale de 10 mm par rapport au miroir

Au cours de la phase d'égalisation, la température calculée n'évolue quasiment pas et reste à la température initiale alors qu'en réalité, la température commence à augmenter dès le début du procédé. Cette variation de température dès le début du procédé est due au rayonnement du miroir et non à la conduction de chaleur dans le tube car, à cette distance du miroir, il faut un certain temps avant que la conduction ne contribue au chauffage de la matière. Cependant, cette augmentation est faible (égale à environ 2°C) et la température initiale imposée en simulation est légèrement supérieure à la valeur réelle. La température en fin d'égalisation est identique en simulation et en réalité.

Au cours du chauffage, la température réelle augmente de façon quasi linéaire. En simulation, la température augmente progressivement au début du chauffage avant d'augmenter linéairement avec la même pente que la température réelle. L'écart maximal entre les deux courbes est de 5°C.

Les différences observées entre la simulation et l'expérience proviennent essentiellement du fait qu'à cette distance du plan de soudage les mesures de températures ont été réalisées à des positions relativement espacées puisqu'elles ont été faites tous les 5 mm (à 5, 10 et 15 mm du miroir). Par conséquent, les zones de températures sur les surfaces interne et externe du tube à ces distances du miroir sont grossières : de l'ordre de 5 mm de large. Le chauffage provenant du rayonnement du

miroir étant prépondérant à cette distance, la précision des zones de température est de premier ordre pour obtenir une thermique réaliste.

En résumé, la température du tube à une distance de 10 mm du miroir obtenue par simulation ne commence à augmenter qu'après un certain temps, supérieur à la durée de la phase d'égalisation, ce qui entraîne un décalage entre cette température et celle mesurée expérimentalement d'environ 5°C au cours de la phase de chauffage.

A une distance de 15 mm du plan de soudage

La figure 5.14 présente les évolutions de températures obtenues par simulation et expérimentalement au centre de la paroi du tube et à une distance initiale de 15 mm par rapport au miroir.

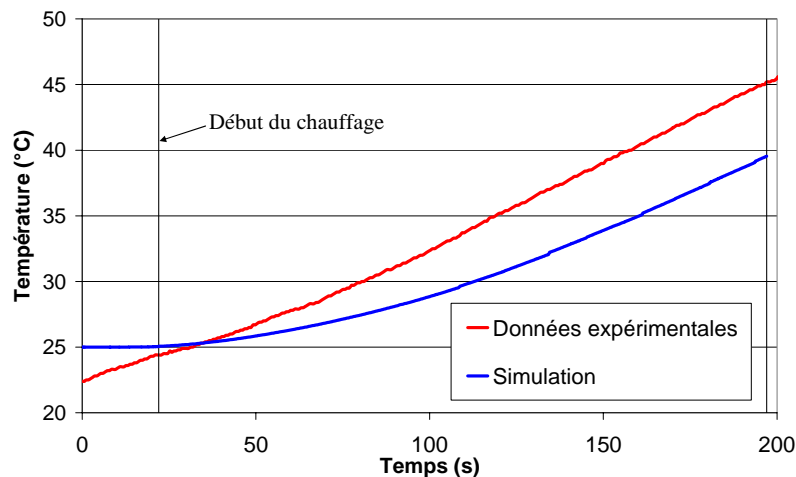


Figure 5.14 – Evolution de la température au cours de l'égalisation (22 premières secondes) et du chauffage (22 à 197s) obtenue par simulation et expérimentalement au centre de la paroi du tube, à une distance initiale de 15 mm par rapport au miroir

A cette distance du miroir on retrouve la même tendance qu'à une distance de 10 mm. En simulation, la température n'évolue quasiment pas durant la phase d'égalisation puis commence à augmenter en début de chauffage avant d'augmenter avec une vitesse identique à celle de la température réelle.

La température mesurée expérimentalement, quant à elle, augmente régulièrement du début de l'égalisation à la fin du chauffage où elle atteint 45°C.

Les différences observées peuvent s'expliquer pour les mêmes raisons qu'à 10 mm du miroir. L'écart maximal entre les courbes est de 5°C en fin de chauffage.

b) Déplacement des tubes

Le déplacement de la surface du tube opposée au miroir, qui correspond au déplacement d'un mors par rapport au miroir, a été mesuré au cours des phases d'égalisation et de chauffage. Dans la suite, on

simplifiera la rédaction en parlant de "déplacement des tubes" pour qualifier ce mouvement. Cette mesure permet d'avoir des informations sur la formation du bourrelet.

Les figures 5.15 et 5.16 présentent les déplacements des tubes obtenus par mesure sur le banc de soudage et par simulation au cours des phases d'égalisation et de chauffage.

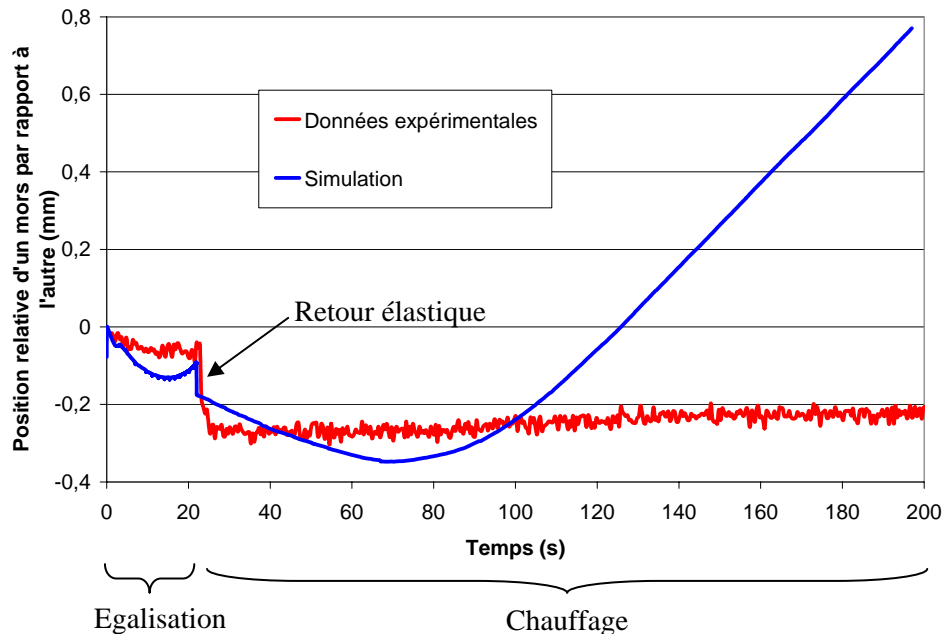


Figure 5.15 – Déplacement relatif des deux mors qui maintiennent les tubes, obtenu au cours de l'égalisation (22 premières secondes) et du chauffage (22 à 197s) par simulation et expérimentalement

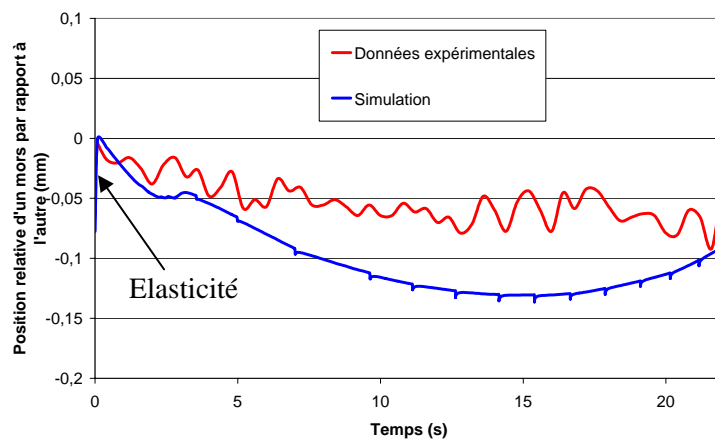


Figure 5.16 – Déplacement relatif des deux mors qui maintiennent les tubes, obtenu au cours de l'égalisation par simulation et expérimentalement

Pendant la phase d'égalisation, les mors qui maintiennent les tubes s'éloignent du miroir. Ceci est dû au fait que la dilatation thermique du polyéthylène contrebalance la pression imposée sur les tubes, la couche de polymère fondu n'étant pas encore assez importante pour être éjectée latéralement (voir chapitre 2).

La courbe obtenue par simulation montre un recul quasi-instantané d'environ 80 μm au début de l'égalisation correspondant à la partie élastique de la déformation. La courbe de déplacement diminue ensuite jusqu'à un recul d'environ 0,13 mm après 15s. Puis, la courbe augmente jusqu'à la fin de la phase.

Dans la première partie de l'étape, les courbes expérimentale et simulée varient dans le même sens mais le recul au cours de la simulation atteint une valeur maximale deux fois supérieur à la réalité. De plus, en fin d'égalisation l'avancée des tubes observée en simulation n'existe pas au cours des essais expérimentaux.

Il est probable que les mors ne glissent pas parfaitement sur les guides qui les maintiennent sur le bâti. Ainsi, le déplacement réel serait limité par le frottement des mors sur le bâti, ce qui pourrait expliquer le fait que le déplacement lors de la simulation soit deux fois plus important.

L'avancée des tubes calculée en fin d'égalisation est due au fait que la température du tube est suffisamment élevée pour fluidifier la matière au point qu'elle puisse être éjectée latéralement dans le bourrelet.

Entre les phases d'égalisation et de chauffage, la pression passe de 0,18 MPa lors de l'égalisation à 0,01 MPa lors du chauffage. Au cours de la simulation le retour élastique vaut près de 90 μm alors qu'en réalité il est d'environ 200 μm . Cependant, des essais réalisés à froid, avec un miroir à température ambiante, ont montré que le retour élastique était d'environ 80 μm (voir chapitre 2). En simulation, le module d'Young est constant et sa valeur est celle du PE à l'état solide (à 23°C), ainsi le déplacement brutal observé en début de chauffage correspond au retour élastique d'un tube entièrement solide et ne tient pas compte des effets de relaxation de la partie fluide.

Au cours de la phase de chauffage, expérimentalement on observe une légère avancée des tubes : de l'ordre de 60 μm . Malgré la faible pression appliquée (de l'ordre de 0,01 MPa) les mors se rapprochent du miroir à partir de la moitié du chauffage (environ 70s après le début du chauffage) car la matière se fluidifie en chauffant et s'écoule plus facilement dans le bourrelet.

En simulation, les déplacements observés sont beaucoup plus importants. En effet, au début du chauffage, pendant près de 50s, les mors s'éloignent du miroir car la pression imposée n'est pas suffisante pour contrecarrer la dilatation thermique. Cet écartement des tubes sur les 50 premières secondes du chauffage est d'environ 170 μm . Dans la deuxième partie du chauffage, la pression appliquée joue un rôle plus important car elle provoque l'éjection de la matière fondue, dont la quantité a augmenté depuis le début du chauffage, vers le bourrelet ce qui entraîne une avancée des mors vers le miroir d'environ 1,1 mm.

La grande avancée des tubes dans la deuxième partie du chauffage semble indiquer que la pression appliquée sur les tubes est trop importante par rapport à la réalité ou que la matière est beaucoup trop fluide (du fait d'une rhéologie non parfaite ou d'un chauffage trop important dans la zone située aux alentours de 5 mm du miroir), ce qui facilite l'éjection de matière dans le bourrelet. Le recul observé en début de chauffage en simulation n'est pas visible en réalité, ce qui amène à une conclusion inverse : la pression est trop faible et la matière pas assez fluide pour contrecarrer la dilatation thermique et pour éjecter la matière dans le bourrelet.

Ces résultats nous ont amené à changer les conditions aux limites pour pouvoir observer un déplacement concordant avec les résultats expérimentaux. Ceci sera développé dans le paragraphe 5.4.

c) Forme et volume des bourrelets

Comme lors des essais sur banc de soudage, le bourrelet calculé commence à se former dès les premiers instants de la phase d'égalisation sous l'effet de la dilatation thermique de la matière dans la zone du tube qui chauffe au contact avec le miroir, mais aussi du fait de la pression appliquée sur les tubes qui déplace la matière ramollie par le chauffage.

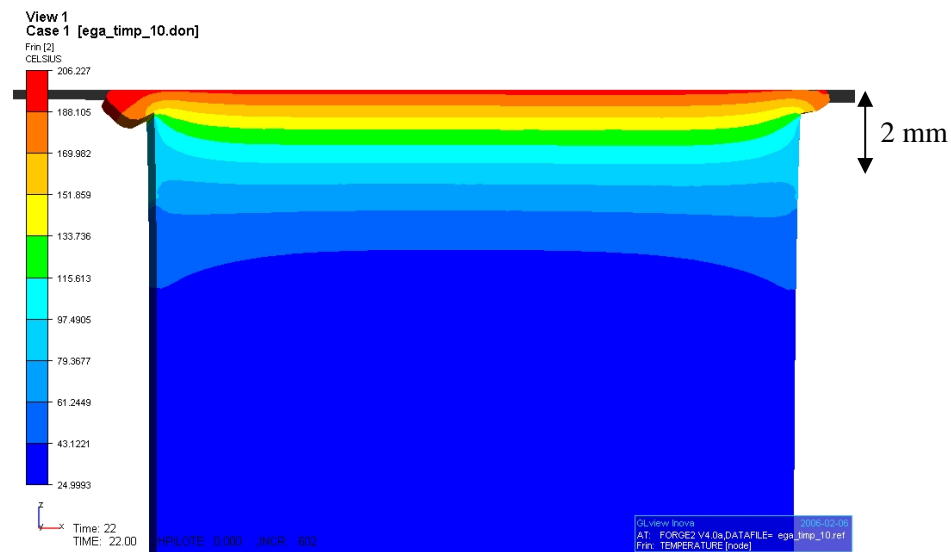


Figure 5.17 – Champ de température et allure du bourrelet calculés à la fin de la phase d'égalisation (d'une durée de 22s). La température du miroir est de 220°C, la pression appliquée sur le tube est de 0,18 MPa et les conditions aux limites en surface du tube sont les températures mesurées par thermocouple à différentes distances du miroir

La figure 5.17 montre la forme du bourrelet et le profil de température à la fin de la phase d'égalisation.

Les bourrelets intérieur et extérieur obtenus sont de tailles différentes. Le bourrelet interne (à gauche sur la figure 5.17) est bien plus grand que le bourrelet externe du fait de l'axisymétrie du tube.

Les bourrelets se développent essentiellement dans le sens du rayon, le long du miroir chauffant. Ceci est dû au contact bilatéral collant imposé entre le miroir et la matière qui impose à la matière de rester au contact du miroir.

La température de la matière présente un maximum de 206°C en fin d'égalisation. Ce maximum est situé au niveau du contact miroir/matière. La température de la matière diminue avec la distance au miroir chauffant. Les profils incurvés des isovaleurs de température sont dus aux conditions de surface imposées lors du calcul. Nous pouvons ainsi voir qu'à une distance proche du miroir chauffant, la température en surface est inférieure à la température au centre de la paroi. Au contact du miroir, le

tube est essentiellement chauffé par conduction et la température de l'air environnant, qui augmente du fait du rayonnement du miroir, reste néanmoins inférieure à la température du tube. Par conséquent, les surfaces sont plus froides que le centre de la paroi du tube.

A une distance plus importante du miroir, la courbure des isovaleurs de température s'inverse. La conduction de la chaleur provenant du miroir à travers le tube joue un rôle moins important à cette distance et c'est le rayonnement du miroir vers la surface du tube (qui est remplacé en simulation par des évolutions de températures des surfaces du tube) qui prend le dessus. Ainsi, à des distances de plus de 3 mm du miroir, la température des surfaces est supérieure à celle du centre de la paroi.

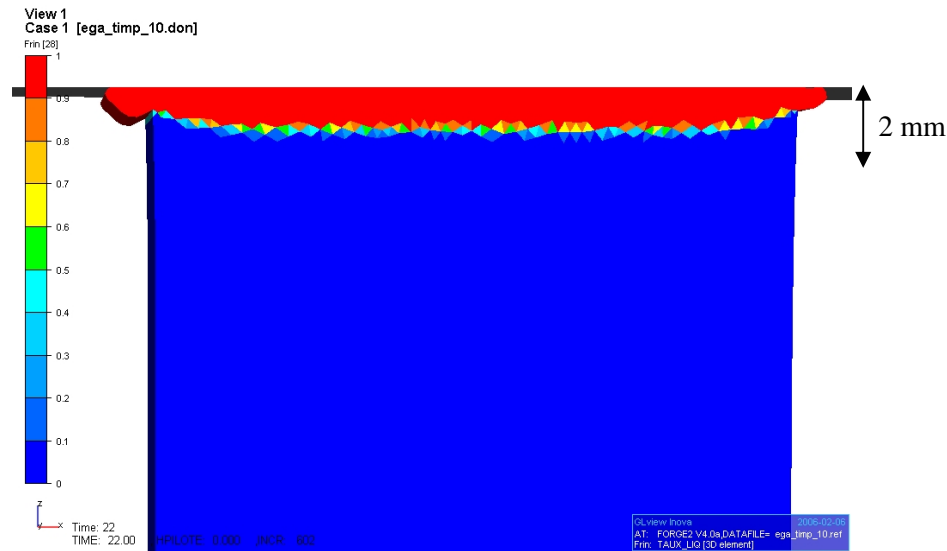


Figure 5.18 – Taux de phase liquide et allure du bourrelet calculés à la fin de la phase d'égalisation (d'une durée de 22s). La température du miroir est de 220°C, la pression appliquée sur le tube est de 0,18 MPa et les conditions aux limites en surface du tube sont les températures mesurées par thermocouple à différentes distances du miroir

La figure 5.18 montre la valeur du taux de phase liquide dans le tube à la fin de la phase d'égalisation. Ainsi, la partie rouge, correspondant à un taux liquide égal à 1, est la couche de polymère fondu alors que la partie bleue représente la matière à l'état solide. La transition liquide/solide se fait sur l'épaisseur d'une maille dont la taille moyenne à cet endroit du tube est de 0,2 mm. La transition a la même allure que les isovaleurs de température à cette distance du miroir et elle se produit autour de 130°C. A la fin de phase d'égalisation, l'épaisseur de la couche de polymère fondu est d'environ 1 mm.

Les figures 5.19 et 5.20 montrent la forme du bourrelet, le profil de température et le taux de phase liquide à la fin de la phase de chauffage.

Le développement du bourrelet au cours de la phase de chauffage ne se fait pas de la même façon qu'en réalité. En effet, expérimentalement, la formation du bourrelet se fait de façon continue sur les phases d'égalisation et de chauffage. En simulation, il se forme un "double bourrelet" (voir $t = 122s$ de la figure 5.9) qui explique le contour non régulier du bourrelet interne en fin de chauffage (à gauche

sur la figure 5.19). Cette irrégularité peut être due à la non prise en compte des tensions superficielles qui auraient tendance à homogénéiser les limites des bourrelets.

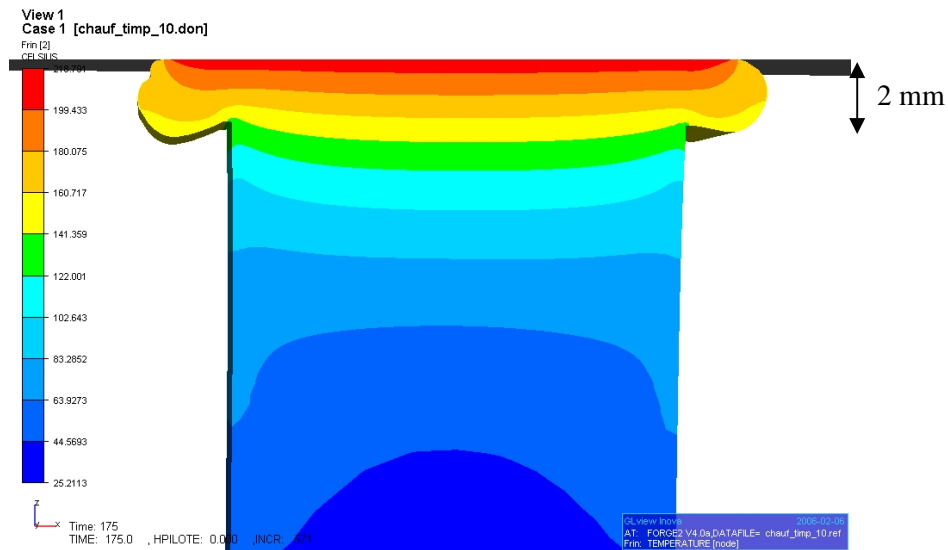


Figure 5.19 – Champ de température et allure du bourrelet calculés à la fin de la phase de chauffage (d’une durée de 175s). La température du miroir est de 220°C, la pression appliquée sur le tube est de 0,01 MPa et les conditions aux limites en surface du tube sont les températures mesurées par thermocouple à différentes distances du miroir. Les conditions initiales sont les résultats de la phase d’égalisation

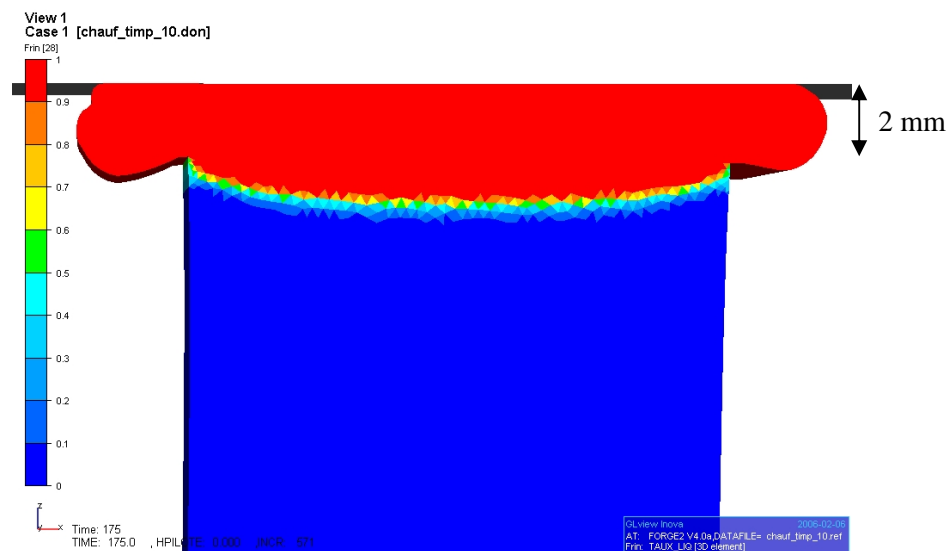


Figure 5.20 – Taux de phase liquide et allure du bourrelet calculés à la fin de la phase de chauffage (d’une durée de 175s). La température du miroir est de 220°C, la pression appliquée sur le tube est de 0,01 MPa et les conditions aux limites en surface du tube sont les températures mesurées par thermocouple à différentes distances du miroir. Les conditions initiales sont les résultats de la phase d’égalisation

L'épaisseur de la couche de polymère fondu en fin de chauffage correspond à la partie rouge de la figure 5.20 (zone où le taux de phase liquide vaut 1) et elle vaut entre 3,3 et 3,7 mm au centre de la paroi du tube. Ceci est conforme aux mesures de températures (voir chapitre 2) qui montrent que l'épaisseur de cette couche fondue est comprise entre 3 et 4 mm en fin de chauffage.



Figure 5.21 – Allure en coupe du bourrelet à la fin de la phase de chauffage (d'une durée de 175s). La température du miroir est de 220°C, les pressions appliquées sont de 0,18 MPa au cours de l'égalisation et de 0,01 MPa au cours du chauffage

La figure 5.21 présente l'allure des bourrelets en fin de chauffage et la figure 5.22 présente le comparatif entre les bourrelets réels et obtenus par simulation. Le bourrelet réel a été mesuré à température ambiante (25°C). Afin que les volumes soient comparables, les bourrelets calculés en fin de chauffage ont été refroidis en fixant la température de l'air ambiant à 25°C.

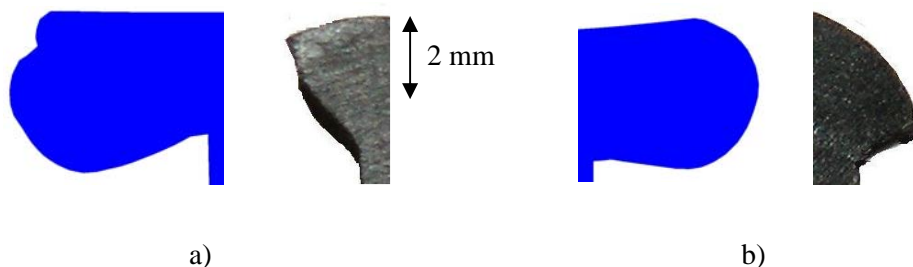


Figure 5.22 – Comparaison entre les bourrelets calculés et réels à la fin de la phase de chauffage après refroidissement jusqu'à 25°C. a) bourrelet interne ; b) bourrelet externe

Les formes des bourrelets simulés sont très différentes de la réalité. En effet, ces derniers ont une forme moins arrondie et présente une forte dissymétrie entre l'intérieur et l'extérieur.

Les hauteurs et largeurs des cordons de soudure, définies au paragraphe 5.2.3, ont été mesurées. Nous avons également procédé au calcul de la section et du volume des bourrelets en utilisant la méthode décrite dans le paragraphe 5.2.3. Les valeurs ne sont pas d'une précision extrême mais suffisent à comparer les résultats expérimentaux et simulés. Les valeurs obtenues sont inscrites dans le tableau 5.3.

Ces mesures montrent qu'en simulation le bourrelet se développe plus dans le sens du rayon que dans le sens de l'axe du tube, contrairement au bourrelet réel qui est moins haut mais qui s'étend plus sur la surface du tube.

	<i>h</i> (mm)		<i>l</i> (mm)		S (mm ²)		V (mm ³)	
	externe	interne	externe	interne	externe	interne	externe	interne
Expérience	2	2	4	3,5	3,5	3,5	1750	1400
Simulation	2,7	3,1	2,4	2,7	4,7	6	2430	2400

Tableau 5.3 – Dimensions, surfaces et volumes en fin de chauffage des bourrelets interne et externe réels et simulés

Le volume total de matière contenu dans les bourrelets est de 3150 mm³ en réalité et de 4830 mm³ en simulation. La différence entre ces deux volumes (environ 50% du volume réel) semble être due au fait qu'en simulation le bourrelet se forme non seulement par dilatation thermique, mais aussi par expulsion de la matière par l'intermédiaire de la pression exercée sur le tube, alors qu'en réalité, le bourrelet se forme essentiellement sous l'effet de la dilatation thermique. En effet, il a été vu précédemment que le déplacement des tubes au cours du chauffage était beaucoup plus important au cours de la simulation qu'en réalité (1 mm de plus en fin de chauffage d'après la figure 5.15), ce qui signifie qu'une plus grande quantité de matière est éjectée dans le bourrelet.

D'autre part, les valeurs des coefficients de dilatation utilisées ne sont pas parfaites et les conditions du procédé sont un peu différentes de la simulation (pression non régulière durant les étapes, frottement des mors sur le bâti,...) ce qui peut contribuer aux différences observées entre les bourrelets.

5.3.4.2 Phase de soudage

a) Evolution de la température

Les températures calculées et mesurées au centre de la paroi du tube à différentes distances du plan de soudage ont été comparées.

A une distance de 2 mm du plan de soudage

La figure 5.23 présente le comparatif entre les températures obtenues par simulation et expérimentalement au centre de la paroi du tube et à une distance initiale de 2 mm par rapport au miroir.

Au début de la phase de soudage, la température chute plus rapidement lors de la simulation. Dans les deux cas nous observons un épaulement dû à la cristallisation qui intervient à une température légèrement plus basse en simulation (115°C au lieu de 118°C en réalité) car la vitesse de refroidissement est plus élevée. En simulation, l'épaulement est localisé autour de 115°C alors que sur la courbe expérimentale il s'étale sur une plus grande plage de températures (à 80°C l'épaulement est encore bien visible). Ceci est dû au fait que la loi de cristallisation introduite en simulation ne tient

compte que de la cristallisation primaire. Finalement, les deux courbes se rapprochent l'une de l'autre et après 500s l'écart entre les deux courbes est de moins de 2°C.

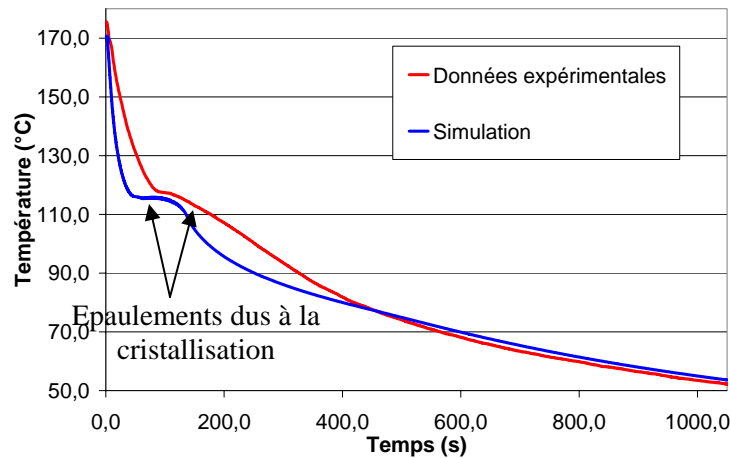


Figure 5.23 – Evolution de la température au cours des 450 premières secondes de la phase de soudage obtenue par simulation et expérimentalement au centre de la paroi du tube, à une distance initiale de 2 mm par rapport au miroir

Ces résultats ne peuvent pas être interprétés avec précision car les thermocouples se déplacent beaucoup au début de la phase de soudage, lorsqu'une grande quantité de matière est éjectée dans le bourrelet. Ainsi, il est difficile de connaître le chemin suivi par ces thermocouples et, compte tenu du fait que les déplacements de matière ne sont pas identiques en réalité et en simulation, ces deux courbes donnent des températures à deux positions différentes dans la soudure et les valeurs ne sont peut-être pas comparables.

A une distance de 5 mm du plan de soudage

La figure 5.24 présente les évolutions de températures obtenues par simulation et expérimentalement au centre de la paroi du tube et à une distance initiale de 5 mm par rapport au miroir.

De la même façon que pour les courbes de températures obtenues lors de la phase de chauffage, la courbe provenant de la simulation se rapproche plus du profil de température mesurée à 4 mm du plan de soudage. Ainsi, un petit pic de température est visible dans les premières secondes du soudage. Ce pic est dû au déplacement du thermocouple vers la zone chaude proche du plan de soudage. Le thermocouple se retrouve sous le bourrelet, contrairement au capteur "virtuel" de la simulation (voir paragraphe 5.3.4.2c), ce qui peut expliquer que la matière se refroidit plus vite en simulation pendant les 300 premières secondes. La vitesse de refroidissement devient ensuite identique à la réalité. L'écart entre les courbes reste alors constant et vaut moins de 4°C.

L'épaulement de cristallisation est visible bien que la matière ne soit pas fondue à cet endroit. Cet épaulement est dû à la cristallisation de la couche de polymère fondu située à une distance plus proche du plan de soudage mais qui affecte le polymère solide adjacent par conduction de la chaleur dans le tube.

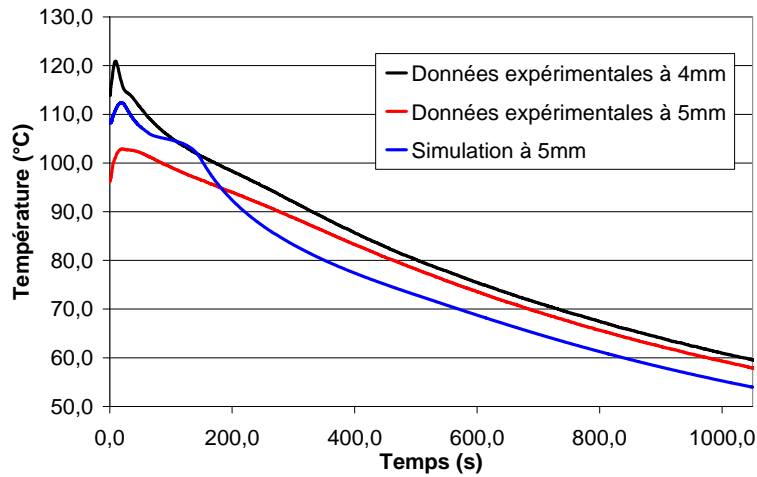


Figure 5.24 – Evolution de la température au cours des 450 premières secondes de la phase de soudage obtenue par simulation et expérimentalement au centre de la paroi du tube, à une distance initiale de 5 mm par rapport au miroir. Les mesures réalisées à une distance initiale de 4 mm sont également représentées

A une distance de 10 mm du plan de soudage

La figure 5.25 présente les évolutions de températures obtenues par simulation et expérimentalement au centre de la paroi du tube et à une distance initiale de 10 mm par rapport au miroir.

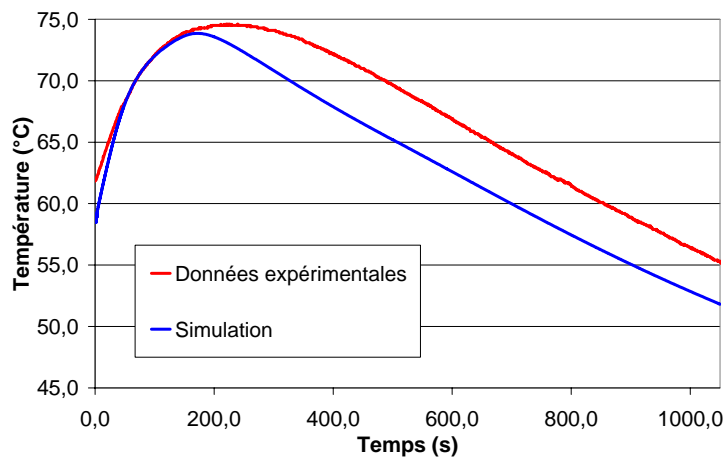


Figure 5.25 – Evolution de la température au cours des 450 premières secondes de la phase de soudage obtenue par simulation et expérimentalement au centre de la paroi du tube, à une distance initiale de 10 mm par rapport au miroir

Durant les premiers instants de la phase de soudage, la température continue à augmenter, d'une part en raison de l'avancée de la matière vers la zone plus chaude de la soudure, d'autre part à cause de la conduction de chaleur dans le tube qui continue de se faire après le retrait du miroir de la zone chaude proche du miroir vers les zones plus éloignées. La matière se refroidit ensuite progressivement.

En simulation, la température maximale est quasiment identique mais est atteinte plus tôt qu'en réalité (74°C après 175s en simulation et 74,5°C après 230s en réalité) car, comme il a été vu précédemment,

la matière refroidit plus vite en simulation dans la zone proche de la soudure, ce qui limite le chauffage par conduction de la partie plus éloignée. Dans la seconde partie du soudage les deux courbes évoluent avec une vitesse de refroidissement quasiment identique et constante (environ $1,5^{\circ}\text{C}/\text{min}$). L'écart entre les courbes reste alors constant et vaut moins de 4°C .

A une distance de 15 mm du plan de soudage

La figure 5.26 présente les évolutions de températures obtenues par simulation et expérimentalement au centre de la paroi du tube et à une distance initiale de 15 mm par rapport au miroir.

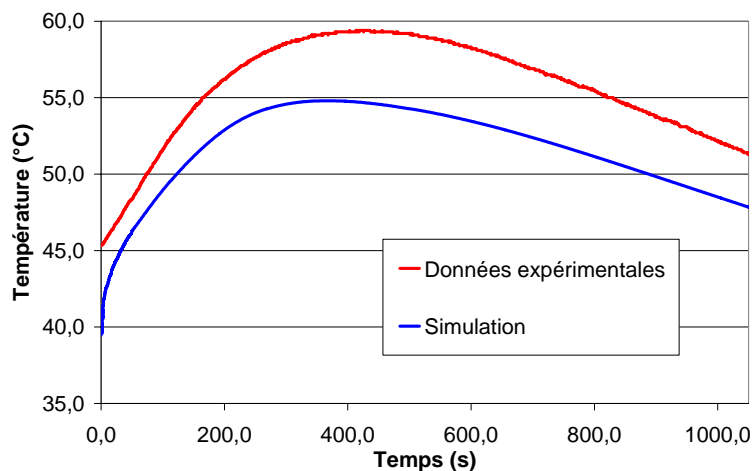


Figure 5.26 – Evolution de la température au cours des 450 premières secondes de la phase de soudage obtenue par simulation et expérimentalement au centre de la paroi du tube, à une distance initiale de 15 mm par rapport au miroir

Les allures de ces courbes sont semblables à celles observées à 10 mm du plan de soudage. De la même façon, l'avancée des tubes et la conduction de chaleur dans le tube sont responsables de la montée en température en début de phase. Les différences entre les courbes réelle et simulée sont également dues à un refroidissement plus rapide de la zone chaude en simulation qu'en réalité.

En simulation la température maximale de $54,8^{\circ}\text{C}$ est atteinte après 370s alors qu'en réalité le maximum vaut $59,5^{\circ}\text{C}$ après 430s. L'écart de température en fin de soudage vaut moins de 4°C .

b) Déplacement des tubes

La figure 5.27 présente les déplacements des tubes obtenus par mesure sur le banc de soudage et par simulation au cours de la phase de soudage. Ces déplacements tiennent compte des déplacements observés durant les phases précédentes, ainsi la figure 5.27 représente le déplacement global sur l'ensemble du procédé.

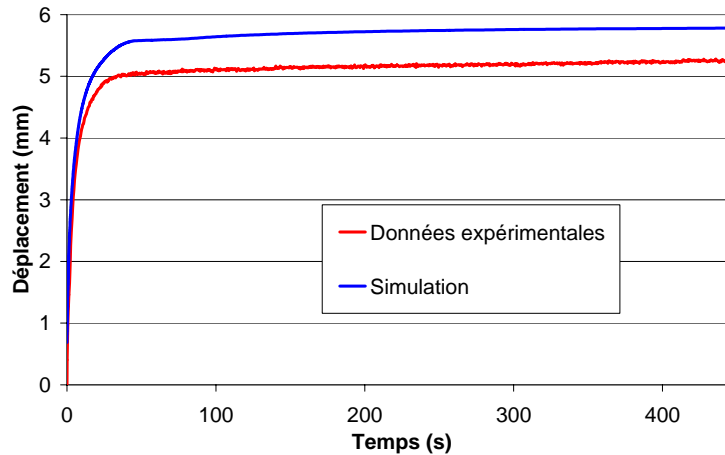


Figure 5.27 – Déplacement relatif des deux mors qui maintiennent les tubes, obtenu au cours des 450 premières secondes de la phase de soudage par simulation et expérimentalement

Globalement, les allures des deux courbes sont très semblables. La majorité du déplacement se produit au cours des 45 premières secondes puis les tubes continuent à avancer mais beaucoup moins rapidement jusqu'à la fin de l'étape.

L'avancée rapide en début de phase de soudage correspond à l'éjection de la matière fondue vers le bourrelet par l'intermédiaire de la pression appliquée sur les tubes. Ce déplacement est légèrement plus important en simulation qu'en réalité (0,5 mm sur un déplacement total de 5 mm en réalité et de 4,5 mm en simulation). Cela signifie qu'une plus grande quantité de matière est éjectée en simulation. La cause de cette différence peut provenir d'une légère différence d'épaisseur de la couche de polymère fondu provoquant l'éjection d'une plus grande quantité de matière dans le bourrelet.

En ce qui concerne la deuxième partie de l'étape, les deux courbes évoluent de la même façon, ce qui signifie que les tubes avancent à la même vitesse en réalité et en simulation. Ainsi, l'écart de 0,5 mm est maintenu jusqu'à la fin du soudage.

c) Forme et volume des bourrelets

Lorsque les deux tubes entrent en contact, la matière fondue est rapidement éjectée latéralement du fait de la pression appliquée, ce qui contribue à l'augmentation du volume du bourrelet.

La figure 5.28 montre la forme du bourrelet et la valeur du taux de phase liquide dans le tube après 45s dans la phase de soudage. Le bourrelet a quasiment terminé sa formation puisque l'éjection de matière se fait dans les premières secondes de l'étape de soudage (voir paragraphe précédent). Dans la suite de la phase, le retrait thermique est le principal moteur de la diminution du volume du bourrelet dont la forme globale ne varie plus.

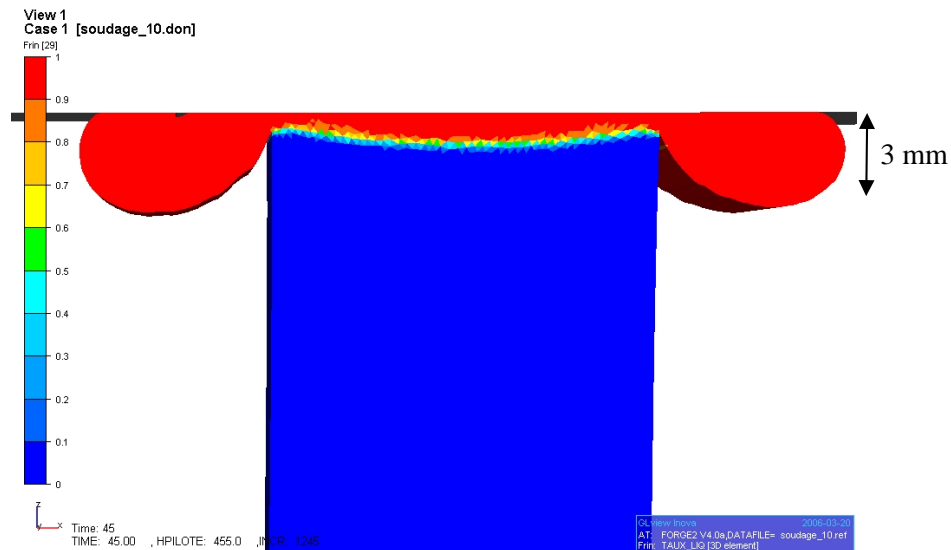


Figure 5.28 – Taux de phase liquide et allure du bourrelet calculés après 45s durant la phase de soudage. La pression appliquée sur le tube est de 0,18 MPa et le refroidissement se fait par l'air extérieur à 25°C. Les conditions initiales sont les résultats de la phase de chauffage



Figure 5.29 – Allure en coupe du bourrelet obtenu à la fin du de soudage. La pression appliquée sur le tube est de 0,18 MPa

Comme pour la phase d'égalisation, le bourrelet se développe le long du plan de symétrie du fait du contact bilatéral collant imposé entre le tube et le miroir, alors qu'en réalité il a plus tendance à s'enrouler sur lui-même et à venir se plaquer contre les surfaces interne et externe du tube (figure 5.29).

Après 45 secondes de l'étape de soudage, la transition solide/liquide, correspondant au passage de 0 à 1 du taux de phase liquide, a la même allure qu'en fin de chauffage. Cependant, ce front s'est déplacé en direction du plan de symétrie. Ceci est dû en partie au refroidissement de la matière, mais surtout à l'avancée du tube vers le plan de symétrie du fait de la pression appliquée sur les tubes. Ainsi, dans les premières secondes de la phase de soudage, le déplacement de matière joue un rôle prépondérant dans

la formation de la soudure, ensuite c'est le refroidissement et la cristallisation de la matière qui dominant.

Les essais dits du "sèche-cheveux" (voir chapitre 2) ont montré qu'avant le refroidissement, la couche de polymère fondu a une épaisseur plus importante au niveau des surfaces des tubes, donnant à la limite liquide/solide une allure incurvée. Sur la figure 5.28, cette couche est plus fine près des surfaces, donnant à la limite une allure incurvée mais inverse à la réalité. Ceci peut avoir deux causes :

- les conditions aux limites imposées aux cours de la simulation ne sont pas exactement celles de la réalité,
- le bourrelet ne se recolle pas à la surface du tube en simulation et ne réchauffe donc pas les surfaces du tube.

La figure 5.30 présente le comparatif entre les bourrelets réels et obtenus par simulation. Comme pour la phase de chauffage, les bourrelets ont été mesurés à température ambiante (25°C).

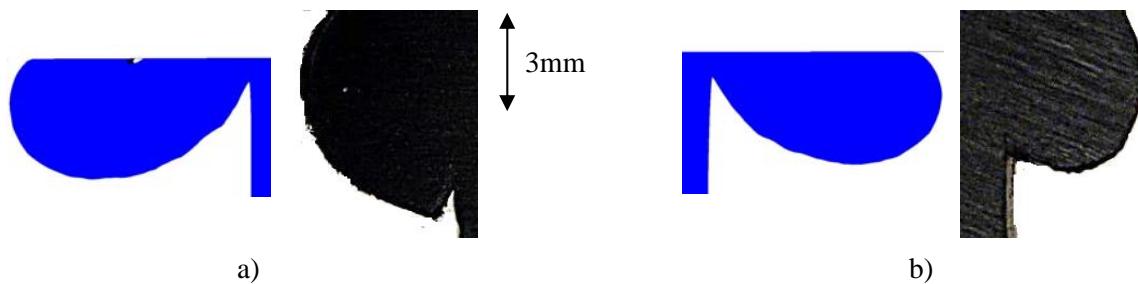


Figure 5.30 – Comparaison entre les bourrelets calculés et les bourrelets réels à la fin de la phase de soudage après refroidissement jusqu'à 25°C. a) bourrelet interne ; b) bourrelet externe

Les hauteurs, largeurs, sections et volumes des cordons de soudure, définies au paragraphe 5.2.3, ont été mesurés. Les valeurs obtenues sont inscrites dans le tableau 5.4.

	h (mm)		l (mm)		S (mm ²)		V (mm ³)	
	externe	interne	externe	interne	externe	interne	externe	interne
Expérience	4	5	5	6	18	23	9250	9200
Simulation	7,2	7,5	3,5	3,8	18,5	21,5	10650	8520

Tableau 5.4 – Dimensions, surfaces et volumes en fin de soudage des bourrelets interne et externe réels et simulés

Ces mesures confirment qu'en simulation le bourrelet se développe plus dans le sens du rayon que dans le sens de l'axe du tube, contrairement au bourrelet réel qui est moins haut mais qui s'étend plus sur la surface du tube.

La différence de volume entre les bourrelets interne et externe est plus marquée en simulation qu'en réalité.

Le volume total de matière contenu dans les bourrelets est de 18450 mm^3 en réalité et de 19170 mm^3 en simulation. La différence entre ces deux volumes (environ 720 mm^3) est en concordance avec les mesures de déplacement des tubes au cours de la phase de soudage. En effet, en réalité, au cours de cette étape, les tubes avancent de $0,5 \text{ mm}$ de plus qu'en simulation.

Cette différence de taille de bourrelet est faible (près de 4% du volume du bourrelet réel) ce qui signifie que, bien que la forme des bourrelets soit plus allongée en simulation, la quantité de matière éjectée est quasiment la même qu'en réalité.

5.3.5 Conservation du volume global du tube lors des simulations

La dilatation thermique entraîne une variation de la masse volumique de la matière correspondant à une variation du volume. Cependant, en simulation le volume de la matière ne dépend que de la température. Ainsi quelle que soit l'histoire thermique subie par la matière, sa masse volumique à une température donnée est toujours la même, mis à part lors de la transition liquide/solide. Pour s'assurer que l'utilisation de la dilatation thermique lors de la simulation du soudage n'entraîne pas de perte de volume, l'évolution de celui-ci au cours des différentes phases a été tracée.

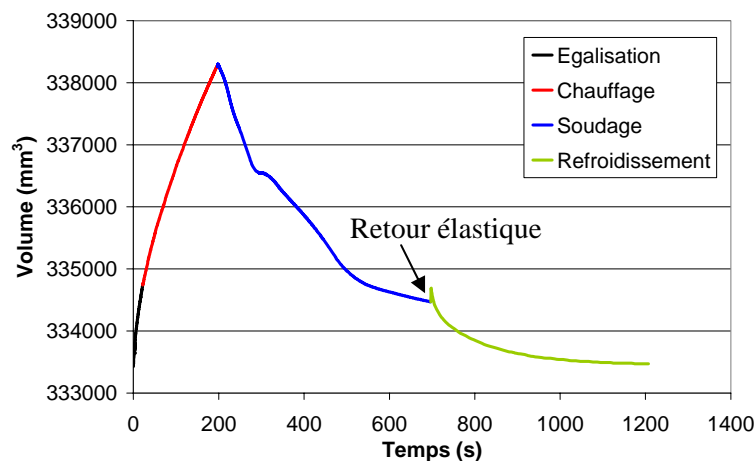


Figure 5.31 – Evolution du volume du tube au cours du procédé de soudage. Le tube a une température initiale et finale de 25°C

La figure 5.31 représente cette évolution du volume pendant le soudage. La température initiale et finale est de 25°C . Le volume initial du tube est de 333450 mm^3 . Au cours des phases d'égalisation et de chauffage l'augmentation de la température du polyéthylène provoque l'augmentation du volume du tube. Puis, au cours du soudage le tube se refroidit et se solidifie. Après 700s la pression est relâchée ce qui entraîne un retour élastique et donc une petite augmentation du volume. Le tube est alors refroidi rapidement jusqu'à 25°C . Le volume est alors de 333470 mm^3 . Le volume initial est bien retrouvé, ce qui vérifie la réversibilité de la dilatation thermique au cours de la simulation.

5.3.5.1 Conclusion

Les phases d'égalisation, de chauffage et de soudage ont été simulées en utilisant des caractéristiques et des conditions aux limites qui se rapprochent au mieux des conditions réelles. Les températures, les déplacements des tubes et les tailles de bourrelets obtenus par simulation ont été comparés aux mesures expérimentales.

Globalement les résultats de la simulation sont satisfaisants car assez proches des mesures expérimentales. En effet, les évolutions de température et les volumes des bourrelets sont cohérents avec l'expérience.

Cependant, il existe des différences majeures, notamment au cours de la phase de chauffage. En effet, durant cette phase le déplacement observé est très important par rapport aux mesures expérimentales et les formes des bourrelets sont différentes de la réalité.

5.4 Modification des conditions aux limites

Nous avons vu au paragraphe précédent que les mesures de déplacements et de tailles de bourrelets réalisées en simulation ne correspondaient pas parfaitement à la réalité, notamment dans la phase de chauffage. C'est pourquoi certaines conditions aux limites ont été modifiées durant cette étape.

Nous avons évoqué précédemment la question du frottement des mors sur le bâti qui pourrait limiter les déplacements des tubes. Pour essayer de prendre en compte ce frottement, nous avons utilisé une condition limite mécanique en pression imposée plus faible qu'au paragraphe 5.3 pour limiter l'avancée des tubes et nous avons ajouté une plaque "butée" fictive pour limiter le recul.

5.4.1 Les nouvelles conditions aux limites

La phase d'égalisation reste inchangée par rapport à la simulation du paragraphe 5.3.

Pour limiter l'avancée des tubes observée en fin d'étape lors de la simulation du chauffage (paragraphe 5.3.4.1b), la pression a été diminuée de 0,01 à 0,001 MPa. Rappelons également que d'un essai à l'autre la pression peut varier (voir chapitre 2), ceci représente donc un test de sensibilité à la pression imposée.

D'autre part, pour éviter un recul trop important en début de chauffage, une plaque "butée" fictive a été placée à 0,12 mm de la surface du tube sur laquelle on applique la pression (qui correspond à l'ordonnée -0,22 mm de l'échelle de la figure 5.15). Dans ces conditions, un léger recul au début du chauffage est possible, permettant au retour élastique de se faire librement. La figure 5.32 montre l'emplacement de la plaque ajoutée à l'extrémité opposée au miroir.

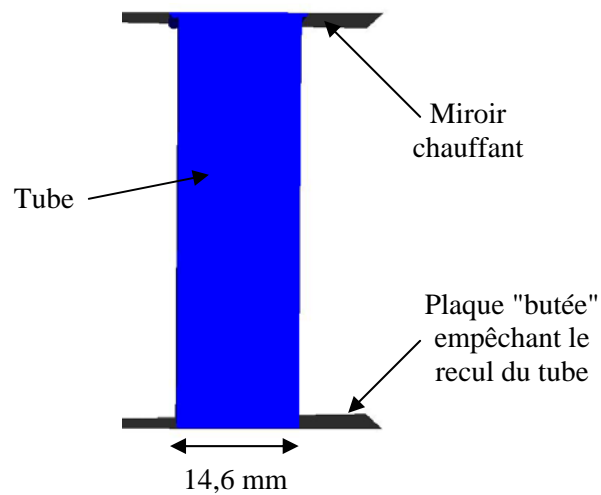


Figure 5.32 – Schéma présentant l'emplacement de la plaque fixe qui empêche le recul du tube au début de la phase de chauffage

5.4.2 Résultats des simulations

La figure 5.33 montre l'évolution du bourrelet et de la température dans le tube au cours de la simulation des étapes de chauffage et de soudage en utilisant les conditions du paragraphe précédent. La forme du bourrelet en fin de chauffage est différente de celle obtenue dans le paragraphe 5.3.

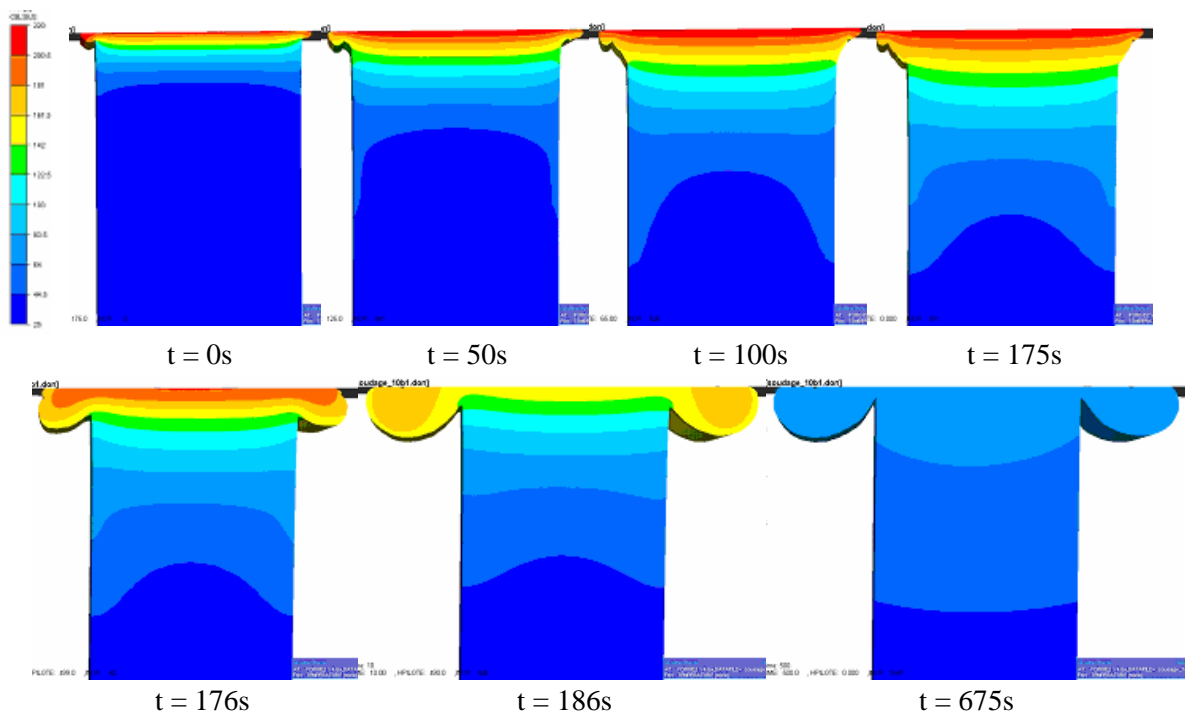


Figure 5.33 – Evolution du bourrelet et du champ de température au cours des étapes de chauffage (durée = 175s) et soudage (durée = 17,5 min)

La figure 5.34 montre le déplacement des tubes au cours des phases du procédé de soudage. Globalement, les ordres de grandeurs sont cohérents avec les mesures et le déplacement observé au cours du chauffage est plus proche des mesures qu'au paragraphe 5.3.

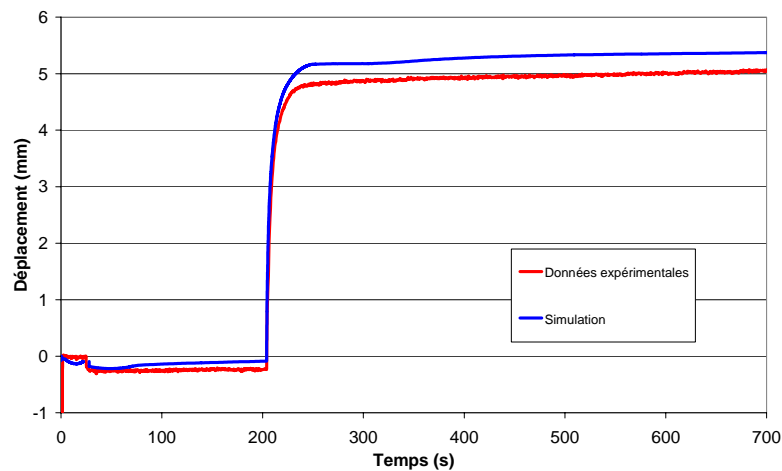


Figure 5.34 – Déplacements des tubes simulé et mesuré au cours du procédé de soudage

Nous allons à présent traiter plus en détail les résultats présentés ci-dessus.

5.4.2.1 Phase de chauffage

a) Déplacement des tubes

La figure 5.35 présente les déplacements des tubes obtenus expérimentalement et par simulation au cours des phases d'égalisation et de chauffage en ajoutant une plaque pour limiter le recul des tubes lors de cette deuxième étape. Le déplacement obtenu au paragraphe 5.3 en simulation est également représenté.

Encore une fois, les déplacements observés sont plus importants en simulation qu'en réalité. Cependant, les allures générales des deux courbes au cours de l'étape de chauffage se ressemblent davantage avec ces nouvelles conditions.

Globalement, la courbe de déplacement obtenue par simulation se situe au-dessus de celle obtenue expérimentalement car le retour élastique est plus petit dans le premier cas. Ceci n'a pas d'influence sur la suite du déplacement.

En début de chauffage, le recul du tube se fait jusqu'à la position -0,22 mm qui correspond au contact du tube avec la plaque ajoutée, puis le déplacement se stabilise à cette position pendant quelques secondes. Expérimentalement, le déplacement du tube est quasiment nul durant les 50 premières secondes de la phase de chauffage.

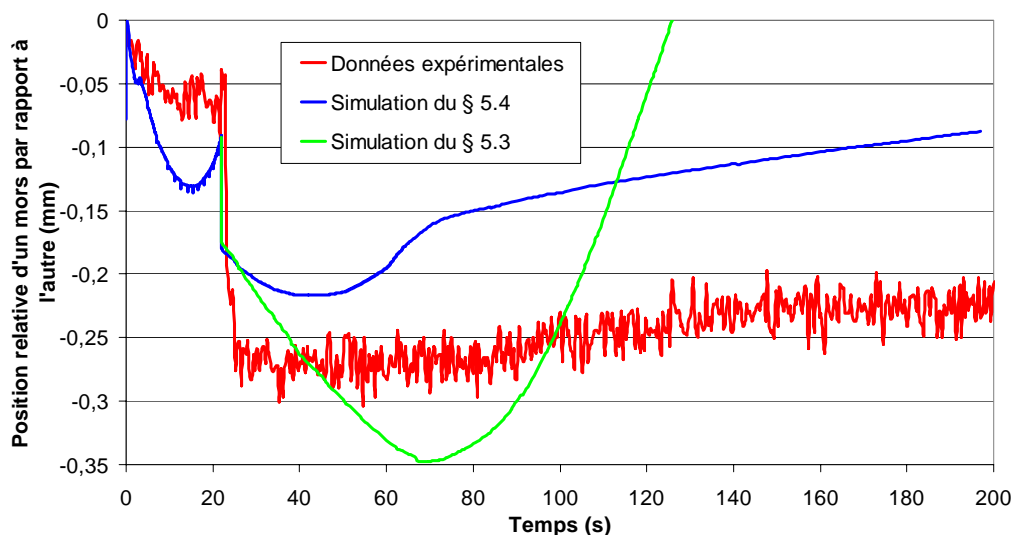


Figure 5.35 – Déplacement relatif des deux mors qui maintiennent les tubes, obtenu au cours de l'égalisation (22 premières secondes) et du chauffage (22 à 197s) par simulation (en utilisant un outil pour bloquer le recul du tube et une pression de 0,001 MPa) et expérimentalement

Après une quarantaine de secondes, les tubes commencent à se rapprocher l'un de l'autre. Dans un premier temps le rapprochement se fait à vitesse relativement élevée, puis les tubes continuent à avancer mais plus lentement. On retrouve cette même évolution expérimentalement mais le déplacement des tubes commence plus tard (environ 50s après le début de la phase) et le déplacement est moins important qu'en simulation. En effet, le déplacement global du début à la fin du chauffage est de 50 μm en réalité et de 90 μm en simulation.

Finalement, avec ces conditions aux limites (pression de 0,001 MPa et ajout d'une plaque pour limiter le recul des tubes) le déplacement simulé au cours du chauffage ressemble beaucoup plus aux mesures réalisées sur le banc de soudage. Bien que les valeurs des déplacements soient plus importantes en simulation qu'en réalité, les mouvements de la matière se font dans le même sens au cours du chauffage : léger recul, voire aucun déplacement dans les premières secondes de l'étape, puis avancée des tubes jusqu'à la fin de la phase.

Le fait que le déplacement simulé soit plus proche de la réalité avec de telles conditions signifie qu'un certain nombre de caractéristiques inhérentes au banc de soudage n'ont pas été prises en compte en simulation. Il est par exemple possible que le frottement des mors sur le banc de soudage joue un rôle non négligeable sur les déplacements.

b) Forme et volume des bourrelets

La figure 5.36 montre l'extrémité du tube en contact avec le miroir chauffant. La forme du bourrelet et le profil de température à la fin de la phase de chauffage sont représentés.

La forme des bourrelets en fin de chauffage ressemble plus à la forme réelle que les bourrelets de la simulation du paragraphe 5.3. En effet, ils ont une forme moins arrondie et plus triangulaire, bien que

les contours des bourrelets simulés soient très irréguliers. Le contact bilatéral collant imposé entre le tube et le miroir empêche la matière de se détacher et de former l'arrondi observé sur le bourrelet réel.

Comme lors de la simulation avec les conditions du paragraphe 5.3, les contours des bourrelets ne sont pas réguliers, ce qui semble être dû à la non prise en compte des tensions superficielles.

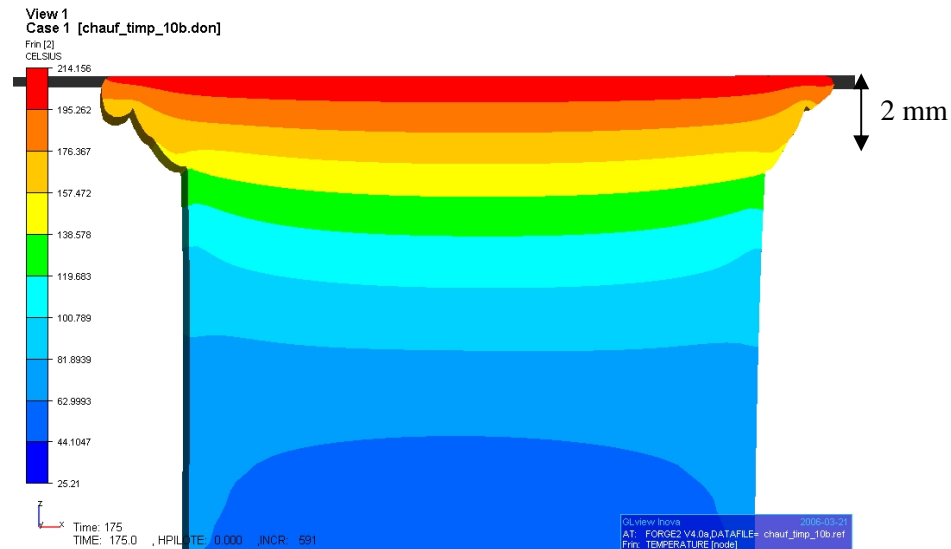


Figure 5.36 – Champ de température et allure du bourrelet calculés à la fin de la phase de chauffage (d'une durée de 175s). La température du miroir est de 220°C, la pression appliquée sur le tube est de 0,001 MPa. Une plaque plane fixe empêche le recul du tube. Les conditions initiales sont les résultats de la phase d'égalisation

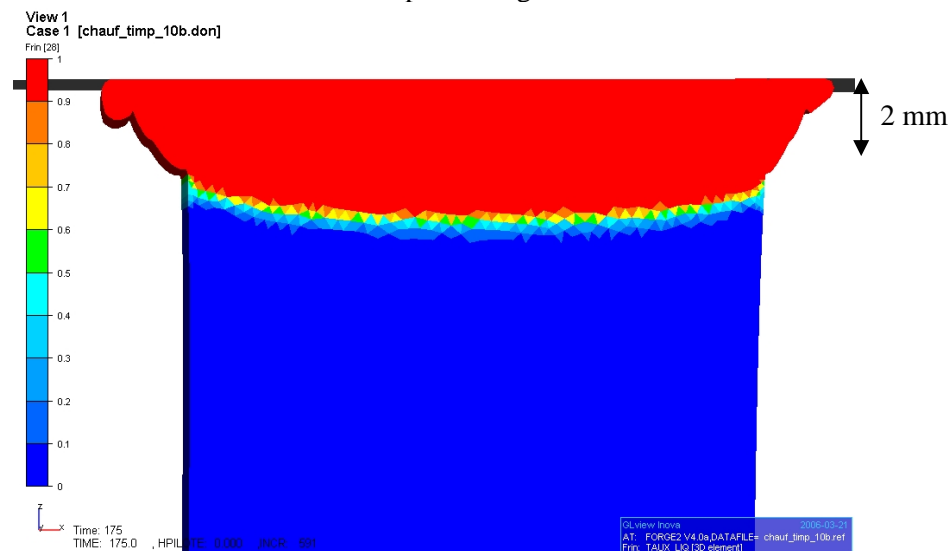


Figure 5.37 – Taux de phase liquide et allure du bourrelet calculés à la fin de la phase de chauffage (d'une durée de 175s). La température du miroir est de 220°C, la pression appliquée sur le tube est de 0,001 MPa. Une plaque plane fixe empêche le recul du tube. Les conditions initiales sont les résultats de la phase d'égalisation

L'épaisseur de la couche de polymère fondu en fin de chauffage correspond à la partie rouge de la figure 5.37 (zone où le taux de phase liquide vaut 1) et elle vaut entre 3,6 et 3,9 mm au centre de la paroi du tube. Bien que légèrement supérieure à l'épaisseur mesurée dans la simulation du paragraphe précédent, celle-ci est conforme aux mesures de températures réalisées par thermocouple (voir chapitre 2).

La figure 5.38 présente le comparatif entre les bourrelets réels et obtenus par simulation. Les bourrelets ont été mesurés à température ambiante (25°C).

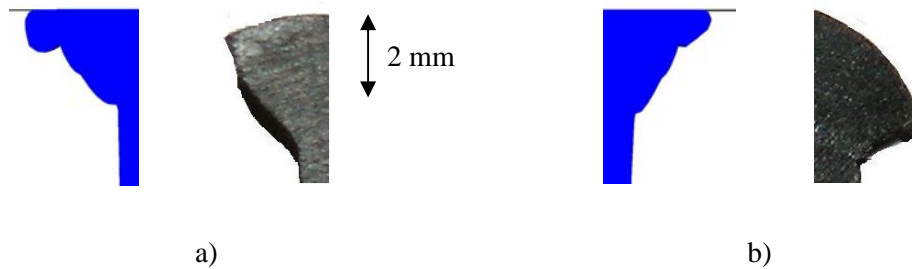


Figure 5.38 – Comparaison entre les bourrelets calculés et les bourrelets réels à la fin de la phase de chauffage après refroidissement jusqu'à 25°C. a) bourrelet interne ; b) bourrelet externe

Les hauteurs, largeurs, sections et volumes des cordons de soudure, définies au paragraphe 5.2.3, ont été mesurés. Les valeurs obtenues sont inscrites dans le tableau 5.5.

La taille et la forme des deux bourrelets simulés (interne et externe) sont semblables. Cependant, bien que les hauteurs des bourrelets simulés soient proches des valeurs réelles, ce n'est pas le cas pour les longueurs. La pression appliquée au cours de cette simulation étant très faible, le bourrelet obtenu est essentiellement dû à la dilatation thermique de la matière.

	h (mm)		l (mm)		S (mm ²)		V (mm ³)	
	externe	interne	externe	interne	externe	interne	externe	interne
Expérience	2	2	4	3,5	3,5	3,5	1750	1400
Simulation	1,8	2,2	2,5	2,3	1,8	3,05	920	1240

Tableau 5.5 – Dimensions, surfaces et volumes en fin de chauffage des bourrelets interne et externe réels et simulés

Le volume total de matière contenu dans les bourrelets est de 3150 mm³ en réalité et de 2160 mm³ en simulation. La différence entre ces deux volumes (environ 30% du volume réel) est plus faible que pour la simulation du paragraphe 5.3 bien qu'elle soit encore relativement importante. Dans ce cas, par contre, le volume des bourrelets simulés est plus petit que le volume réel. Cette différence est essentiellement due aux conditions aux limites utilisées. En effet, en ce qui concerne la mécanique, les nouvelles conditions utilisées (faible pression et plaque plane à l'extrémité du tube) ne sont pas réalistes.

5.4.2.2 Phase de soudage

a) Déplacement des tubes

La figure 5.39 présente les déplacements des tubes obtenus par mesure sur le banc de soudage et par simulation au cours de la phase de soudage. Ces déplacements tiennent compte des déplacements observés durant les phases précédentes, ainsi la figure 5.39 représente le déplacement global sur l'ensemble du procédé.

Le déplacement obtenu par simulation est identique à celui de la simulation du paragraphe 5.3, ce qui signifie que la même quantité de matière est éjectée dans la bourrelet sur l'ensemble du procédé.

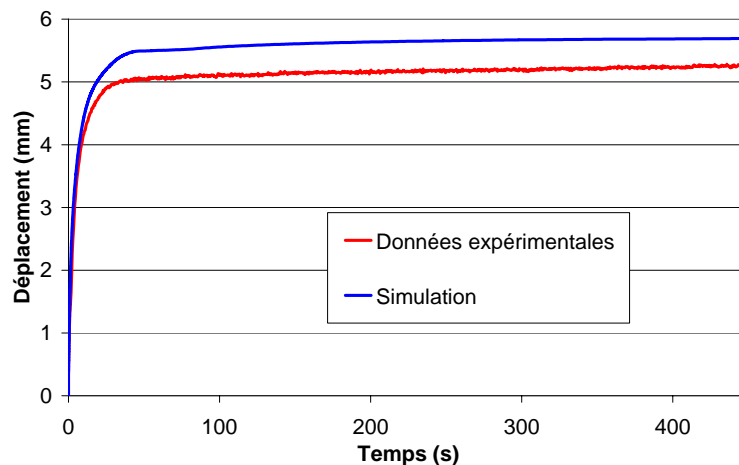


Figure 5.39 – Déplacement relatif des deux mors qui maintiennent les tubes, obtenu au cours de des 450 premières secondes de la phase de soudage par simulation et expérimentalement

b) Forme et volume des bourrelets

La figure 5.40 montre l'extrémité du tube en contact avec une plaque plane adiabatique représentant le deuxième tube. La forme du bourrelet et la valeur du taux de phase liquide dans le tube après 25s dans la phase de soudage sont représentés.

L'allure des bourrelets est très similaire à celle obtenue lors de la simulation du paragraphe 5.3. En effet, ils se développent le long du miroir et ne viennent pas se recoller contre les surfaces du tube du fait du contact bilatéral collant imposé entre le tube et le plan adiabatique. De plus, le front de la couche de polymère fondu a la même allure incurvée qu'au cours de la première simulation.

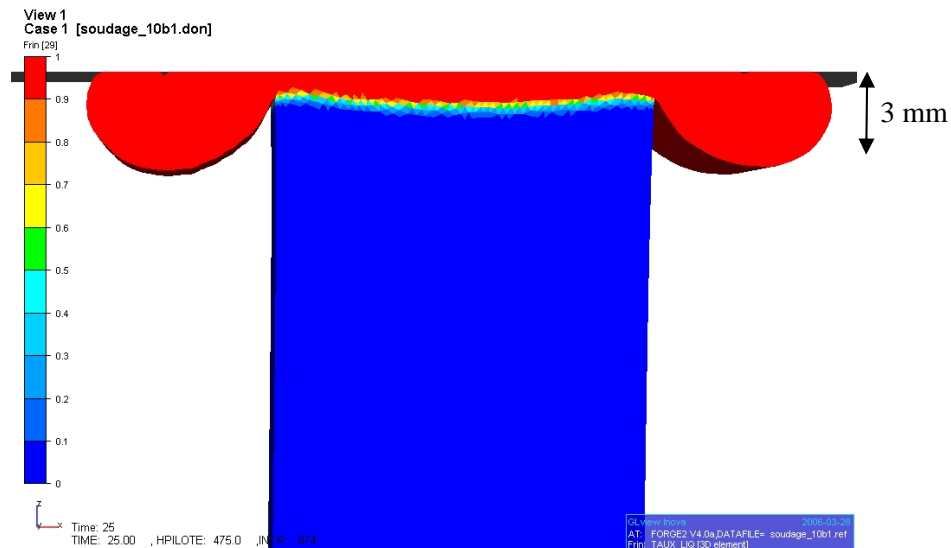


Figure 5.40 – Taux de phase liquide et allure du bourrelet calculés après 25s durant la phase de soudage. La pression appliquée sur le tube est de 0,18 MPa et le refroidissement se fait par l'air extérieur à 25°C. Les conditions initiales sont les résultats de la phase de chauffage

Les hauteurs, largeurs, sections et volumes des cordons de soudure, définies au paragraphe 5.2.3, ont été mesurés. Les valeurs obtenues sont inscrites dans le tableau 5.6.

Les dimensions des bourrelets sont quasiment identiques à celles de la simulation du paragraphe 5.3, ce qui signifie que la modification effectuée au cours de la phase de chauffage n'influe pas sur la taille du bourrelet final.

	h (mm)		l (mm)		S (mm ²)		V (mm ³)	
	externe	interne	externe	interne	externe	interne	externe	interne
Expérience	4	5	5	6	18	23	9250	9200
Simulation	7	7,4	3,5	3,6	20,5	22	10920	8610

Tableau 5.6 – Dimensions, surfaces et volumes en fin de soudage des bourrelets interne et externe réels et simulés

5.5 Conclusion

Les phases d'égalisation, de chauffage et de soudage du procédé de soudage bout à bout ont été simulées à l'aide du logiciel Forge2® en utilisant des caractéristiques de la matière et des conditions aux limites qui semblent être les plus proches de la réalité. Les résultats en terme de températures, de déplacement des tubes et de tailles des bourrelets ont été comparés aux mesures réalisées sur le banc de soudage.

Globalement, les résultats sont plutôt satisfaisants puisque les simulations aboutissent à la formation d'un cordon de soudure dont la forme n'est pas si éloignée que ça de la réalité. De plus, les évolutions

de température à divers endroits du tube sont comparables aux mesures effectuées à l'aide de thermocouples et les déplacements obtenus par simulation et par mesure expérimentale se ressemblent en terme de sens de variation, bien que les ordres de grandeurs soient différents.

En ce qui concerne les phases d'égalisation et de chauffage, les évolutions de températures enregistrées à plusieurs distances du plan de soudage en simulation sont proches des valeurs expérimentales, mis à part à 5 mm du plan de soudage où la température est légèrement surestimée avec Forge2®. Les différences observées sont à mettre sur le compte du caractère approximatif des zones de surfaces sur lesquels les conditions aux limites thermiques sont imposées ; mais aussi des dissimilitudes entre les déplacements et les tailles des bourrelets mesurés et simulés qui influent sur les mouvements des thermocouples ; et finalement de l'imprécision du placement des thermocouples au début des essais de soudage et de leur temps de réaction.

Il serait donc intéressant de faire des mesures plus exhaustives sur les surfaces des tubes pour pouvoir affiner les zones de surface et avoir des conditions aux limites plus précises.

Les déplacements observés au cours du chauffage sont très importants par rapport à la réalité. En effet, le recul observé dans les premières secondes de l'étape dénote une pression trop faible. A l'inverse, au cours de la deuxième partie de l'étape, l'avancée considérable révèle une pression trop forte. Ceci montre que le problème doit provenir d'une différence entre les conditions réelles imposées par la machine et les conditions appliquées en simulation. Il est en effet probable que le déplacement réel est limité par le frottement des mors sur le bâti et il se peut également que les tubes glissent légèrement dans les mors lors de la mise en pression des tubes.

Les bourrelets en fin de chauffage ont une forme plutôt arrondie, contrairement aux bourrelets réels qui sont plutôt triangulaire. Ceci est essentiellement dû au mécanisme de formation du bourrelet qui a deux origines :

- la dilatation thermique qui, dans l'espace confiné entre la zone solide du tube et le miroir (ou le tube antagoniste lors de la phase de soudage), entraîne une éjection latérale du polymère fondu,
- le mouvement du tube lié aux pressions imposées qui va amplifier, ou au contraire diminuer, l'éjection de matière.

Dans notre cas, nous avons vu que les déplacements des tubes étaient moins bien prévus que les évolutions de température et donc la pondération entre les deux mécanismes évoqués ci-dessus est sensiblement différente entre l'expérience et la réalité.

De plus, la tension superficielle n'étant pas prise en compte lors des simulations, les contours des bourrelets simulés sont irréguliers.

Les températures calculées au cours de la phase de soudage sont proches des valeurs expérimentales (moins de 4°C de différence). Cependant, au début de cette étape la matière se refroidit plus rapidement en simulation, ce qui pourrait être dû au fait que le bourrelet ne se recolle pas sur les parois du tube et ne réchauffe donc pas la matière.

Le déplacement global obtenu par simulation sur l'ensemble du procédé est légèrement supérieur au déplacement réel ce qui signifie que la quantité de matière éjectée est plus importante. Ceci est confirmé par les mesures du volume des bourrelets.

Les bourrelets obtenus par simulation se développent le long du miroir chauffant au lieu de venir se plaquer contre les parois du tube. Ceci est essentiellement dû au contact bilatéral collant imposé entre le miroir et le tube qui empêche le décollement de la matière.

Les phases de chauffage et de soudage du procédé ont été simulées en utilisant des conditions aux limites mécaniques permettant de se rapprocher des mesures expérimentales, notamment en terme de déplacement lors du chauffage. Les résultats en termes de déplacement des tubes et de tailles des bourrelets ont été comparés aux mesures réalisées sur le banc de soudage.

Le déplacement des tubes observé au cours du chauffage est nettement plus proche du déplacement réel qu'en utilisant les conditions du paragraphe 5.3. En effet, les tubes reculent légèrement dans les premières secondes de l'étape puis ils avancent jusqu'à la fin du chauffage. Ces déplacements sont un peu exagérés en comparaison des mesures expérimentales (avancée globale de 90 μm lors du chauffage simulé et de 50 μm en réalité) mais les allures sont semblables.

La forme des bourrelets obtenus avec ces conditions aux limites se rapproche plus de la réalité. Cependant, les contours des bourrelets simulés sont irréguliers en fin de chauffage et leur volume est plus petit que celui du vrai bourrelet (2160 mm^3 en simulation et 3150 mm^3 en réalité). Ces différences proviennent des conditions aux limites mécaniques (faible pression et plaque plane bloquant le déplacement des tubes) et thermiques (températures imposées sur les surfaces des tubes), mais aussi du contact bilatéral collant entre le miroir et le tube qui empêche le décollement de la matière et de l'absence de prise en compte de la tension superficielle. Il se peut également qu'une petite imprécision sur les coefficients de dilatation thermique soit responsable en partie de la différence de volume de bourrelet observée.

Les résultats obtenus au cours de la phase de soudage suivant l'étape de chauffage modifiée sont sensiblement identiques aux résultats de la première simulation (paragraphe 5.3).

Les nouvelles conditions aux limites permettent donc d'obtenir une mécanique de formation du bourrelet plus proche de la réalité mais ne modifient quasiment pas le résultat final du soudage en termes de température, déplacement, forme et taille des bourrelets.

Conclusion générale

Les travaux réalisés dans cette étude ont pour objectif de mieux connaître le procédé de soudage bout à bout de tubes de polyéthylène et d'en réaliser la modélisation et la simulation numérique. Ainsi, une analyse complète a été réalisée en ce qui concerne les phénomènes thermiques se produisant au cours du procédé, principaux moteurs du soudage, et les déplacements de matière, responsables de la formation du cordon de soudure.

Sur le plan numérique, le logiciel Forge2®, basé sur la méthode des éléments finis, a été utilisé pour simuler le procédé dans son intégralité car il résout les problèmes thermique et mécanique responsables de la formation des soudures. De plus il permet de traiter des problèmes 2D axisymétriques. Ce logiciel a initialement été créé pour la simulation numérique du forgeage des métaux, c'est pourquoi un certain nombre de modifications ont dû être apportées afin de pouvoir simuler le procédé de soudage.

Nous avons tenté de rendre la modélisation du soudage la plus riche possible. Ainsi nous avons couplé un maximum de phénomènes intervenant dans le soudage. Les couplages entre la mécanique, la thermique et les changements de phase ont ainsi été étudiés.

Le couplage mécanique / thermique consiste à lier la rhéologie et les variations de volume de la matière à la température.

L'étude rhéologique à l'état liquide, réalisée par rhéométrie oscillatoire, a montré qu'une loi de Carreau – Yasuda permet de bien représenter l'évolution de la viscosité au-dessus de la température de fusion. La dépendance à la température est prise en compte par une loi d'Arrhénius. A 130°C et à une vitesse de déformation de $1s^{-1}$, la viscosité du polyéthylène étudié est de l'ordre de 40000 Pa.s.

L'étude rhéologique à l'état solide a été réalisée par DTMA. En vue de la simulation numérique, il est nécessaire de disposer de lois de comportement à l'état solide et à l'état liquide ayant les mêmes variables. Ainsi, le polymère à l'état solide a été considéré comme étant un fluide très visqueux. Une loi puissance permet de bien représenter l'évolution de la viscosité en dessous de la température de fusion. La dépendance à la température est prise en compte par une loi exponentielle "- βT ". A 80°C et à une vitesse de déformation de $2s^{-1}$, la viscosité du polyéthylène étudié est de l'ordre de 1200 MPa.s.

Le volume spécifique a été mesuré en fonction de la température dans les différents états de la matière montrant que la variation de volume était très importante au cours du changement de phase. Les variations de volume ont été mesurées dans les états solide et liquide et une loi des mélanges a été utilisée pour connaître l'évolution du volume au cours de la transition.

L'évolution caractéristique du volume spécifique avec la température a été prise en compte lors des simulations.

Le couplage mécanique / changement de phase consiste à lier les rhéologies à l'état solide et à l'état fondu du polymère par l'intermédiaire de lois de fusion et de cristallisation.

Les lois de cristallisation et de fusion permettent de déterminer le taux de phase liquide en fonction de la température, du temps et des vitesses de chauffage et de refroidissement. La loi de cristallisation a été obtenue en utilisant les lois d'Avrami et d'Ozawa et la loi de fusion a été déterminée en s'inspirant de la loi de cristallisation obtenue. Ces lois ne prennent en compte qu'une partie de la transformation (cristallisation primaire et fin de la fusion) car on estime que la majorité des variations de viscosité s'y produisent.

La viscosité de la matière au cours de la transition solide/liquide suit une loi dérivée de la loi des mélanges dont le facteur pondérateur est le taux de phase liquide. Cette loi est purement expérimentale et permet de faire évoluer la viscosité théorique au cours de la transition sur les mêmes plages de températures qu'au cours des mesures.

Les lois de cristallisation et de fusion ainsi que les lois de comportement déterminées expérimentalement ont été intégrées au logiciel de simulation. La prise en compte de ces lois a été validée en comparant les évolutions des taux de phase liquide et de la viscosité dans différentes conditions de chauffage et de refroidissement.

Le couplage thermique / changement de phase est caractérisé par l'enthalpie de cristallisation. Celle-ci est calculée à partir du taux de cristallinité et a été intégrée à l'équation de la chaleur.

Afin de bien comprendre le procédé de soudage bout à bout et de pouvoir valider les résultats des simulations, une analyse expérimentale sur banc de soudage a été réalisée. Celle-ci a consisté à observer la formation du cordon de soudure, à réaliser des mesures de température à différents endroits dans la paroi du tube, à enregistrer la pression imposée sur les tubes et à mesurer les déplacements des tubes au cours des différentes phases du soudage.

L'observation de la formation des bourrelets et l'étude des déplacements des tubes permettent d'étudier la cinétique de formation des bourrelets. Il en résulte que les tailles de bourrelets dépendent des conditions de soudage car la quantité de matière fondue expulsée latéralement est la conséquence du chauffage (température du miroir) et de la pression appliquée. D'autre part, il apparaît que la dilatation thermique du matériau est un facteur d'importance à prendre en compte au cours de la formation de la soudure. En effet, le bourrelet se développe dans toutes les phases du procédé, même lorsque la pression appliquée sur les tubes est très faible, et au cours de la phase d'égalisation les deux tubes s'écartent du plan de soudage (d'environ 50 μm dans les conditions standard du soudage) bien que la pression appliquée soit importante (0,18 MPa), conséquence de la dilatation du matériau.

Les mesures de température donnent une bonne idée des cinétiques de chauffage et de refroidissement des tubes dans la zone proche du miroir chauffant. Les résultats montrent que la taille de la couche de polymère fondu en fin de chauffage est comprise entre 3 et 4 mm pour les conditions d'essais choisies (diamètre/épaisseur du tube, conditions de soudage,...). Par ailleurs, les cinétiques de chauffage du tube sont différentes au centre de la paroi et en surface du tube, ce qui met en évidence l'influence du rayonnement du miroir chauffant vers le tube et de la convection d'air autour du tube.

Quelques études de caractérisation de la soudure ont été réalisées. La détermination des taux de cristallinité par DSC dans la soudure n'a pas montré de différences significatives en fonction de la localisation dans la soudure. Par contre, des essais de re-chauffage de l'assemblage (essai dit du

"sèche-cheveux") a révélé différentes zones de microstructures différentes dans la zone où la matière a fondu.

Les phases d'égalisation, de chauffage et de soudage ont été simulées en utilisant des caractéristiques thermiques et mécaniques et des conditions aux limites se rapprochant au maximum de la réalité. Le rayonnement du miroir vers le tube, dont l'importance a été montrée expérimentalement, a été pris en compte par l'intermédiaire de conditions limites thermiques qui évoluent dans le temps et en fonction de la distance au miroir chauffant.

Globalement les résultats sont satisfaisants car nous avons réussi à simuler l'ensemble du procédé et nous avons pu observer la formation de cordons de soudure au cours des différentes étapes du soudage. De plus, les résultats sont cohérents, presque quantitativement, avec la réalité.

Bien que la forme finale des bourrelets ne soit pas complètement identique à la réalité du fait de l'utilisation d'un contact bilatéral collant entre le miroir et le tube, leurs volumes ont un ordre de grandeur semblable à ceux des bourrelets réels. D'autre part, les évolutions de température au centre de la paroi du tube obtenues par simulation sont très proches des températures mesurées par thermocouple. Les déplacements des tubes obtenus par simulation ont également des allures proches des résultats expérimentaux, sauf au cours de la phase de chauffage où le déplacement est beaucoup plus important en simulation.

Ce dernier résultat nous a amené à changer les conditions aux limites pour que le déplacement corresponde mieux aux valeurs expérimentales. Ainsi, pour essayer de prendre en compte les frottements des mors sur le bâti, une plaque "butée" fictive a été placée à proximité de la surface inférieure du tube et une faible pression (0,001 MPa) a été appliquée, limitant les déplacements du tube. Ceci a pour conséquence d'obtenir un déplacement et une forme de bourrelet en fin de chauffage plus proche de la réalité mais n'influe pas beaucoup sur les résultats finaux, c'est-à-dire après la phase de soudage.

Bien que le procédé de soudage bout à bout soit à présent mieux connu, il reste un certain nombre de points à compléter ou à approfondir.

Du point de vue expérimental, il serait intéressant d'affiner les mesures de températures, notamment à la surface des tubes dans la zone proche du miroir chauffant afin d'avoir des conditions aux limites plus précises en simulation. L'importance de certains phénomènes ayant été mis en évidence par la simulation (frottement tube/miroir, glissement des mors sur le bâti, ...), il serait intéressant de les étudier de façon plus approfondies. De plus, l'étude de l'influence de la tension superficielle sur la forme des bourrelets pourrait encore améliorer les résultats des simulations. Le modèle de transition solide/liquide pourra être amélioré.

Dans la présente étude, une seule résine a été analysée, or les tubes de gaz sont fabriqués à partir de différentes familles de PE ayant des caractéristiques sensiblement différentes. Il serait donc intéressant de caractériser complètement plusieurs résines et d'étudier l'influence de leurs caractéristiques sur la qualité résultante des soudures. L'étude de soudures obtenues avec deux tubes de résines différentes s'avère également importante si l'on veut gérer sereinement des assemblages "hétérogènes".

Du point de vue de la simulation numérique, il serait utile d'améliorer la forme du bourrelet final en traitant les problèmes de contact entre le miroir et le tube de manière à mieux représenter la réalité et voir si cette grandeur est pertinente pour évaluer de manière indirecte la qualité de la soudure. L'intégration du rayonnement du miroir vers le tube permettrait d'avoir une simulation plus réaliste des transferts thermiques en surface des tubes et l'utilisation de conditions limites en température imposée pourrait être évitée.

A plus long terme, l'étude du soudage passe inévitablement par l'analyse structurale de la soudure. Ainsi, l'interpénétration des chaînes de polymère par interdiffusion devrait être étudiée en détail et intégrée au modèle numérique afin de prédire la résistance des soudures, en intégrant les travaux réalisés par Gaz de France dans ce domaine dans les années 90. Dans cette même optique, l'examen des contraintes résiduelles dans et au voisinage des soudures semblerait être important en vue d'une maîtrise plus complète du procédé.

D'autre part, les tests de résistance des soudures à différents types de contraintes doivent être systématisés afin de bien connaître l'influence de chaque paramètre de soudage sur la tenue des soudures.

Finalement, la simulation numérique pourra servir à dégager des conditions de soudage optimales et à évaluer la résistance mécanique des soudures réalisées expérimentalement.

Annexe : Complément sur les évolutions des taux de cristallinité

Voici les taux de cristallinité en fonction de la distance au plan de soudage (Figure 1) et en fonction du centre de la paroi (Figure 2) avec l'ensemble des mesures effectuées permettant ainsi de voir les barres d'erreur (figures 3 et 4).

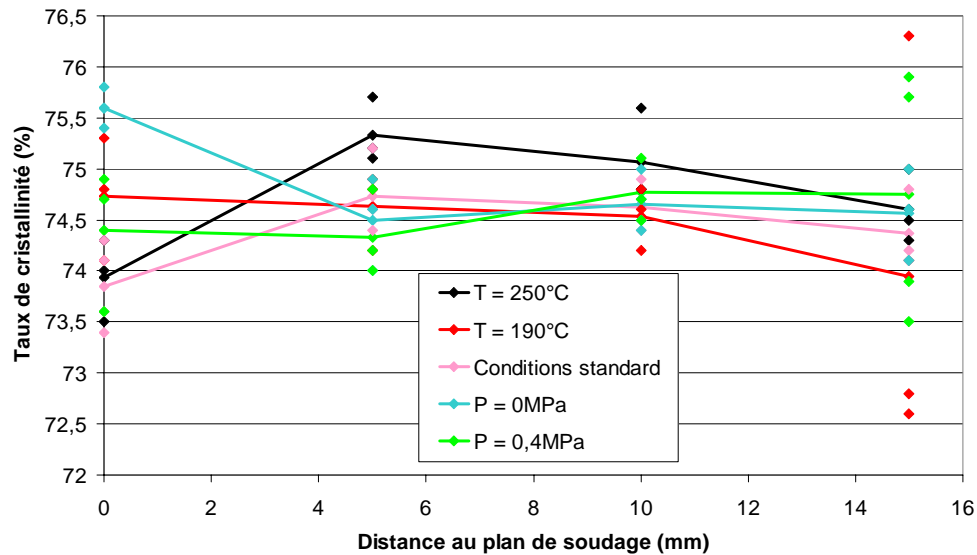


Figure 1 – Taux de cristallinité en fonction de la distance au plan de soudage pour les différents types de soudures

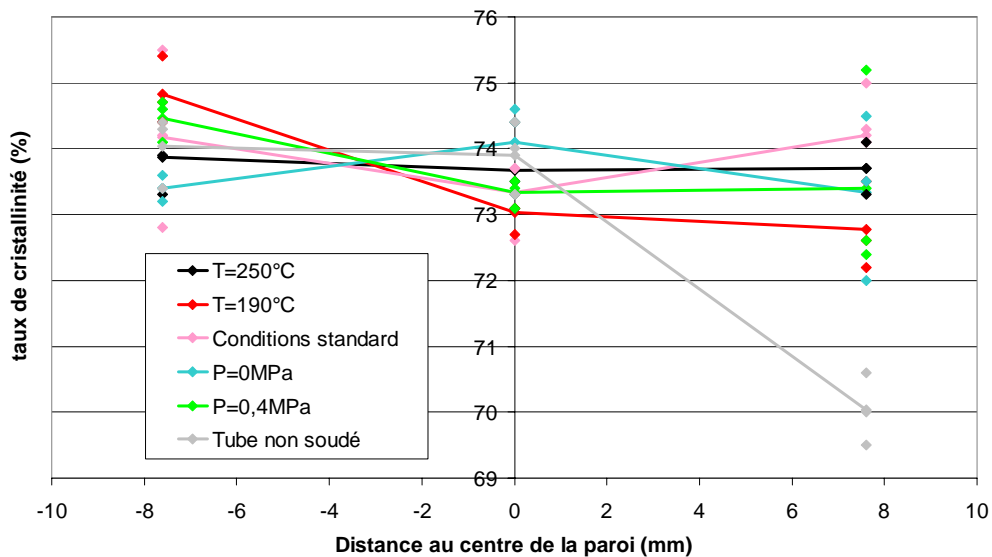


Figure 2 – Taux de cristallinité en fonction de la distance au centre de la paroi pour les différents types de soudures

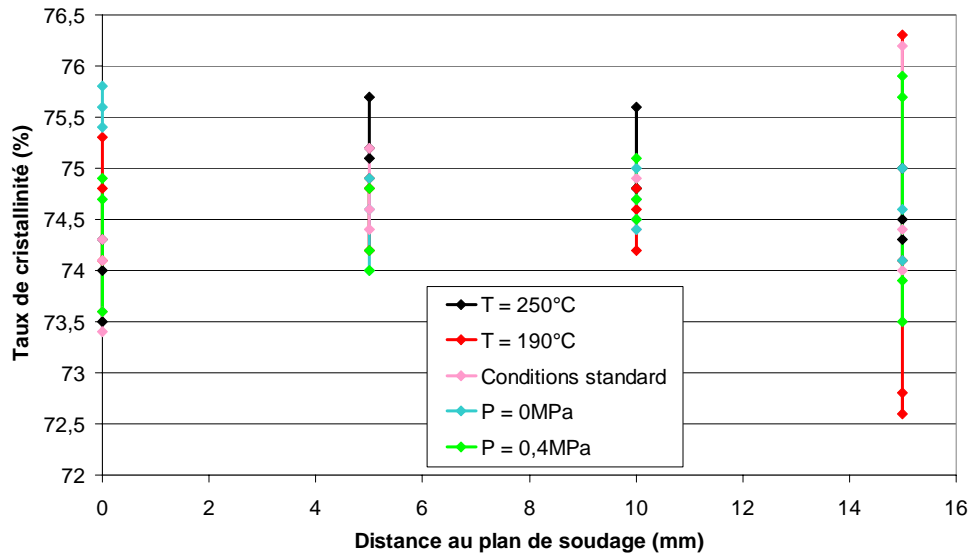


Figure 3 – Taux de cristallinité en fonction de la distance au plan de soudage pour les différents types de soudures : barres d'erreur

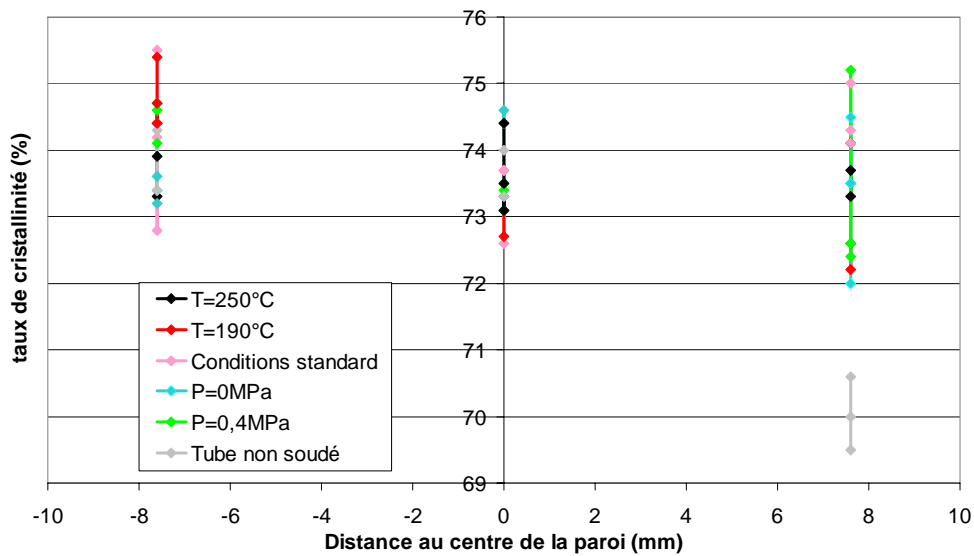


Figure 4 – Taux de cristallinité en fonction de la distance au centre de la paroi pour les différents types de soudures : barres d'erreur

Ce travail porte sur la compréhension et la simulation numérique des phénomènes thermomécaniques régissant la formation des soudures au cours du procédé de soudage bout à bout de tubes de polyéthylène. Ce procédé consiste à faire fondre les extrémités des tubes et à les plaquer l'un contre l'autre avec une certaine pression pour former la soudure par refroidissement de la matière. Le soudage bout à bout, qui paraît simple a priori, fait intervenir un certain nombre de phénomènes interagissant entre eux. Ainsi, il existe de forts couplages entre la mécanique, la thermique et les changements de phase.

Ce manuscrit est composé de trois parties principales. Premièrement, une analyse complète du procédé a été réalisée. Ainsi, les phénomènes thermiques se produisant au cours du procédé, principaux moteurs du soudage, et les déplacements de matière, responsables de la formation du cordon de soudure, ont été étudiés. Ceci a mis en évidence l'importance de la dilatation thermique, notamment lors du chauffage de la matière, mais aussi une cinétique de formation du bourrelet et une thermique complexes (formation d'un plan vertical dans le bourrelet lors du chauffage, importance du rayonnement et de la convection lors du chauffage des tubes ; ...).

Dans une deuxième partie, nous avons caractérisé la matière dans le but d'obtenir une simulation numérique du procédé la plus réaliste possible. Les lois de fusion et de cristallisation du polyéthylène ont été déterminées à partir des lois d'Avrami et d'Ozawa. Les comportements du polyéthylène à l'état liquide, solide et au cours de la transition ont également été déterminés. De plus, des mesures d'enthalpie de changement de phase et de dilatation thermique ont été faites.

Finalement, l'ensemble des étapes du procédé a été simulé à l'aide du logiciel Forge2®, bien adapté à la résolution des problèmes thermiques et mécaniques responsables de la formation des soudures. Les lois et les paramètres obtenus expérimentalement ont été intégrés au logiciel. Les résultats obtenus sont très satisfaisants, tant au niveau de la thermique que du déplacement de matière et de la forme des bourrelets.

Nous avons à présent une meilleure compréhension du soudage bout à bout ainsi qu'un premier outil opérationnel pour simuler le procédé.

Mots-clés : soudage, bout à bout, simulation numérique, cinétique de transformation, rhéologie, couplage

This work concerns the comprehension and the digital simulation of the thermomechanical phenomena governing the development of the welds during the process of butt fusion welding of polyethylene tubes. This process consists in melting the ends of the tubes and pressing them together to form the weld after the matter is cooled. Butt fusion welding, which seems to be simple a priori, brings in some phenomena interacting ones with the others. Thus, there are strong couplings between thermics, mechanics and phase changes.

This manuscript is composed of three principal parts. Firstly, a complete analysis of the process was carried out. Thus, thermal phenomena occurring during the process, which are the main origins of welding, and displacements of matter, which are responsible for the formation of the weld bead, were studied. The importance of thermal dilatation, in particular during the heating of the matter, but also complicated kinetics of bead formation and thermal phenomena are highlighted (formation of a vertical plane in the bead during heating, importance of the radiation and the convection during tubes heating ; ...).

In a second part, we characterized the matter with an aim of obtaining a digital simulation of the process that is as realistic as possible. The fusion and crystallization laws of polyethylene were given using the Avrami and Ozawa laws. The behaviour of polyethylene in a liquid state, solid state and during the transition were also given. Moreover, measurements of thermal dilatation enthalpy and phase changes were made.

Finally, all the stages of the process were simulated using Forge2® software, which is well adapted to the resolution of thermal and mechanical problems responsible for the welds formation. The laws and the parameters obtained in experiments were integrated into the software. The results obtained are very satisfactory, as well from the point of view of thermics as of the matter displacement and the shape of the beads.

We have now a better comprehension of butt fusion welding and a first operational tool to simulate the process.

Keywords : welding, butt fusion, digital simulation, kinetic of transformation, rheology, coupling